

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE AKLI MOHAND OULHADJ – BOUIRA
FACULTE DES SCIENCES DE LA NATURE ET DE LA VIE ET DES SCIENCES DE LA TERRE
DEPARTEMENT DE BIOLOGIE



Réf :/UAMOB/F.SNV.ST/DEP.BIO/2020

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME MASTER

Domaine : SNV

Filière : Sciences Biologiques

Spécialité : Biochimie

Présenté par :

FODIL Sarrah & DEBBAKH Houda

Thème

**L'optimisation des conditions d'extraction de la pectine à
partir des sous-produits de la banane**

Soutenu le : 15/ 09/ 2021

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom

Grade

M. TIGHILT K.

MAA

Univ. de Bouira

Président

M. TIGHRINE Abderrahmane

MCB

Univ. de Bouira

Promoteur

M. CHERGUI Achour

MCB

Univ. de Bouira

Examineur

Année Universitaire : 2020/2021

Remerciement

C'est avec un réel plaisir que nous réservons ces lignes en signe de gratitude et de profonde reconnaissance à tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation et à l'aboutissement de ce travail et toutes les personnes qui sont présentes autour de nous en ces moments

Avant tout, nous remercions le Bon Dieu, le tout puissant, maitre des cieux et de la terre, qui nous donné la force et la patience.

*Nous tenons à exprimer notre gratitude et respect à notre encadreur, **Dr. TIGHRINE A.** enseignant au département de Biologie de la Faculté des Sciences de la nature et de la vie à l'université de Bouira pour ses précieux conseils de tout ordre, sa disponibilité, sa patience, son attention qu'il a apporté et sa gentillesse tout au long de la réalisation de ce travail.*

*Mes vifs remerciements s'adressent aussi aux membres du Jury : Mr **TIGHILT K.** qui nous a fait l'honneur de présider la soutenance de ce mémoire et Mr **CHERGUI A.** pour avoir accepté d'examiner ce manuscrit. Leurs remarques et leurs précieux conseils nous permettront d'améliorer notre travail au mieux.*

Dédicace

*Je ne trouve aucun mot ou expression, qui vont exprimer mes vifs
sentiments de gratitude et remerciements*

Je dédie ce travail :

À ma mère

*« Tu m'as donné la vie, la tendresse et le courage pour réussir. Tous ce
que je peux t'offrir ne pourra exprimer l'amour et la reconnaissance
que je te porte. En témoignage, je t'offre ce modeste travail pour te
remercier pour tes sacrifices et pour l'affection dont tu m'as toujours
entouré. »*

À mon père

*« L'épaule solide, l'œil attentif compréhensif et la personne la plus
digne de mon estime et mon respect. Aucune dédicace ne saurait
exprimer mes sentiments, que Dieu te préserve et te procure sante et
longue vie. »*

À mes chers frères

Sofiane et lyass pour leur affection, compréhension et patience

À toute la famille Fodil et Nait Slimane

À mon oncle même si il est à l'autre Bout du monde

*Je tiens à remercier l'ensemble de tous les étudiants et étudiantes de
ma promotion 2020/2021,
Surtout ceux et celles réalisant un magister sans oublier mes ami (es),
Houda, Céline, Kanza, Cilya, Chahira.*

Fodil Sarah

Dédicace

*Tout d'abord, je bénis le Bon Dieu chaque jour de ma vie, de m'avoir
donné la santé, la chance d'étudier et de suivre le bon chemin.
Je dédie, tout particulièrement ce modeste travail à ceux pour qui je
dois tout et je ne rendrais assez, mes très chers parents.*

À la mémoire de mes grands parents

À mes très chères sœurs : Souad, Lamise, Nasira, Souhila, Dihia.

*À mes très chers frères : Djamel, Saïd, Achour, Nacer et à tous les
membres de la famille.*

*À mon binôme et ma meilleure amie « Sarah » que je remercie pour les
meilleur eux moments passés ensemble.*

À mes ami (es) : Sofiane, Kenza, Céline

À tous ceux que j'aime

Debbakhi Houda

<i>Liste des abréviations</i>

GalA) : Acide Galacturonique

(HG) : Homogalacturonanes

(Rha) : Rhamnose

(HM) : Hautement Méthylées ou (**H**igh **M**ethoxyl)

(LM) : faiblement méthylées ou (**L**ow **M**ethoxyl)

(DM) : Degré de Méthylation

(CDTA) : *trans*-1,2-diaminocyclo-hexane-*N*, *N*, *N'*, *N'*-tetraacetic acid

(EDTA) : Acide éthylène-diamine-tétraacétique (**E**thylene**d**iamine**t**etraacetic acid)

(ELP) : Extraction liquide pressurisée

Liste des figures

Figure 01 : Structure de la pectine.....	04
Figure 02 : Structure primaire d'un homogalacturonane.....	05
Figure 03 : Structure du rhamnogalacturonane I (RG I).....	05
Figure 04 : Structure d'un complexe de rhamnogalacturonane de type (II).....	06
Figure 05 : Structure chimique de xylogalacturonane.....	06
Figure 06 : Architecture de paroi cellulaire et localisation des pectines.....	07
Figure 07 : Pelures de la banane.....	22
Figure 08 : Blanchiment des pelures de la banane.....	23
Figure 09 : Lavage des pelures de la banane.....	23
Figure 10 : Séchage des pelures de la banane.....	24
Figure 11 : Broyage des pelures de la banane.....	24
Figure 12 : Les étapes d'extraction de la pectine.....	26
Figure 13 : Titration de mélange (pectine +Eau + NaCl +phénolphthaléine+ éthanol) par NaOH.....	28
Figure 14 : Agitation de mélange (pectine +eau + NaCl +phénolphthaléine+ éthanol + NaOH + HCl).....	28
Figure 15 : L'effet de type d'acide sur le rendement d'extraction en pectine de la banane.....	30
Figure 16 : L'effet de pH sur le rendement d'extraction en pectine de la banane.....	31
Figure 17 : L'effet de volume de solvant sur le rendement d'extraction en pectine de la banane.....	32
Figure 18 : L'effet de la température sur le rendement d'extraction en pectine de la banane.....	34
Figure 19 : L'effet de temps d'extraction sur le rendement en pectine de la banane.....	35
Figure 20 : L'effet de volume d'éthanol de précipitation sur le rendement d'extraction en pectine de la banane.....	37

<i>Liste des tableaux</i>

Tableau I. Teneur en pectine de quelques végétaux..... 08

Tableau II : Les réactifs utilisés..... 21

Table des matières

Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction	01

Première partie : Étude bibliographique

Chapitre 1 : Généralités sur les substances pectiques

1- Historique	03
2- Définition	03
2-1 - Les substances pectiques.....	03
3- La structure de la pectine	04
3-1- Pectines homogalacturoniques	04
3-2- Pectines rhamnogalacturonanes	05
3-2-1- Pectines rhamnogalacturonane I.....	05
3-2-2- Pectines rhamnogalacturonane II	06
3-3- Pectines xylogalacturonanes	06
4-Les types de la pectine.....	07
5- Localisation des pectines	07
6-Sources de pectine	08
7- Les propriétés physico-chimiques de pectine	08
7-1-Masse moléculaire	09
7-2-Solubilité et précipitation	09
7-3- Stabilité et dégradation.....	10
7-4-Viscosité.....	10
7-5-Gélification	10

Chapitre 2 : Différents techniques d'extractions de la pectine

1-Méthodes d'extraction des pectines.....	11
1-1-Extraction chimique.....	11
1-1-1-Extraction par hydrolyse acide	11
1-1-2-Extraction par agents complexant.....	11
1-2-Extraction enzymatique	12
1-3-Extraction physique	13
1-3-1-Extraction assistée par les ultrasons	13

1-3-2-Extraction par microondes	13
1-3-3-Extraction par soxhlet	13
1-3-4-Extraction liquide pressurisée (ELP).....	14

Chapitre 3 : Application industrielles des pectines

1-Application industrielles des pectines	15
1-1-Utilisation dans l'industrie alimentaire	15
1-2-Utilisation dans l'industrie pharmaceutique.....	15
1-3-Utilisation dans l'industrie cosmétique	17
1-4- Utilisation des pectines comme matrice d'encapsulation.....	17
1-5- Utilisation des pectines dans le domaine des biomatériaux	18
1-6-L'effets de la pectine sur la biodisponibilité en minéraux et en vitamines.....	19
1-6-1- Effets de la pectine sur la biodisponibilité en vitamines	19
1-6-2- Effets de la pectine sur la biodisponibilité en minéraux.....	20

Deuxième Partie : Étude expérimentale

Matériel et méthodes

1-Matériels	21
1-1-Réactifs utilisés.....	21
1-2- Matériel de laboratoire.....	21
1-3- Matière première végétale	21
2-Méthode.....	22
2-1-Prétraitement physique	22
2-2-Extraction de la pectine	24
2-1-1- Protocole d'extraction acide de la pectine.....	25
2-2-Détermination de rendement d'extraction	26
2-3-Détermination de degré d'estérification (DE)....	26

Résultats et discussion

1-L'effet de solvant d'extraction	29
2- L'effet de pH de solvant d'extraction	30
3- L'effet de volume de solvant d'extraction.....	31
4-L'effet de température sur le rendement d'extraction	32
5-L'effet de temps d'extraction	34
6- L'effet de volume d'éthanol de la précipitation.....	35
7- Degré d'estérification	36
Conclusion.....	38
Références bibliographiques	
Résumé	

Introduction

Introduction

Les fruits présentent les éléments essentiels de régime alimentaire et grâce à leur richesse en divers composés essentiels tels que les fibres alimentaires, les vitamines et les métabolites secondaires. Une partie de ces molécules bioactives (composés phénoliques, les huiles essentielles et les polysaccharides tels que les pectines) se retrouvent aussi dans les résidus issus de la transformation des fruits en différents produits. Ces résidus constituent ainsi une source intéressante pour l'extraction de ces biomolécules nobles.

Les pectines sont une classe de polysaccharides ubiquitaires et multifonctionnels représentant 20 à 35% de la paroi cellulaire chez les dicotylédones et monocotylédones non graminées (**Thakur *et al.*, 1997**). Elles constituent un ingrédient à haute valeur ajoutée largement utilisé par l'industrie alimentaire.

Les sources principales de pectines pour l'extraction industrielle sont les résidus issus de la transformation des pommes et des fruits de la famille de citrus (orange, citron vert, citron.....). Ces sources sont abondantes car elles proviennent de sous-produits de l'industrie des jus de fruits (les écorces de citrus et les marcs de pomme). Il existe d'autre sources de pectines comme la pulpe de courge (**O'Donoghue et Somerfield, 2008**), les peaux d'oignons, la fibre de pomme de terre (**Turquois *et al.*, 1999**), les têtes de tournesol (**Miyamoto et Chang, 1992**) et les déchets de la production des jus de fruits tropicaux comme la banane (**Berardini *et al.*, 2005**).

La banane est l'un des fruits les plus consommés au monde et représente environ 40% du commerce mondial des fruits (**Singanusong *et al.*, 2013**). C'est le deuxième plus grand produit fruitier après les agrumes, contribuant à environ 16% de la production totale des fruits dans le monde. La plante est d'origine d'Inde et l'Asie de l'Est et certaines variétés sont génétiquement liées à certaines espèces d'Afrique (**Mohapatra *et al.*, 2010**). En plus d'être utilisée fraîche, la banane est également utilisée dans de nombreux produits tels que : les jus, les purées de pulpe de poudre, les biscuits et les chips (**Zhang *et al.*, 2005**). Des quantités importantes de pelures de bananes équivalentes à 40% du poids total frais sont générées comme un déchet dans les industries produisant des produits à base de ce fruit (**Tcehobanoglous *et al.*, 1993**).

Les pelures de banane sont une source riche en fibres alimentaire (43,2 à 49,7%), en protéines (6 à 9%), en amidon (3%) et en lipides (3,8 à 11 %).

Les fibres alimentaires des pelures de la banane sont une bonne source de lignine (6 à 11 %), de cellulose (7,6 à 9,6 %), d'hémicellulose (6,4 à 9,4 %), d'acide galacturonique et de pectine (10 à 21 %)(**Emaga *et al.*, 2007 and 2008a**).

L'objectif principal de ce travail est d'optimiser les conditions (Type d'acide, pH, rapport pelure/solvant, température, temps, volume d'éthanol de précipitation) d'extraction aqueuse et acide qui conduit à obtenir un rendement élevé en pectine extraite à partir des pelures de la banane.

Cette étude est constituée de deux parties :

La première partie qui est une revue bibliographique avec trois chapitres, le premier chapitre comporte des généralités sur les substances pectiques, le deuxième porte sur les différentes méthodes d'extraction des pectines et dans le troisième chapitre nous avons abordés les applications industrielles des pectines.

La deuxième partie qui est une partie expérimentale est divisée en deux chapitres, le premier décrit le matériel et les méthodes utilisées pour l'extraction de la pectine. Le dernier chapitre présente une interprétation des résultats des conditions d'extraction de la pectine.

Partie I

Étude bibliographique

Chapitre 1

Généralités sur les substances pectiques

1-Historique

En 1790, le pharmacien et le chimiste français Louis-Nicolas VAUQUELIEN il a isolé pour la première fois à partir des fruits du Tamarin, *Tamarindus indica*, *Fabaceae* un composé chimique qui la décrit comme une substance bien soluble dans l'eau et capable de gélification (**Chan, 2017**). Mais il n'a pas été vraiment caractérisé. C'est en 1825 que le chimiste français BRACONNOT donna le nom de « pectine» (du grec 'pektos' signifiant «congeler ou se solidifier») aux substances extraites de fruits et qui se gélifient en milieu sucré et acide (**Glicksman, 1969**). **Smolenski** rapporta en 1924 que la pectine est une substance de polymère d'acides galacturoniques. En 1930, Meyer et Marc ont découvert la formation en chaînes de la molécule de pectine.

Au début du XXème siècle, la pectine a fait l'objet pour la première fois d'une extraction à l'échelle industrielle.

2-Définition

Les pectines sont des polysides complexes entrant dans la composition des parois cellulaires de nombreuses plantes terrestres. Elles participent à la cohésion de la cellule et au maintien des parois par l'association à d'autres substances chimiques composantes de la membrane cellulaire telle que la cellulose, hémicellulose ou à la lignine par le biais d'interaction mécanique et chimique (**Donato, 2004**)

2-1-Les substances pectiques

Ce sont des macromolécules les plus complexes dans la nature, appartenant à une famille d'oligosaccharides et de polysaccharides colloïdaux et complexes de l'acide galacturonique (**Sonia et al., 2014**).

La paroi cellulaire présente de nombreuses formes chimiques de ces substances : les protopectines, les acides pectiniques (pectines), les pectinates, les acides pectiques et les pectates (**Prasanna et al., 2007**), et peuvent se trouver sous la forme de poudre blanche, jaune claire, grisâtre ou légèrement obscurcie. Dissous dans l'eau, ils forment une dispersion colloïdale et opalescente, pratiquement insoluble dans l'alcool (**Axelos et al., 1991**).

3- La structure de la pectine

La pectine est un hydrocolloïde présent dans tous les végétaux sous la forme d'un polymère linéaire d'acide D-galacturonique liés par des liaisons α (1-4) dont la fonction acide est plus ou moins estérifiée par le méthanol, et dans une faible proportion 1 à 4 d'unités L-rhamnose liée en α (1-2) plus au moins ramifiées (Fishman *et al.*, 1986) (Figure 01).

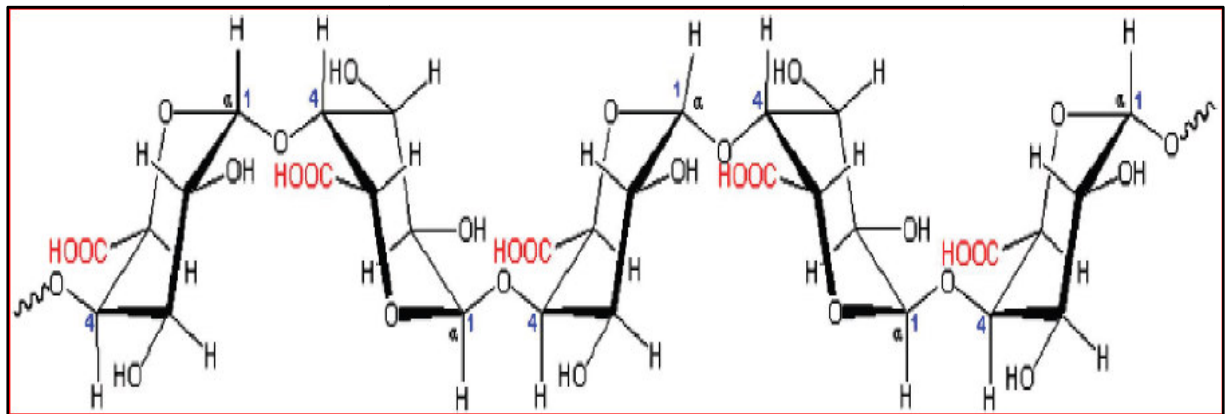


Figure 01 : Structure de la pectine (Fishman *et al.*, 1986).

La structure des pectines peut varier en fonction de l'espèce végétale, le stade de développement, la localisation et la méthode d'extraction.

Généralement, les pectines sont constituées essentiellement de trois unités structurales distinctes :

3-1- Pectines homogalacturoniques

Sont les plus abondants dans la paroi végétale d'un tissu indifférencié, qui est un homopolymère linéaire présent environ 100 résidus d'acide galacturonique (GalA) liés en α (1-4) (Thibault *et al.*, 1993).

L' homogalacturonique (HG) est partiellement méthylestérifiée au carbone 6, peuvent également être O-acétylé en deux position : O-2 et O-3, (Perrone *et al.*, 2002). Ils forment la zone lisse des pectines.

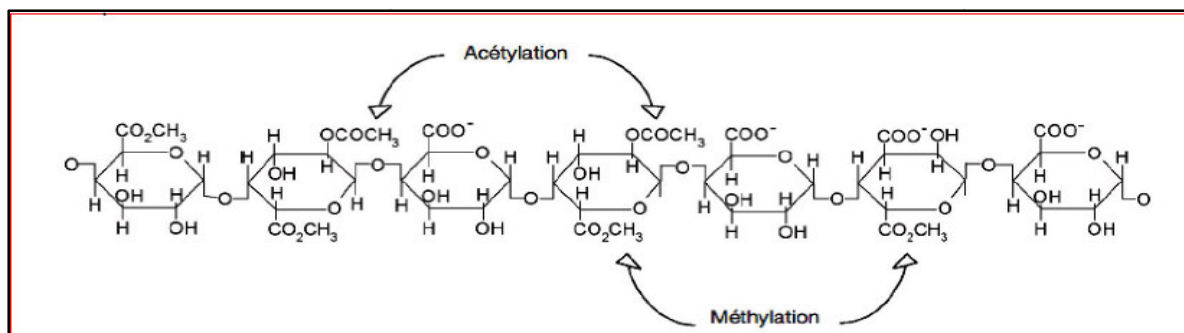


Figure 02 : Structure primaire d'un homogalacturonane

3-2- Pectines rhamnogalacturonanes

Les rhamnogalacturonanes sont des blocs ramifiés contenant une chaîne principale de galacturonane, sont responsable pour la complexité chimique et structurale des substances pectiques.

Il existe 2 types de rhamnogalacturonanes :

3- 2-1- Pectines rhamnogalacturonane I

Le squelette osidique comprend une alternance d'unités rhamnosiques et d'unités galactoroniques [$\rightarrow 4) -\alpha\text{-D-GalA-(1-2)-}\alpha\text{-L-Rha-(1} \rightarrow$], de nombreux oses comme l'arabinose, le galactose et les arabinogalactanes peuvent se lier sur les résidus rhamnosyl en C-4 ou sur les chaînes d'acide galacturonique (**Bonnin *et al.*, 2002 ; Thibault *et al.*, 2000 ; Ralet *et al.*, 2001**) (Figure 03)

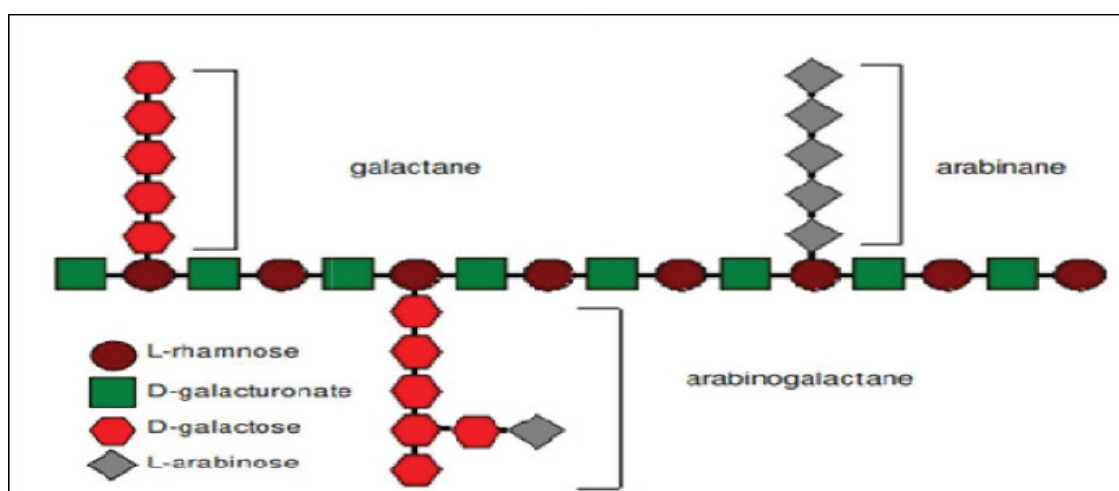


Figure 03 : Structure du rhamnogalacturonane I (RG I).

3-2-2- Pectines rhamnogalacturonane II

Leur structure plus complexe est définie comme des zones hérissées (**Thibault *et al.*, 2000**) constitué d'une chaîne principale formée de neuf résidus de β -D galacturonane liés en (1-4), auxquels sont unies quatre chaînes latérales complexes, nommées A,B,C,D (**Figure 04**) qui sont constituées d'au moins 12 résidus glycosyles différents comme le méthyl-fucose et le méthyl-xylose. (**O'Neill *et al.*, 2004**).

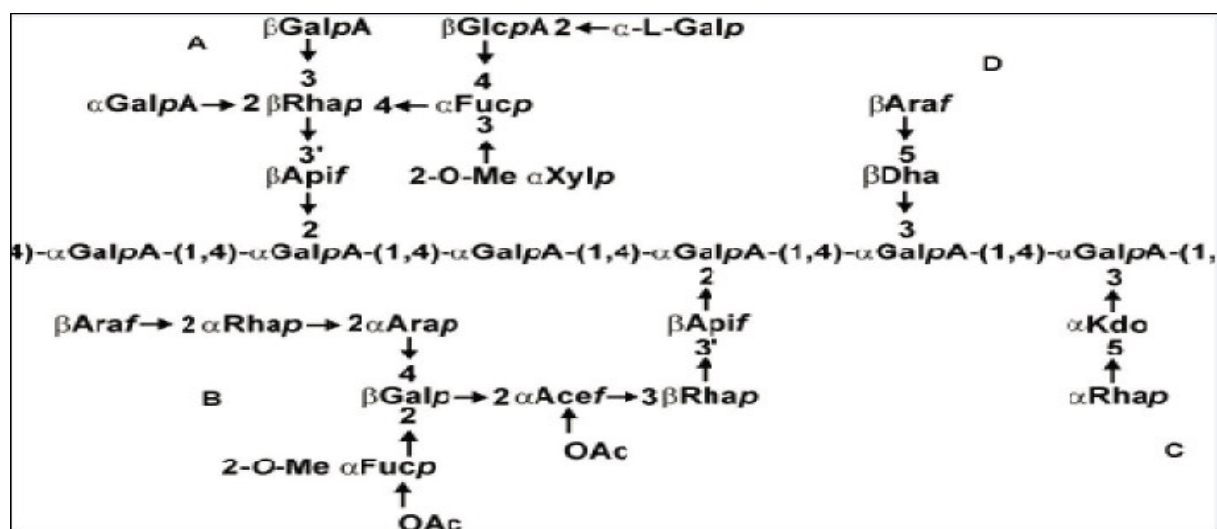


Figure 04 : Structure d'un complexe de rhamnogalacturonane de type (II)

3-3- Pectines xylogalacturonanes

Les xylogalacturonanes sont constitués d'une chaîne principale comprend une succession d'acide galacturoniques aux quels des unités simples de β -D xylose sont liées sur le C-3. (**Wong, 2008**) (**Figure 05**).

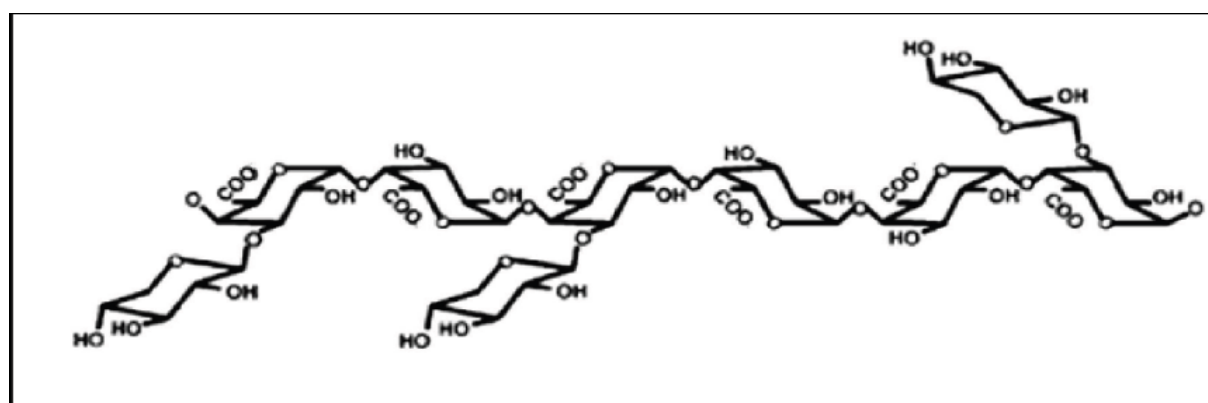


Figure 05 : Structure chimique de xylogalacturonane.

4-Les types de la pectine

Les pectines sont identifiées à partir de leur degré de méthylation (DM) exprimé en pourcentage, qui est défini comme étant le nombre de fonctions carboxyliques pour cent motifs d'acide galacturonique de la chaîne principale.

Selon leur degré de méthylation, on distingue :

-Les pectines hautement méthylées (HM) ayant un DM > 50 % sont majoritairement présents dans la nature (**May, 1990**)

-Les pectines faiblement méthylées (LM) ayant un DM < 50 % sont obtenues à partir des pectines HM, soit par voie chimique (dé-estérification alcaline à base température) ou par voie enzymatique (utilisation de pectines méthylestérase).

5- Localisation des pectines

La paroi végétale est une structure complexe qui entoure les cellules végétales, constituée de 3 polysaccharides majeurs : pectine, celluloses, hémicellulose (**Willats *et al.*, 2001**)

Généralement les substances pectiques sont localisées dans la lamelle moyenne dont la fonction de réguler l'adhésion de ces cellules végétales entre elles (**Iwasaki *et al.*, 1998**), et dans la paroi primaire des cellules ou il est nécessaires à la structure de la plante (**willats *et al.*, 2001**). Selon l'âge des tissus, la pectine se trouve sous deux formes : protopectines et acide pectique (**kirk *et al.*, 1967**) (**Figure 06**).

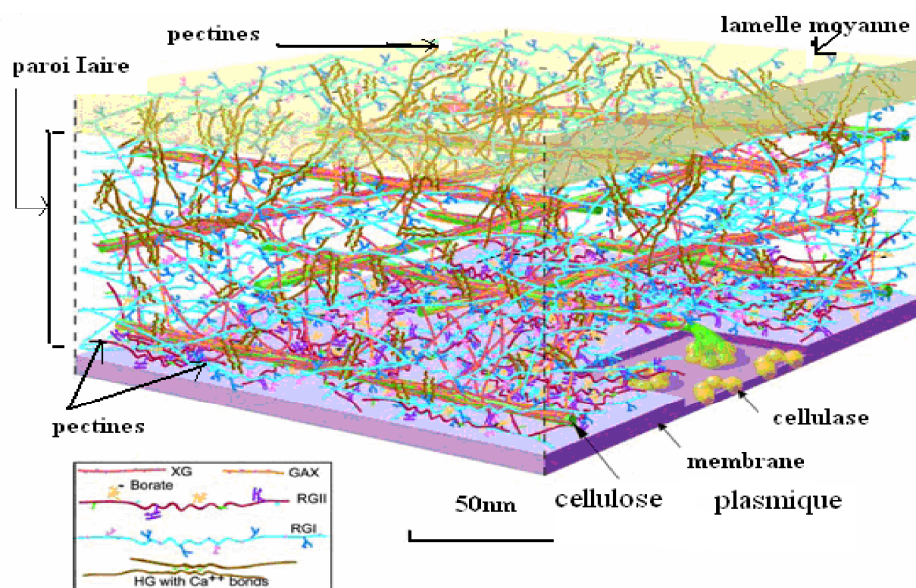


Figure 06 : Architecture de paroi cellulaire et localisation des pectines.

6-Sources de pectine

La pectine est un carbohydrate structurel présent dans toutes les plantes seules les céréales ne les comprennent pas.

Les pectines sont présentes en grande quantité dans certains fruits, dont les pommes et les agrumes (orange, citron.....) sous forme de protopectines qui sont libérées sous forme de pectine lors de la cuisson (références).

La teneur en pectines des fruits est variable en fonction de la nature de fruits et leur maturité (**Michel, 2002**).

Tableau I.1. Teneur en pectine de quelques végétaux
(**Bonnin *et al.*, 1997 ; Thibault et Ralet, 2001**).

Fruits	Teneur en pectine (% du poids frais)
Écorce d'orange	3.60 - 5.50
Écorce de citron	2.50 - 4.00
Écorce de fruit de la Passion	2.10 - 3.00
Marc de pomme	1.50 - 2.50
Tamarin	1.71
Banane	0.70 - 1.20
Pulpe de betterave	1.00
Mûre	0.72
Pomme	0.50 - 1.60
Pêches	0.10 - 0.90
Tomate	0.20 - 0.60
Carotte	0.20 - 0.50
Mangue	0.26 - 0.42
Ananas	0.04 - 0.13

7- Les propriétés physico-chimiques de pectine

Les substances pectiques ont des caractères polymérique et polyélectrolytique qui leur

confèrent un certain nombre de caractéristiques physico-chimiques qui sont importants pour leurs analyses. Nous citons :

7-1-Masse moléculaire

La détermination de la masse moléculaire des pectines est relativement difficile à mesurer à cause de leur caractère polyonionique, de leur hétérogénéité et des problèmes qui sont liés à leur extraction et leur purification ou les pectines devient parfois insolubles dans l'eau qui est pourtant le solvant qui a servi leur extraction (**Ralet *et al.*, 2002**).

À ce sujet-là, la technique HPLC d'exclusion stérique couplée au laser light scattering qui améliorerait sensiblement la caractérisation du poids moléculaire des pectines a été développée (**Ralet *et al.*, 2002**).

7-2-Solubilité et précipitation

La solubilité des pectines est affecté par sa masse moléculaire, température, taux de ramification, degré de méthyl estérification et de la distribution des groupements méthoxylés (**Thibault *et al.*, 1991**).

La solubilité de la pectine augmente avec la diminution du degré de méthylation (DM). (**Chen, 2015**) et de la diminution de la masse molaire (**Thakur 1997**). Ainsi elle augmente si la structure de la pectine est fortement ramifiée et le taux de méthylesterification est élevé. (**Thibault *et al.*, 1991**). De plus la solubilité de pectine sera facile par la présence de groupement chargés qui entraînent des répulsions électrostatiques entre eux ce qui diminue la formation des agrégats, l'ionisation de ces groupement se réalise lorsque la pectine est dans une solution au pH supérieure au pKa des fonctions carboxyliques de la pectine (pKa=3,5) (**BeMiller, 1986**).

Généralement, les pectines sont solubles en milieux aqueux (eau, solutions tampons à faible force ionique) comme le formamide, le dimethyl-formamide, et le glycérol (**Voragen *et al.*, 1995**).

Les pectines peuvent être aisément précipitées en présence de solvants organiques (acétone, éthanol, isopropanol) et de cations mono et multivalents (Na^+ , Ca^{2+} , H^+ , Al^{3+}). (**Thibault *et al.*, 1991**).

7-3- Stabilité et dégradation

Les pectines sont stables en solution dans un milieu acide, mais des réactions désertification et de polymérisation peuvent se produire sous les conditions données de pH et de température. Les pectine ont une stabilité maximale à pH = 4 (**Sriamornsak, 2003 ; Voragen *et al.*, 1996 cités par Visser et Voragen, 1996**). À des pH inférieurs à 3 et aux basses températures, les groupements acétyles et méthyles sont déstabilisée et les sucres neutres sont hydroxylés. Si la température est élevée l'hydrolyse est accélérée et peut conduire à la dégradation totale de la pectine(**Sriamornsak, 2003**).

En milieu alcalin et à basse température les groupements esters sont saponifiés. En milieu neutre et à température ambiante la saponification est accompagnée de la réaction de dépolymérisation, cette dégradation a lieu uniquement dans les liaisons glycosides et dans les résidus méthyles de l'acide galacturonique.

à des températures > 60° C, cette dégradation a lieu qu'à pH légèrement acide (pH proche de 5) (**Voragen *et al.*, 1996**).

7-4-Viscosité

Un agent dit viscosifiant s'il possède la propriété de modifier le comportement de la phase continue, sans former des zones de jonction. La pectine HM à haut poids moléculaire possède cette caractéristique ou ils sont utilisation dans les boissons fruitées (**Tilly 2010**).

7-5-Gélification

Les molécules gélifiantes sont des macromolécules qui forment un réseau tridimensionnel solide contient entre ses mailles une phase liquide (**Wehrlé, 2012**).

Les pectines ont la capacité de former des gels par différents méthodes quel que soit leur degré de méthylation. Pour les pectines HM, plus le degré d'estérification est élevé, plus le gel se forme rapidement, les pectines faiblement méthylées (LM) ont la capacité de fixer les ions divalents tels que le calcium (**Capel *et al.*, 2006**).

Chapitre 2

Différentes techniques d'extractions de la pectine

1-Méthodes d'extraction des pectines

Les pectines peuvent être extraites des parois végétales par trois différentes méthodes chimique, enzymatique et physique.

1-1-Extraction chimique

L'extraction de la pectine peut se faire par des méthodes chimiques afin d'examiner leur caractéristiques structurales et leur propriétés fonctionnelles, parmi ces méthodes :

1-1-1-Extraction par hydrolyse acide

Le procédé d'extraction de la pectine par cette méthode consiste à hydrolyser le polymère par un traitement acide (pH 1,5 – 3) à température élevée (90 à 100 °C) pour des temps variables (0,5- 6 heures) (**Ralet M.c et al., 2002**). Les acides les plus utilisés sont l'acide acétique, citrique, lactique, malique, tartrique, nitrique, oxalique, phosphorique, sulfurique et l'acide chlorhydrique (**Lim ,2012; Kermani, 2015**). Cette étape permet l'extraction et la solubilisation de pectine des tissus végétaux (**Lopes da Silva et al., 2006**). L'hydrolyse dans une solution chaude va transformer la propectine en acide pectique, ce dernier résulte comme une fraction insoluble qui va être séparée puis concentrée , la pectine est précipitée avec l'alcool (isopropanol, éthanol ou méthanol) ou elle forme un coagulum, celui-ci lavé, séché et broyé pour obtenir une poudre. Généralement la pectine obtenue est HM, elle devra subir une autre étape de désétérification chimique pour obtenir LM. (**Tilly, 2010**).

1-1-2-Extraction par agents complexant

Dans la lamelle moyenne se trouve des pectates de calcium qui sont formées par une liaison de la pectine avec les ions de calcium. Cette propriété permet l'extraction de la pectine par les agents chélateurs comme le cyclohexanediamine tétraacétate (CDTA), l'éthylène diamine tétraacétate (EDTA), l'imidazole et l'oxalate d'ammonium, ces derniers vont se complexer avec les ions Ca^{2+} (formation de gels de type Eggs.box) pour extraire les pectines LM (faiblement méthylestérifiées) (**Mc Neil et al., 1979 et 1980 ; Redgwell et al., 1992**).

La procédure employée dans cette méthode est comme suit :

- Solubilisation de la pectine par HCl (pH= 2,5, 90 °C et à 90 minutes)

- Précipitation soit par l'oxalate d'ammonium (0,25 %, pH=3,5, 75 °C et à 90 minutes) ou avec de l'EDTA (0,5%, 90 °C et 90 minutes) (**Kar et al., 1999**).

Pour cette méthode la purification des chélateurs est difficile et leur présence dans le produit final affecte les propriétés de gélification de la pectine (**Munarin. 2012**).

1-2-Extraction enzymatique

La paroi cellulaire végétale est composée d'un réseau enchevêtré de différents polysaccharides dont la pectine. Des enzymes qui dégradent la paroi cellulaire avec une activité pectinolytique minimale sont utilisées dans l'extraction enzymatique de la pectine (**Panouille et al.,2006 ; Puri et al.,2012 ;**)

L'extraction enzymatique de la pectine n'a pas de danger sur l'environnement et elle est plus efficace en termes de rendement en pectine. Différentes enzymes telles que les polygalacturonase, les hémicellulases, les protéases et mélange d'enzymes microbiennes, les cellulases, les amylases, les xylases, les β -glucosidases, les endopolygalacturonases et les pectinestérases sont utilisées dans l'extraction de la pectine parce que ils ont la capacité de la dégradation et de modifier leurs propriétés physico-chimiques (**Ptichkina et al.,2008 ; Yu et Sun 2013**).

L'extraction enzymatique permet de contourner les problèmes causés par la précipitation de la pectine à partir deffluents acides, parmi ces problèmes, le diminution de degré de polymérisation paramètre important des pectines commerciales. Des essais d'extraction ont été effectués par différentes enzymes : endoarabinase, galactanase, pectine lyase, endopolygalacturonase. Ce dernier permet d'obtenir des pectines à haut degré de méthyle estérification. Beaucoup de micro-organismes produisent cette enzyme, mais les levures du genre *Kluveromyces* la produisent comme seule enzyme pectolytique (**Donaghy et al., 1994**).

Les enzymes pectolytiques sont les cellulases, hémicellulases et protéases. Ces enzymes solubiliseraient les pectines par destruction des réseaux celluloses, hémicelluloses et protéiques (**Ptichkina et al., 2008**).

D'une manière générale, le traitement enzymatique assure la coupure des liaisons osidiques de la pectine. Cette action diminue la viscosité de la solution, facilitant la filtration et la centrifugation, ces enzymes ont une réactivité spécifique à la pectine. Cependant cette méthode reste coûteuse et difficile à contrôler et peut entraîner une dégradation complète de la pectine et une perte de ses propriétés (**Munarin, 2012**).

1-3-Extraction physique

1-3-1-Extraction assistée par les ultrasons

Les ultrasons sont des ondes de fréquence supérieure à la gamme des fréquences audibles par l'homme (le plus souvent au dessus de 16KHZ)(**Veillet, 2010**).

L'utilisation des ultrasons avec un chauffage dans l'extraction de la pectine a pour but d'augmenter le rendement d'extraction et de diminuer le temps d'extraction par rapport aux méthodes

classique (hydrolyse en milieu acide), mais il a été constaté que les ultrasons ont tendance à dégrader les polymères comme la pectine (**Wang, 2015**).

Le traitement par les ultrasons conduit à un phénomène de cavitation ce qui modifie la structure de résidus mis en solution et permet une meilleure pénétration des solvants d'extraction.

Les ultrasons sont appliquées dans l'extraction des pectines de marc de pomme, la sonication comme préalable de l'extraction augmente de 23 à 28 % les rendements massiques d'extraction sans que la texture du gel obtenu ne soit altérée (**Panchev et Kirchev, 1988**).

1-3-2-Extraction par microondes

Les microondes sont appelées aussi les hyperfréquences dont le spectre varie de 1 à 100 GHz (**Poudrier, 1995**), ce sont des ondes électromagnétique de longueur d'onde de 3 mm à 30 cm (**Berteaud, 1976**).

L'utilisation des microondes est élargie aujourd'hui à l'extraction des polysaccharides, le chauffage par microondes conduit à l'accumulation de la pression dans les matériaux à extraire, modifie la structure de résidus à extraire et permet une meilleure pénétration des solvants d'extraction (acide citrique, acide chlorhydrique, acide nitrique) (**Srivastava 2011; Dranca 2018**).

L'extraction de la pectine par microondes diminue considérablement le temps et les coûts d'extraction par rapport l'hydrolyse en milieu acide (**Wang et Chen, 2007**).

De plus l'extraction par microondes limite les phénomènes de polymérisation de la pectine qui peuvent être observés lors de l'extraction acide (**Fishman, 1999**).

1-3-3-Extraction par soxhlet

Certain nombre de procédés d'extraction des pectines sont considérés comme physique.

Parmi ces procédés se classent l'extraction par soxhlet ou par pression manuelle. L'extraction par soxhlet donne un rendement important de pectine, que celui l'extraction par pression manuelle (Yapo, 2007).

L'extraction par soxhlet est une méthode d'extraction solide liquide, simple et convenable permettant de répéter infiniment le cycle d'extraction jusqu'à l'épuisement complet de soluté dans la matière première (Luque de Castro et Priego-Capote, 2010 ; Bimakr *et al.*, 2011).

Le soxhlet est indépendant de la matrice végétale, les inconvénients les plus significatifs de cette méthode sont :

La durée importante d'extraction et la grande quantité de solvant consommée , ce qui conduit à des pertes économiques et des problèmes sur le plan environnemental , l'échantillon étant portés à haute température pendant une période relativement longue ce qui peut poser un risque de thermodestruction des molécules à extraire (Penchev, 2010).

Mais cette méthode présente encore des avantages qui sont : le contact répété l'échantillon avec le solvant frais, l'extraction est effectuée avec de solvant chaud favorisant la dissolution des composés à extraire et elle ne nécessite pas de filtration après l'extraction (Luque de castro *et al.*, 1998).

1-3-4-Extraction liquide pressurisée (ELP)

L'extraction liquide pressurisée (ELP) est une technique alternative d'extraction qui consiste à utiliser des solvants liquides à température et pression élevées (mais en dessous de leurs valeurs de points critiques), ce qui augmente la solubilité et le transfert de masse par rapport aux techniques effectuées à température et pression ambiantes. La haute pression appliquée, le plus souvent comprise entre 4 et 20 MP, assure un maintien du solvant à l'état liquide à température appliquée (Alonso-Salces *et al.*, 2001)

Les températures élevées d'extraction favorise le transfert de matière et augmentent le rendement d'extraction. Cette technique est également connue comme extraction par solvant sous critique, extraction par solvant sous pression ou extraction accélérée

L'ELP est utilisée pour l'extraction des composés phénoliques à partir de coproduits de fruits et légumes, et aussi dans l'extraction des pectine (Jerry *et al.*, 2007).

Selon (Brat *et al.*, 2002).

Même si cette technique est très efficace, elle nécessite des équipements spécifiques pour travailler sous pression et elle n'est pas adaptée pour l'extraction de substances thermosensible car les températures élevées peuvent affecter leur structure et leur activité fonctionnelle (Anita Piasek, 2011)

Chapitre 3

Application industrielle des pectines

1-Application industrielles des pectines

Les pectines jouent un rôle bénéfique en nutrition humaine grâce à ses propriétés physico-chimiques, des recherches ont conduit au développement de nombreuses applications de la pectine dans divers domaines tels que : l'industrie cosmétique et plastique. Mais l'utilisation la plus essentielle est dans l'industrie alimentaire (**May, 1990 ; Thakur *et al.*, 1997 ; Mesbahi *et al.*, 2005**).

1-1-Utilisation dans l'industrie alimentaire

La pectine est un produit naturel largement utilisé dans l'industrie comme additif alimentaire grâce à ces propriétés épaississantes, stabilisantes et gélifiantes.

La pectine est utilisée comme ingrédient fonctionnel dans diverses applications tels que les yaourts, la confiserie, la préparation des confitures, des gelées, des marmelades et des conserves, qui sont les gels tartinables (**N'BeMiller, 2001 ; Marathe *et al.*, 2002**), les boissons au lait acide, Il est également recommandé d'être utilisé comme remplacement de graisse. .

Les interactions protéine-pectine améliorent la solubilité, l'émulsification, la gélification et le comportement moussant des concentrés protéiques (**Barrera *et al.*, 2002**).

1-2-Utilisation dans l'industrie pharmaceutique

Les pectines ont des application dans l'industrie pharmaceutique comme un agent colloïdal et anti-diarrhéique, elles influencent favorablement les taux de cholestérol ou elles contribuent à abaisser ces derniers (**Cara *et al.*, 1993**), et à ralentir l'absorption intestinales des nutriments en épaississant le bol alimentaire, elles sont aussi appliquées pour éliminer les métaux lourds toxiques auxquels elles seront liées (**Yokoi *et al.*, 2002**).

Les pectines sont des fibres alimentaire car elles ne sont pas hydrolysables par les enzymes humaines, la teneur en pectines d'une fibre est importante pour ces propriétés diététique (**Guillon *et al.*, 1998**). Les pectines se classent parmi les fibres solubles qui diminuent le risque de l'infarctus du myocarde dans un groupe de patients présentant la prise quotidienne de plus de 15g de fibres diététiques le risque de la maladie coronaire est réduit plus de 11% (**Siondalski *et al.*, 2007**).

La pectine entre dans la composition de spécialités pharmaceutiques pour ses propriétés anti-acides (GELOPECTOSE®), hémostatiques (ARHEMAPECTINE ANTIHEMORRAGIQUE®) ou anti-diarrhéiques (TANALONE®) (**Jourdain et al. 2005**), et peut aussi être utilisée comme adhésif dans la chirurgie dentaire (**Boonrod et al., 2006**).

Les pectines sont employées dans plusieurs préparations pharmaceutiques pour leurs propriétés émulsifiantes dans le but d'améliorer la disponibilité des principes actifs

Les pectines HM de pommes ont ainsi été testées pour réaliser des nano-émulsions avec un médicament modèle faiblement soluble dans l'eau (l'itraconazole). La présence de pectine diminue la taille des gouttes et augmente la biodisponibilité du médicament (**Burapapadh et al., 2010**).

Une autre application des pectines dans les préparations pharmaceutiques est de permettre une libération du principe actif ciblée temporellement et spatialement (Drug delivery). Différents systèmes ont été mis au point pour différentes administrations orales, les pectines sont employées pour protéger le principe actif le long du tractus gastro-intestinal et le libérer dans le côlon. En effet, les pectines sont dégradées spécifiquement par la flore de côlon (**Ni et Yates, 2002**).

Dans le cas d'une administration nasale, l'utilisation des pectines permet d'augmenter le temps de présence du principe actif dans la cavité nasale (pecSys (TM) d'archimedes). Une solution de pectines contenant le principe actif est libérée sous forme de petites gouttes dans la cavité nasale, un contact étroit s'établit alors entre la pectine et la couche de mucus (**Liu et al., 2007**).

Dans le cas d'une administration transcutanée, les formulations à base de pectines favoriseraient l'absorption sur la peau du principe actif (**Liu et al., 2007**).

Dans le cadre de la lutte anti-malaria, des essais ont été conduits chez le rat pour l'administration de chloroquine par voie transcutanée grâce à des patchs réalisés à partir de pectine amidées (**Musabayane et al., 2003**).

Le sulfate de pectine prolonge la coagulation du sang et peut être employé au lieu de l'héparine, bien que sa toxicité empêche son utilisation prolongée. Les gels de pectine peuvent également être utilisés en tant que porteurs à émission lente de médicaments (**O'Neill et al., 2001**).

La pectine a été considérée comme un support dans les systèmes d'administration de médicaments spécifiques au colon (pour une action systémique ou un traitement topique de maladies telles que la rectocolite hémorragique, la maladie de Crohn et les carcinomes de

côlon) (**Ahrabi et al., 2000**).

La pectine est suggérée pour avoir diverses activités pharmaceutiques, y compris la cicatrisation des plaies, l'inhibition de la lipase, l'apoptose induite par les cellules cancéreuses humaines, ainsi que l'effets anti-métastases, anti-ulcères, immunostimulants et cholestérol (**Espinal-Ruiz et al., 2016**).

1-3-Utilisation dans l'industrie cosmétique

Les polysaccharides sont des macromolécules qui augmentent la viscosité des phases aqueuses. Ils doivent contribuer à la stabilité de la formule et lui donner une consistance. Ils présentent des propriétés gélifiantes s'ils sont capables de s'associer étroitement pour former un réseau tridimensionnel poreux au sein duquel le liquide de dispersion est immobilisé. Ils sont épaississants lorsque les polymères ne peuvent pas s'associer fortement en raison : D'un taux de ramification élevé, de structure trop irréguliers, de la présence de substituant non hydrocarburée (acides pyruviques, acétyles) (**Brudieux, 2007**) les polysaccharides sont utilisés comme agent de texture dans le l'industrie cosmétique (**Martini et al., 1992**).

1-4- Utilisation des pectines comme matrice d'encapsulation

L'encapsulation est utilisée pour protéger les molécules d'intérêt qui sont fragiles comme les huiles et en particulier les oméga-3, les vitamines (vitamine A, C et E), les antioxydants (composés phénoliques, thiols...), les colorants, les arômes, les huiles essentielles, les enzymes les cellules vivantes telles que les probiotiques, les levures.... contre les stress engendrés lors du stockage (**Risch et al., 1995**).

Un procédé très fréquemment retrouvé est le prilling ou la gélification ionique qui est basé sur l'utilisation des polysaccharides qui sont capables de former instantanément un gel en présence de cations divalents comme le calcium (**chambin et al., 2006**).

Les pectines et grâce à leurs propriétés gélifiantes et filmogènes sont très utilisées comme matrices d'encapsulation et de vectorisation de molécules d'intérêt (antioxydants, arômes, antimicrobiens, principes actifs, , huiles essentielles ...) (**Liu et al., 2006 ; Zam et al., 2013**) .

Différentes travaux ont été réalisés sur l'utilisation des pectines comme matrices d'encapsulation parmi elles :

Le développement d'une technique de mise au point des microsphères à base de prédnisolone pour la thérapie ciblée du côlon où la pectine est utilisée comme agent d'enrobage (**Dashora**

et Jain, 2009), la préparation des microbeads chargées en composés phénoliques extraits à partir des pelures de grenade (**Zam et al., 2013**). L'encapsulation de l'huile de foie de requin (**Diaz-Rojasa et al., 2004**). Un système multiparticulaire a été mis au point (microsphères pectiniques chargées de Tramadol) pour le traitement du syndrome de l'intestin irritable (**Kushwaha et al., 2011**) .

1-5- Utilisation des pectines dans le domaine des biomatériaux

les biomatériaux font de nos jours partie intégrante du domaine médicale et se retrouvent notamment dans les applications très courantes telles que les lentilles de contact, les prothèses auditives ou encore les implants orthopédique et dentaires , ils ont été définis en 1982 par la « National Institutes of Health Consensus Développement Confrence » comme « toute substance (autre qu'un médicament) ou combinaison de substances, d'origine synthétique ou naturelle, pouvant être utilisées sur une durée variable en tant que système ou partie de système traitant, accroissant ou remplaçant tout tissu, organe ou fonction du corps » (**Patel et Gohil 2012**) .

L'os est une structure dynamique qui possède la propriété de se renouveler et de se reconstruire, lorsque l'os est affecté par des maladies ou le renouvellement naturel du tissu osseux n'est pas possible suite à une fracture importante, Une exérèse de tumeur ou traumatisme, les chirurgiens font appel aux greffes osseuses : allogreffes (provenant d'une autre personne), autogreffe (provenant de la même personne), et xélogreffes (provenant d'autres espèces). L'utilisation de greffes osseuses, entraînent des difficultés (risque de morbidité et transmission virale....), pour cela les orthopédistes et les dentistes se tournent de plus en plus vers l'utilisation des matériaux de comblements synthétiques ou d'origine naturelle contrôlées (**Schwartz, 2010**). Ces biomatériaux en plantes posent le problème de leur devenir dans l'organisme : biotolérance, biofonctionnalité, et pour mieux contrôler l'intégration et obtenir des biomatériaux qui assurent un service amélioré, en termes de qualité, des composées synthétiques similaires à l'os « polymère/minéral » sont utilisées. Les céramiques à base de phosphore de calcium tel que hydroxyapatite (HM) est la plus employés en orthopédie (**Rezwana et al., 2006**). Le composite polymère/minéral constitué d'une hydroxyapatite carbonatée (phase minérale) et du collagène (phase organique). le renfort contribue à améliorer la résistance mécanique du matériau (**Rezwana et al., 2006**).

Les gels des pectines sont utilisés comme une matrice pour la création de biominéraux qui sont des agglomérats de cristaux distribués à l'intérieur d'une matrice organique

composée de polysaccharides et de protéines. La présence des groupements COO⁻ de la pectine stimule la liaison des cations à partir de la solution vers le substrat ou l'apparition de la minéralisation est spontanée en présence de phosphate de calcium (**Munarin *et al.*, 2010**) .

les composites hydroxyapatite/pectine utilisés dans les applications relatives à l'ingénierie tissulaire et les microsphères injectables composées de pectine et de phosphate de calcium sont utilisés comme support dans une régénération osseuse (**Munarin *et al.*, 2011**)

1-6- L'effets de la pectine sur la biodisponibilité en minéraux et en vitamines

La pectine par ces propriétés physico-chimiques intrinsèques, peut jouer un rôle bénéfique en nutrition humaine (métaux, radionucléides), mais aussi elle a des effets indésirables (vitamines, minéraux) en fonction des éléments considérés.

L'administration orale de la pectine conduit à une diminution de la l'absorption intestinale des acides aminés, des sucres (glucose), chlorures, et le sodium, conduit à l'augmentation de la couche limite non mélange présente à la surface mucosale (**Flourie *et al.*, 1984**). La structure de la pectine administrée a une influence sur ces modification d'absorption intestinale ou les pectines hautement méthoxylées présentent un effet inhibiteur plus important sur l'absorption de glucose que les pectines faiblement méthoxylées (**Kim, 2004**).

Les fibres alimentaire ont des effets bénéfiques, mais ces derniers ne doivent pas masquer leur effets indésirables sur la biodisponibilité des certains nutriments comme les vitamines et les minéraux.

1-6-1- Effets de la pectine sur la biodisponibilité en vitamines

Une étude indique une augmentation des taux sériques en vitamine A, si celle-ci est administrée conjointement avec la pectine de pomme (**James *et al.*, 1978**) . D'autres études ont montré que l'ingestion de la pectine conduit à une déplétion en vitamines B12 et à une diminution de la biodisponibilité en vitamine E, mais non en vitamine B9 (**Jourduin *et al.*, 2005**).

Les effets de la pectine sont moduler en fonction de la nature de cette pectine, la synthèse de ces travaux vont dans le sens d'une diminution de la biodisponibilité en vitamines ce qui conduit à un déficit nutritionnels en vitamines dans le cas l'utilisation chronique des fibres alimentaires.

L'utilisation de pectine nécessiterait alors une supplémentation nutritionnelle en vitamines.

1-6-2- Effets de la pectine sur la biodisponibilité en minéraux

Les effets de la pectine sur la biodisponibilité des minéraux dépendent de leur nature et de leur degré d'estérification ainsi la pectine faiblement méthoxylée diminue l'absorption et la rétention des minéraux qui conduisent à un déséquilibre des balances des minéraux (calcium, zinc et le magnésium). Les auteurs de ces études déconseillent l'utilisation des pectines faiblement estérifiées en nutrition humaine (**Jourduin *et al.*, 2005**).

L'administration de la pectine conduit à une diminution de la biodisponibilité en minéraux monovalents et divalents dans l'organisation qui peut avoir pour conséquence un déficit nutritionnel en minéraux.

Partie II

Étude Expérimentale

Matériel et méthodes

1-Matériel

• Objectif de travail

Notre étude expérimentale a été réalisée au sein de laboratoire de Biochimie de l'Université AKLI Mohand Oulhadj de Bouira.

L'objectif principal de cette étude est d'optimiser des conditions d'extraction aqueux et acide de la pectine à partir des sous-produits de la banane par l'application de la méthodes pas à pas pour établir des paramètres d'extraction permettent de produire des pectines avec un meilleur rendement.

1-1- Tableau II: réactifs utilisés

Réactifs et solvants	Pureté %	mg /Ml	Fournisseurs
Acide chlorhydrique	36,5 – 38	36,46	Reidel-deHæn
Acide citrique	99	192,124	Reidel-deHæn
Hydroxyde de sodium	98,8	40	Fluka
Chlorure de sodium	/	58,44	Fluka
Phénolphtaléine	/	318,32	Reidel-deHæn
Éthanol	96	46,07	Reidel-deHæn

1-2- Matériels de laboratoire

- Bain-marie
- Étuve
- Plaque chauffante à induction
- Agitateur

1-3- Matière première végétale

Notre travail a été réalisée sur les pelures de la banane tant que sous-produits alimentaire.

Les pelures de la banane représentent environ 30-40g /100g du poids du fruit suivants la variété et son développement. La lignine, la cellulose et le contenu de l'hémicellulose des

pelures de la banane (**figure 07**) constituent les fractions insolubles des fibres et leurs variables allant de 7 à 12 g/100g, 6,4 à 9,6 g/100g et 6,4 à 8,4 g/100g, respectivement, avec le contenu en pectine de 13,0 à 21,7 g/100g (**Khalifaoui, 2012**). Elle constitue aussi d'autres éléments principales présentés en pourcentage du poids frais : l'eau (89,45), les glucides totaux (2,29), les sucres totaux (2,06), le saccharose (1,55), les pectines (0,58), les sucres réducteurs (0,51), les lipides (0,50), l'amidon (0,23). Les concentrations de cyanure d'hydrogène, qui est une substance extrêmement toxique, et les teneurs d'oxalate dans les pelures de la banane sont de 1,33 mg/g et 0,51 mg/g, respectivement, dans les limites tolérées (**Phatcharapom, 2009**). Elle contient également de nombreuses vitamines (B6, B12, C et K), des sels minéraux (magnésium, potassium, cuivre), ce qui la rend intéressante au niveau nutritionnel.



Figure 07 : pelures de la banane (Photographie originale, 2021).

Ces fruits ont été achetés au niveau de marché de Bouira.

2-Méthodes

2-1-Prétraitement physique

➤ Blanchiment

L'échantillon de pelures de la banane est mis dans l'eau bouillante 100°C pendant 10 minutes, cette opération a pour but l'inhibition des enzymes pectnolytique qui peuvent dégrader le matériel végétal, ainsi que pour la stabilisation des matières premières durant le transport et le stockage jusqu'à l'utilisation.

Le rapport : eau de blanchiment / écorces, de : 2.5 litres d'eau pour un kilogramme de matériel végétal, retenu est celui préconisé par **Benchabane (1984)**



Figure 08 : Blanchiment des pelures de la banane (Photographie originale, 2021).

➤ **Lavage**

Plusieurs lavages successifs de l'échantillon par l'eau distillée a pour but de le refroidir pour éviter la dégradation de la pectine qui peut avoir lieu à des températures $> 60^{\circ}\text{C}$, ainsi que l'élimination de composés solubles (sucres).



Figure 09 : Lavage des pelures de la banane (Photographie originale, 2021)

➤ **Séchage**

Se fait par l'étuve à 60°C pendant 7 heures



Figure 10 : Séchage des peleurs de la banane (Photographie originale, 2021)

➤ Broyage

Après le séchage, le produit est broyé à l'aide d'un robot électrique



Figure 11 : Broyage des pelures de la banane (**Photographie originale, 2021**).

➤ Tamisage

Se fait à l'aide d'un tamiseur manuel pour obtenir une poudre fine, pesée et conservée dans des flacons bien fermés.

2-2-Extraction de la pectine

La procédure d'extraction de la pectine à partir des écorces de la banane était selon la méthode de **Kratchanova** légèrement modifiée (**Kratchanova *et al.*, 2004**).

La poudre de la banane obtenue après le prétraitement d'écorces de ce fruit a été utilisée comme matière première pour toutes les extractions de la pectine réalisées.

Dans une première étape on a optimisé le type de solvant (acide) à utiliser pour l'obtention d'un rendement d'extraction élevé de la pectine, Deux acides différents ont été testés : l'acide citrique et l'acide HCl.

Ensuite, dans on a optimisé le volume de solvant d'extraction (le rapport solide/liquide), trois rapport ont été testés (2g/20ml, 2g/40ml et 2g/60ml).

Pour la troisième étape, on a optimisé la normalité de solvant d'extraction, Différentes normalités de solvant d'extraction ont été testés (0,1N, 0,25N et 0,5N).

Ensuite, la température d'extraction a été optimisée. Trois différentes T° ont été testées (70°C ; 85°C ; 100°C).

Pour la 5ème étape, on a optimisé le temps d'extraction qui varie entre (60 min, 80 min et 100 min).

Dans la dernière étape on a optimisé le volume de l'éthanol utilisé pour la précipitation de la pectine. Différents volumes ont été testés (1V, 2V et 3V).

2-1-1-Le Protocole d'extraction acide de la pectine

➤ Solubilisation

Une prise d'essai de 2g de poudre des pelures de la banane (préparée précédemment) a été introduite dans un bécher, avec les paramètres de solubilisations suivantes :

- Type de solvant utilisé : acide citrique, HCl.
- Rapport solide/liquide (g/ml) : (2/20, 2/40 et 2/60).
- Normalité de solvant d'extraction (N) : (0,1, 0,25 et 0,5 N).
- Température de chauffage (°C) : (70, 85 et 90 °C).
- Temps d'extraction (minutes) : (60, 80 et 100) min.

Le mélange est chauffé à l'aide d'un bain-marie.

➤ Filtration

Cette opération est effectuée aussitôt la solubilisation arrêtée, le jus pectique est immédiatement refroidi, pour éviter d'éventuelles augmentations de la viscosité et dégradations de la pectine.

La filtration 'est faite à l'aide d'une passoire pour éliminer les résidus de la matière première.

➤ Précipitation à l'alcool

La pectine est alors séparée de l'extrait filtré par précipitation avec de l'alcool, des rapports 1V, 2V ou 3V d'éthanol 96% sont testés.

➤ Filtration

Le précipité de la pectine est filtré par un papier filtre.

➤ Lavage

Une série de lavage a été effectuée par l'éthanol aqueux 75%, puis avec l'éthanol 96%.

➤ Séchage, broyage, et stockage

La pectine est séchée dans l'étuve à température de 50°C pendant 5 heures, broyée à l'aide d'un mortier en verre, puis stockée dans un flacon en verre.

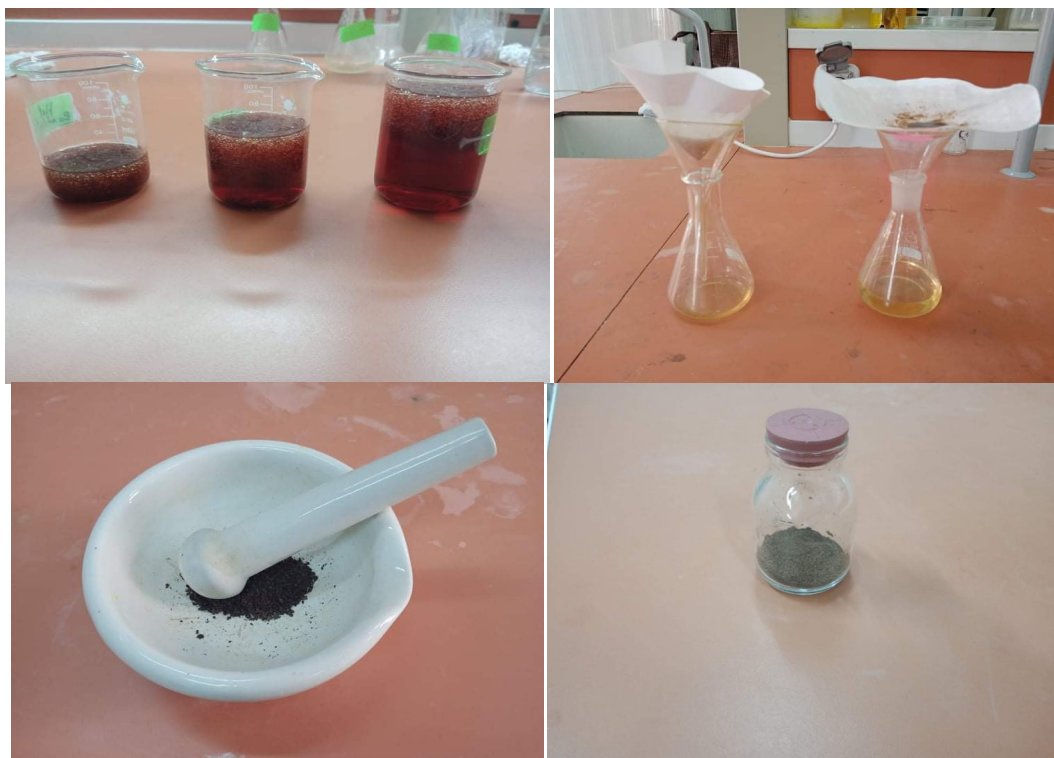


Figure 12 : Les étapes d'extraction de la pectine (**Photographie originale, 2021**).

2-2-Détermination de rendement d'extraction

Le rendement d'extraction de la pectine des pelures de la banane a été déterminé en gramme de produit obtenu par 2g de poudre l'échantillon utilisé.

Le rendement en pectine Y_e est déterminé par la formule :

$$Y_e(\%) = \frac{m_2}{m_1} \times 100$$

Où : m_2 est la masse de la pectine après séchage.

m_1 est la masse de la poudre de la banane utilisé (2g).

2-3-Détermination de degré d'estérification (DE)

L'une des caractéristiques nutritionnelles et technologique impotentes de la pectine est son degré d'estérification.

La pectine est un polysaccharide composé de succession d'acide D-galacturonique reliés par des liaisons glycosidiques de types α -(1-4), ces acides peuvent être estérifiés par le méthanol sur le groupe carboxylique C₆ (**Tillmann *et al.*, 2002; Wicker *et al.*, 2003 ;**).

Le degré d'estérification est défini aussi comme le degré de méthoxylation (DM) correspond au pourcentage des groupes carboxyliques estérifiés avec du méthanol (**Bonnin *et al.*, 2002 ; Levigne *et al.*, 2002**).

Deux types de pectines sont alors identifiées les pectines hautement méthylées (HM), correspondant à plus 50% de méthylation des fonctions acides, et les pectines faiblement méthylées (LM), correspondant à moins de 50% de méthylation des fonctions acides (**Novosel'skaya, 2000**)

La détermination de degré d'estérification des pectines peut se faire par différentes méthodes telles que :

- spectrométrie de résonance magnétique nucléaire (RMN), spectrométrie IR (**Grasdalen *et al.*, 1988,; Bedouet *et al.*, 2003; Dennapa *et al.*, 2006**),
- méthode colorimétrique après oxydation chimique ou enzymatique en formaldéhyde (**Thibault *et al.*, 2000**);
- électrophorèse capillaire, chromatographie en phase gazeuse et chromatographie liquide à haute performance (HPLC) après saponification.

Dans notre travail on va déterminer le degré d'estérification de la pectine extraite à partir des pelures de banane par la méthode titrimétrique d'**Owens *et al.* (1952)** et **Pinheiro *et al.* (2008)** légèrement modifiée.

➤ **Le Protocol de degré d'estérification**

- Un échantillon de pectine (0,5g) a été transféré dans un flacon de 250 ml, humidifié avec 5 ml d'éthanol, 1g de NaCl et dissout dans 100ml de l'eau distillée tiède. Après dissolution complète.
- 5 gouttes de phénolphtaléine ont été ajoutées, et la solution a été titrée avec NaOH (0,1N) et le résultat est enregistré comme titre initial.



Figure 13 : Titrage de mélange (pectine +eau + NaCl +phénolphtaléine+ éthanol) par NaOH
(Photographie originale, 2021).

- Puis 25ml de NaOH (0,25N) ont été ajouté, et le mélange a été agité à température ambiante pendant 30 minutes et laissé se reposer 15minute
- En suite 25ml de HCl (0,25N) ont été ajoutées et le mélange a été agité jusqu'à la disparition de la couleur rose.

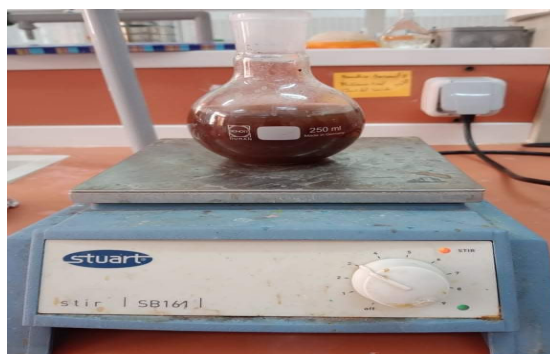


Figure 14: Agitation de mélange (pectine +eau + NaCl +phénolphtaléine+ éthanol + NaOH+ HCl) (Photographie originale, 2021).

- 5 gouttes de phénolphtaléine ont été ajoutées et la solution est titrée pour la deuxième fois avec NaOH (0,1N) jusqu'à l'apparition d'une couleur rose.
- Ce volume de titrage est enregistré comme le titre final.

Le degré l'estérification est calculé par la formulation suivante :

$$DE = \frac{\text{Titre final}}{\text{Titre initial} + \text{Titre final}} \times 100$$

Résultats et Discussion

1-l'effet de solvant d'extraction

L'effet solvant d'extraction sur le rendement en pectine est présenté par la **figure 15**.

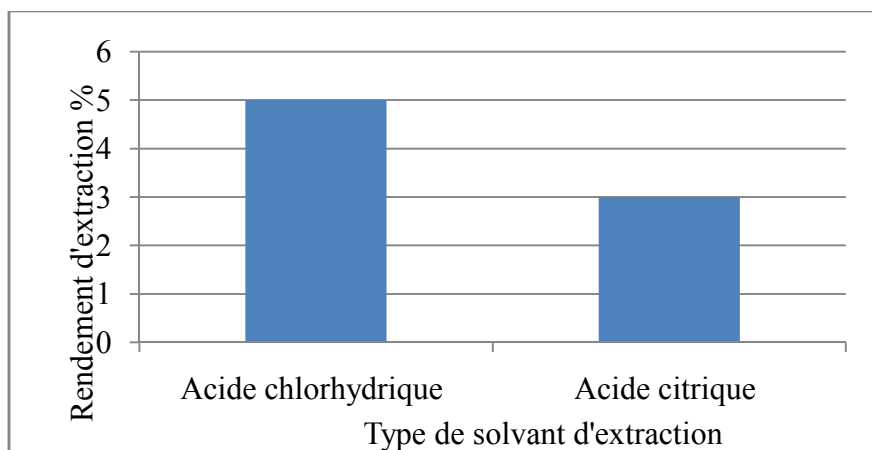


Figure 15 : L'effet de type d'acide sur le rendement d'extraction en pectine de la banane

Les conditions d'extraction sont :

Le pH de solvant d'extraction, le temps, la température d'extraction et le volume d'éthanol de précipitation de la pectine ont été maintenus à : 0,1N , 2g/40ml , 60min , 70°C et volume d'éthanol 1V = 40ml, respectivement.

Les solvants testés pour l'extraction sont : l'acide citrique et l'acide chlorhydrique (HCl).

Les résultats d'extraction ont montré que l'HCl permet d'obtenir un meilleur rendement d'extraction qui de 5% par rapport à l'acide citrique qui donne un rendement de 3%.

Castillo-Israel *et al.*, (2015) ont trouvé les mêmes résultats où le meilleur rendement est égal à 17,05% en pectine extraite à partir de pelures de la banane Saba par l'HCl.

Attré et Maini (1996) ont également obtenu un rendement plus élevé en pectine d'écorces de galgal (*Citrus Pseudo Limon*).

L'HCl a été utilisé par rapport à l'acide citrique ou l'acide tartrique. Ceci est dû à la force ionique de HCl qui est plus élevée que les acides faibles tels que l'acide citrique, les acides qui ont une grande force ionique ont une grande capacité à précipiter la pectine en raison de leur plus grande affinité pour les cations tels que Ca^{2+} qui stabilisent la molécule de la pectine.

2- L'effet de pH de solvant d'extraction

L'effet de la normalité (pH) sur les caractéristiques de rendement d'extraction et de la qualité de la pectine est indiqué sur la **figure 16**.

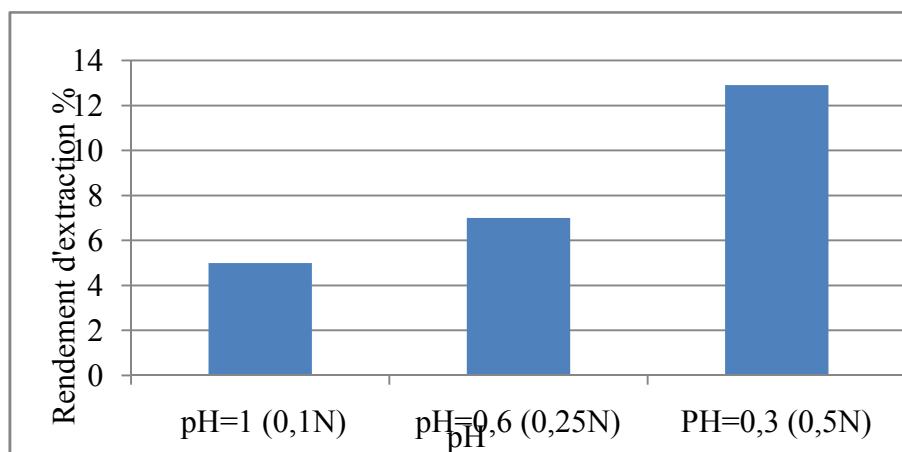


Figure 16 : l'effet de pH sur le rendement en pectine d'écorce de banane

L'extraction a été réalisée par l'HCl à différentes normalités : 0,1N (pH=1), 0,25N (pH=0,6) et 0,5N (pH=0,3)

D'autres conditions d'extraction telles que le rapport eau/écorces, la température d'extraction, le temps d'extraction et le volume d'éthanol utilisée à la précipitation de la pectine ont été maintenues à 2g/40ml ; 70°C; 60 min ; 1V d'éthanol= 40ml, respectivement.

La figure 19 montres que le rendement d'extraction en pectine augmente lorsque le pH diminue d'une autre manière le rendement en pectine augmente lorsque la concentration d'acide augmente. Le meilleur rendement d'extraction en pectine obtenu dans l'extraction était de 12,90% avec une normalité de 0,5N (pH=0,3). Ce rendement est plus élevé à celui obtenu à une normalité 0,1N (pH=1) et 0,25N (pH=0,6) qui atteint 5% et 7%, respectivement.

Méndez *et al* (2021) dans leur étude d'évaluation des propriétés physico-chimiques de la pectine extraite à partir des pelures de la banane Saba ont obtenu aussi les mêmes résultats ou le rendement d'extraction en pectine augmente avec la diminution de pH.

Yapo *et al* (2007) ont obtenu des rendements d'extraction de la pectine extraite à partir des pelures de betteraves dans le même ordre.

Abang Zaidel *et al* (2017), dans leur étude portée sur l'effet des conditions d'extraction sur le rendement en pectine extraite à partir des résidus de la patate douce, ont obtenu des

résultats dans le même ordre et qui montre que le rendement d'extraction diminue avec l'augmentation de pH.

Le rendement le plus élevée (12,90%) est obtenu à un pH inférieur à 0,3 cela peut être dû au fait qu'une température élevée et pH bas peuvent provoquer la rupture des liaisons hydrogènes et des liaisons esters entre la pectine et la paroi cellulaire, puis augmenter le taux diffusion et d'extraction de la pectine (**Renard *et al.*, 1995 ; Cho et Hwang, 2000 ; Masmoudi *et al.*, 2008**).

D'une façon générale plus le pH est faibles, la présence d'ions H^+ augmente, ainsi, il y aura une augmentation de l'hydrolyse de la propectine (**Kertész, 1951**).

Des résultats similaires ont été trouvés par **Songheetha *et al* (2019)** dans leur étude sur l'effet de pH, de la température et du temps sur le rendement de pectine des pelures de Mango où le rendement en pectine a été obtenu à des pH faibles.

3-L'effet de volume solvant d'extraction

L'effet du rapport solvant d'extraction/pelage sur le rendement d'extraction en pectine est présenté par la **figure 17**.

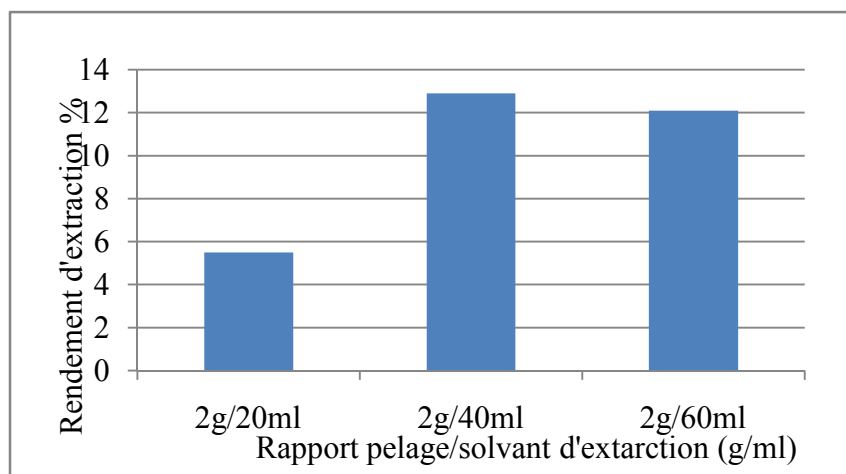


Figure 17 : L'effet de volume de solvant d'extraction sur le rendement en pectine de la banane.

Le pH de solvant d'extraction (HCl 0,5N), le temps d'extraction, la température d'extraction et le volume de précipitation de la pectine ont été maintenus à : 0,3, 70°C, 60min et 1V d'éthanol = 40 ml, respectivement.

Le rapport écorce / eau pour l'extraction de la pectine de l'écorce de banane a varié

de 2g/ 20ml ; 2g/40ml ; 2g/60ml (w/v).

Le rendement d'extraction en pectine s'est avéré très faible et de 5,5 % à un rapport pelage/solvant de 2g/20ml. Cette très faible extraction pourrait être due à la quantité insuffisante de solvant nécessaire à la solubilisation de la pectine.

Un rendement d'extraction maximale en pectine de 12,90% est obtenu à un rapport de 2g/40 ml. Ce rendement diminue à 12,10% à un rapport de 2g/60 ml.

Des résultats similaires ont été obtenus par **Chua Bee et al (2018)** dans leur étude d'optimisation de l'extraction de pectine à partir des pelures de banane où le rendement d'extraction maximale en pectine est obtenu un rapport pelage/solvant de 1g/30ml puis il diminue avec l'augmentation de volume solvant d'extraction.

Quoc et al (2014), dans leur étude, ont obtenu un rendement d'extraction élevé en pectine (22,44%) de pelures de pomélo à un rapport pelure/eau de 1g/40ml, le rendement obtenu dans notre étude (12,90%) est inférieur par rapport à celui de cette étude. Cela peut être dû à la variation de la teneur en pectine des résidus de deux fruits utilisés (banane et le pomelo).

Le rapport pelage/eau : 2g/40ml donne un rendement en pectine (12,90%) supérieur à celui obtenue à un rapport de 2g/20ml qui atteint 5,5%, cela peut s'expliquer par le fait que l'augmentation du volume de solvant d'extraction a amélioré le transfert de masse pendant l'extraction, entraînant une libération de pectine plus élevée dans le solvant d'extraction (**Chaharbaghi et al., 2017**).

Cependant une quantité excessive de solvant d'extraction permet une diminution de rendement d'extraction en pectine (12,10% à un rapport de 2g/60ml) suite à la saturation de solvant d'extraction en soluté ce qui réduit la pénétration et le taux de transfert de masse de la pectine dans le solvant d'extraction (**Prakash Maran et al., 2013**).

4-L'effet de la température

L'effet de la température sur le rendement d'extraction de la pectine est présenté par la **figure 18**.

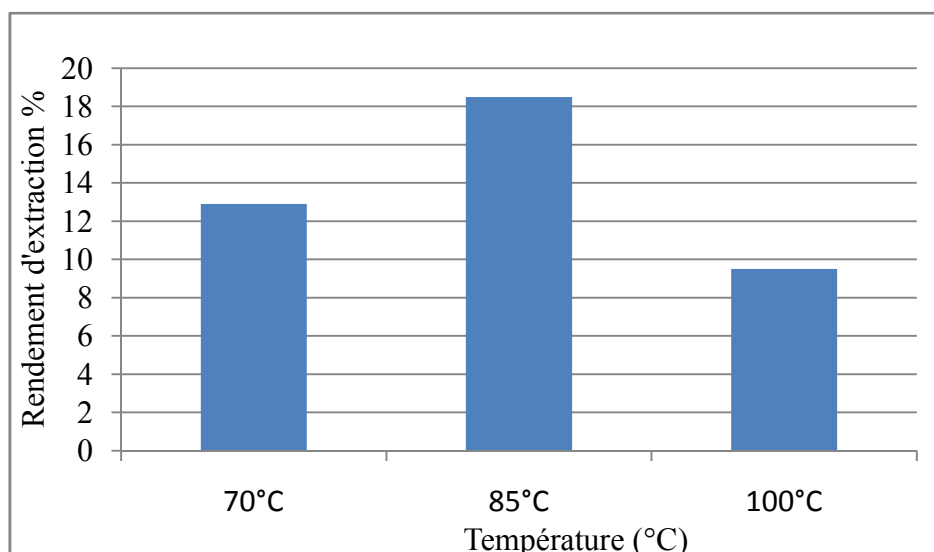


Figure 18 : L'effet de la température sur le rendement d'extraction en pectine de la banane.

L'extraction de la pectine des pelures de banane a été réalisée à différentes températures (75, 80 et 100 °C) en fixant les conditions d'extraction suivantes : HCl au pH= 0,3, un rapport pelage/eau de 2g/40 ml), temps d'extraction de 60 min et un 1V= 40 ml d'éthanol nécessaire à la précipitation de la pectine.

La **figure 18** montre que le rendement d'extraction augmente de 12,90 % à 18,5 % obtenues à des températures de 70°C et 85°C, respectivement, puis il diminue à 9,5% à 100°C.

Chua Bee *et al* (2018) ont obtenu des résultats dans le même ordre sur les pectines extraites des pelures de la banane dont le rendement diminue à partir d'une température de 76°C.

Abang Zaidel *et al* (2017) ont obtenu un meilleur rendement en pectine extraite des résidus de patate douce à une température de 90°C puis le rendement diminue à une température de 100°C.

Masmoudi *et al* (2008) ont constaté que pour la méthode d'extraction acide standard, le rendement d'extraction en pectine augmente avec l'augmentation de la température. Il est à noter qu'une température de 90°C est couramment utilisée pour l'extraction de la pectine. Ceci est presque en accord avec nos résultats dont le meilleur rendement d'extraction de la pectine de 18,5% est obtenu à une température de 85°C. Une température maximale de 100°C donne un rendement inférieure pectine 9,5%.

L'augmentation de la température rompt les liaisons hydrogènes et les liaisons ester ce qui

améliore la pénétration de solvant d'extraction pour augmenter le rendement d'extraction (Minjares-Fuentes *et al.*, 2014). Cependant une augmentation supplémentaire de la température provoque une diminution de la viscosité et la tension superficielle de solvant d'extraction (Moorthy *et al.*, 2015), cela réduit les effets de la cavitation et l'intensité de transfert de masse, conduisant à un faible rendement en pectine.

Une étude précédente a également rapporté qu'une température élevée provoque une dégradation thermique de la pectine, ce qui entraîne un faible rendement d'extraction en pectine (Xu *et al.*, 2014). Une autre étude a montré que les températures élevées pourront induire l'hydrolyse de la pectine en sucre à chaîne courte, qui ne pouvant pas être précipités à l'aide d'éthanol ce qui diminue ainsi le rendement d'extraction en pectine (Canteri-Schemin *et al.*, 2005).

5-L'effet de temps d'extraction

L'effet de temps sur le rendement d'extraction en pectine est montré par la **figure 19**.

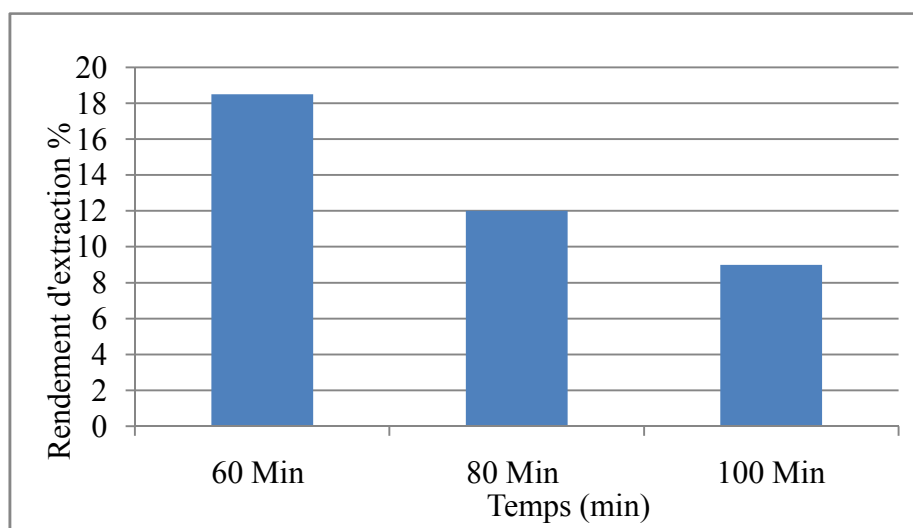


Figure 19 : L'effet de temps sur le rendement d'extraction en pectine de la banane.

Le temps d'extraction a été fixé à 60, 80 et à 100 min pour chaque extraction.

Les autres conditions d'extraction tel que le rapport pelures/solvant d'extraction, le pH de solvant d'extraction, la température d'extraction et le volume de solvant précipitation ont été maintenus à 2g/40ml, 0,3, 85 °C et 1V= 40ml, respectivement.

Les résultats illustrés par la **figure 19** montrent que le rendement d'extraction en pectine diminue avec l'augmentation de temps d'extraction. Le rendement d'extraction maximal est de 18,5 % à 60 min. Cependant, en augmentant le temps d'extraction à 80min et à 100min, le

rendement en pectine diminue de 12% à 9 %, respectivement. Cela pourrait être dû à la dégradation partielle de la pectine. Ainsi, le temps optimal d'extraction pour le rendement maximum de pectine s'est avéré être de 60 min.

L'extraction prolongée pourrait induire la destruction de la pectine, ce qui la rend difficile à être précipitée, et ce qui diminue le rendement d'extraction en pectine. Pendant le processus d'extraction de la pectine, la période pendant laquelle l'acide est ajouté au substrat et la précipitation par l'éthanol doit être courte que possible afin d'empêcher l'acide de rompre les liaisons glycosidiques et esters, cela pourrait affecter négativement le poids moléculaire de la pectine et sa propriété gélifiante (**Xue et al., 2011**).

Le résultat obtenu dans cette étude similaire à celui d'Aband **Zaidel et al (2017)** qui ont obtenu que le meilleur temps d'extraction de la pectine des résidus de patate douce est d'environ 60 min, aussi **Xue et al., (2011)** ont constaté qu'un meilleur temps d'extraction de pectine des écorces d'agrumes est d'environ 60 à 70 min.

6- L'effet de volume d'éthanol de la précipitation.

L'effet de volume d'éthanol de la précipitation sur le rendement d'extraction en pectine est montré par **la Figure 20**. Les volumes d'éthanol qui ont été testés sont : 1V=40ml, 2V=80ml et 3v=120ml.

D'autres conditions de précipitation telles que le rapport pelures/ solvant, le pH, la température et le temps d'extraction ont été maintenus à 2g/40ml, 0,3, 85 °C et 60 min, respectivement.

La **Figure 20** montrent que lorsque le rapport éthanol/concentré augmente, l'efficacité de recouvrement de la pectine diminue, la valeur la plus élevée obtenue est de 18,5 % à un volume 1V= 40ml, le rendement diminue à 12,5% et 10,5% en utilisant des volumes de 2V= 80ml et de 3V= 120ml, respectivement. Cette diminution de rendement d'extraction en pectine peut être expliquée qu'un volume d'éthanol (40ml) est suffisant pour la précipitation de la pectine des pelures de banane, aussi une quantité excessive d'éthanol peut briser la liaison ester et glycoside ce qui réduit le rendement d'extraction en pectine (**Xue et al., 2011**).

Des résultats similaires ont été obtenus par **Aprojita et al (2014)** dans leur étude de l'effet des différentes conditions d'extraction sur le rendement d'extraction en pectine à partir de *prunus armeniaca* dont le meilleur rendement en pectine de 0,78% est obtenu à un rapport d'éthanol/ concentré pectique 1:1.

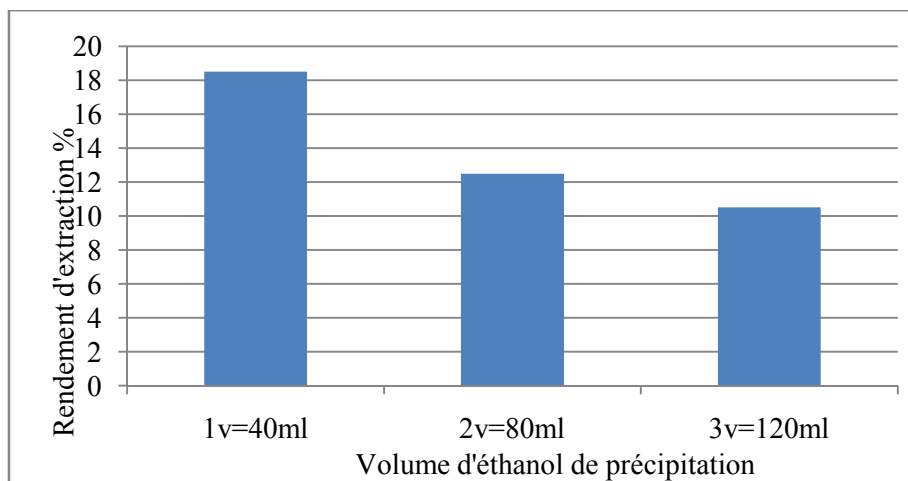


Figure 20 : L'effet de volume d'éthanol de précipitation sur le rendement d'extraction en pectine de la banane.

7-Degré d'estérification

Il existe des pectines hautement méthoxylées (HM) dont le degré de méthylation est supérieur à 50% et des pectines faiblement méthoxylées (LM) dont le degré de méthylation est inférieur à 50 %.

Dans notre étude, la pectine obtenue sous les conditions optimales (HC, pH=0,3, rapport pelures /eau= 2g/40ml, T°=85°C, temps= 60 min et 1V d'éthanol de précipitation = 40ml) est une pectine faiblement méthoxylée avec un degré d'estérification de 43%.

Castillo-Israel *et al* (2015) ; Chu Bee *et al* (2018) ont obtenu des valeurs de degré d'estérification de pectine des pelures de la banane qui varie de 63,37% à 75,03% et 76,1%, respectivement et qui sont supérieures aux résultats de notre études (43%).

Cette diminution de degré d'estérification peut être expliquée par la rupture des liaisons O-CH₃ sous l'effet de la température. Ce phénomène de déméthylation par augmentation de la température d'extraction a été évoqué par **Ralet *et al* (2002)**.

Happi Emaya *et al* (2008) on décrit aussi que le degré d'estérification est influencé beaucoup plus par la température et le temps d'extraction.

De plus le degré de méthyl estérification de la pectine peut varier selon la maturité, la partie, l'origine botanique du fruit et de la méthode d'extraction (**Dennapa *et al.*, 2006 ; Lopes da Silva *et al.*, 2006**).

Le degré d'estérification est un paramètre important qui affecte fortement la solubilité des pectines et leur tendance de former un gel. Les pectines HM peuvent donner par une simple déméthylation des pectines LM, l'inverse est difficile à réaliser, donc c'est intéressant d'obtenir des pectines HM plutôt que des pectines LM (références).

Conclusion

Conclusion

Les pectines sont une famille des polysaccharides structuraux complexes. Ces substances faisant partie des parois des végétaux et sont depuis longtemps extraites de ces derniers dans l'objectif de les utiliser en industrie agroalimentaires comme un additif alimentaire pour ses propriétés gélifiants, émulsifiantes, stabilisantes et épaississantes. Ainsi la pectine est non seulement exploitée par le secteur agroalimentaire, mais aussi dans d'autres domaines tels qu'en nutrition comme fibre alimentaire,

La qualité et la quantité des pectines dépendent de la variété, de stade de développement et des conditions de leur extraction. Le choix des conditions opératoires de la méthode d'extraction est essentiel pour garantir des meilleurs rendements d'extraction.

Le but de cette étude est d'optimiser les conditions d'extraction (type de solvant d'extraction, pH, température, temps, rapport solide/liquide, volume d'éthanol de précipitation) de la pectine contenue dans les pelures de la banane.

Le meilleur rendement d'extraction en pectine de 18,5% avec un degré d'estérification de 43% est obtenu, ces valeurs sont obtenues sous les conditions optimales suivantes : HCl 0,5N (pH= 0,3), rapport solide/ liquide de 2g/ 40ml, température de 85°C, temps de 60min et un volume d'éthanol de 40ml.

Cela nous a montré que les conditions opératoires d'extraction ont des effets sur la pectine extraite, et aussi sur la qualité de celle-ci comme le degré d'estérification qui est influencé notamment par le pH, le temps et la température d'extraction. Il est possible alors d'exploiter ces résultats dans l'obtention des pectines avec une telle caractéristique spécifique (faiblement ou hautement méthylées) tout dépend de leur domaine d'utilisation au lieu de procéder à des protocoles de déméthylation coûteux.

Références Bibliographiques

-A-

- Abang Zaide D.N., Hamidon N.H. (2017). Effect of Extraction Conditions on Pectin Yield Extracted from Sweet Potato Peels Residues using Hydrochloric Acid. *chemical engineering transactions* vol. 56.
- Ahrabi, S.F. (2000). Development of pectin matrix tablets for colonic delivery of model drug ropivacaine. *European Journal of Pharmaceutical Sciences* ; 10 : 43-52.
- Axelos, M.A.V., Thibault, J.F. (1991). The chemistry of low-methoxyl pectin gelation. *The Chemistry and Technology of Pectin*. Editeur: Walter, R.H., New York, Academic Press. 109- 118.
- Anita Piasek. (2011). The influence of sterilization with enbiojet microwave flow pasteurizer on composition and bioactivity of aronia and blue-berried honeysuckle juices .In : *Journal of food composition and analysis*. 6th International Congress on pigments in food –Chemical, biological and technological Aspects ; 24 (6) : 880-888.
- Aprajita B., Naveen S., Satish V. (2014). Effect of different extraction conditions on yield of pectin Extracted from *Prunus armeniaca*. *Asian Journal of Biomedical and Pharmaceutical sciences* ; 04 (36) : 26-30.
- Attri, B.L. and Maini, S.B. (1996). Extraction of pectin from Galgal (*Citrus pseudolimon* Tan) peel. *Indian Food Packer* ; 50 (2): 5-12.

-B-

- Barrera A.M., Ramirez J.A., Gonzalez-Cabria J.J. & Vazquez M. (2002). Effect of pectins on the gelling properties of surimi from silver carp. *Food Hydrocolloids* ; 16 (5) : 441-447
- Bédouet L., Courtois B. & Courtois J. (2003). Rapid quantification of o-acetyl and omethyl residues in pectin extracts. *Carbohydr. Research* ; 338: 379-383.
- BeMiller J. (1986). An Introduction to Pectins: Structure and Properties. American Chemical Society ; 310:2-12.
- Benamara S. & Agougou A. (2003). *Jus alimentaires, technologie agro-alimentaire*. Office des Publications Universitaires (OPU). Alger, 170p.
- Benchabane A. (1984). Extraction et appréciation des substances pectiques à partir des résidus de fabrication des jus d'oranges et de pomélo. *Thèse de magister de l'Institut national Agronomique*.
- Berardini, N., Knödler, M., Schieber, A., & Carle, R. (2005). Utilization of mango peels as a source of pectin and polyphenolics. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* ; 6 (4) : 442-452.

- Bimakr M., Rahman R.A., Taip F.S., Ganjloo A., Salleh L.M., Selamat J., Hamid A., Zaidul I.S.M. (2011). Comparison of different extraction method of major bioactive flavonoid compounds from spearmint (*Menthaspicata* L.) leaves, *Food and Bioproducts Processing* ; 89 : 67- 72.
- Bonnin, E., Renard, C.M.J.C., Thibault, J.F., Ducro, P. (1997). Les enzymes de dégradation des parois végétales: mode d'action et utilisation alimentaires. *Enzymes en Agroalimentaire*. Larreta-Garde V., Eds. Techniques et Documentations Lavoisier ; 6 : 168 -200.
- Boonrod D., Reanma K. & Niamsup H. (2006). Extraction and Physicochemical Characteristics of Acid-Soluble Pectin from Raw Papaya (*Carica papaya*) Peel. *Chiang Mai J. Sci*; 33 (1) : 129-135.
- Brat P., Olle D., Reynes M., Alter P. (2002). Low pressure procedure for manufacture of pectin rich citrus extract.brevet n° WO 2002013634.
- Brudieux V. (2007). Extraction, modification enzymatique et caractérisation chimique de nouvelles structures pectiques. Application de la relation structure / activité à la dermocosmétique. Thèse Doctorat, Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles, Université de Limoges.
- Burapapadh, K., Kumpugdee-Vollrath, M., Chantasart, D., & Srimornsak, P. (2010). Fabrication of pectin-based nanoemulsions loaded with itraconazole for pharmaceutical application. *Carbohydrate Polymers* ; 82 (2) : 384-393.

-C-

- Canteri-Schemin M.H., Ramos Fertonani H.C., Waszczynskyj N., Wosiacki G. (2005). Extraction of pectin from apple pomace, *Brazilian Archives of Biology and Technology* ; 48 (2) : 259-266.
- Cara I., Dubois C., Armand M., Mekki N., Senft M., Portugal H. & Lairon D. (1993). Pectins are the components responsible for the hypocholesterolemic effect of apple fiber. *Nutrition (Life Sci. Adv.)* ; 12 : 69-77.
- Castillo-Israel, K. A. T. (2015). Extraction and characterization of pectin from Saba banana [*Musa 'saba'* (*Musa acuminata* x *Musa balbisiana*)] peel wastes: A preliminary study. *Int. Food Res. J* ; 22 : 202–207
- Capel, F., Nicolai, T., Durand, D., Boulenguer, P., Langendorff, V. (2006). Calcium and acid induced gelation of (amidated) low methoxy pectin. *Food Hydrocolloids*. ; 20 : 901 - 907.
- Chan S-Y., Choo W.S., Young D-J. (2017). Pectin as a Rheology Modifier: Origin, Structure, Commercial Production and Rheology ». *Carbohydrate Polymers* ; 161: 118-139.
- Chaharbaghi, E., Khodaiyan, F. & Hosseini, S. S. (2017). Optimization of pectin extraction from pistachio green hull as a new source. *Carbohydr. Polym* ; 173 : 107–113
- Chen J., Liu W., Liu C-M. (2015). « Pectin Modifications: A Review ». *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* ; 55 (12): 1684-1698.

- Chene C. (2003). Les Fibres Alimentaires. Journal de l'ADRIANOR. Agro-Jonction ; 33 : 1-8.
- Cho Y.J., Hwang J.K. (2000). Modeling the yield and intrinsic viscosity of pectin in acidic solubilization of apple pomace, Journal of Food Engineering ; 44 (2), 85-89.
- Chua Bee Lin., Chong Yek Cze. (2018). Drying Kinetics and Optimisation of Pectin Extraction from Banana Peels via Response Surface Methodology. MATEC Web of Conferences ; 152 : 01002

-D-

- Dashora, A., Jain, C.P. (2009). Development and characterization of pectin prednisolone microspheres for colon targeted delivery. International Journal of ChemTech Research ; 1 : 751-757.
- Dennapa B., Kamonrad R. & Hataichanoke N. (2006). Extraction and Physicochemical Characteristics of Acid-Soluble Pectin from Raw Papaya (Caricapapaya) Peel. Chiang Mai J. Sci ; 33 (1) : 129-135.
- Díaz - Rojas, E.I., Pacheco-Aguilar, R., Lizardi, J., Arguelles-Monal, W., Valdez, M.A., Rinaudod, M., Goycoolea, F.M. (2004). Linseed pectin: gelling properties and performance as an encapsulation matrix for shark liver oil. Food Hydrocolloids ;18 : 293 - 304.
- Donaghy, J. A., & McKay, A. M. (1994). Pectin extraction from citrus peel by polygalacturonase produced on whey. *Bioresource technology* ; 47(1) :25-28.
- Donato L. (2004). Gélification et séparation de phase dans les mélanges protéines globulaires/pectines faiblement méthylées selon les conditions ioniques. *Thèse Doctorat de l'École Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires*
- Dranca F., Oroian M. (2018). Extraction, Purification and Characterization of Pectin from Alternative Sources with Potential Technological Applications. *Food Research International* ;113: 327-350.

-E-

- Emaga, T. H., Andrianaivo, R. H., Wathelet, B., Tchango, J. T. and Paquot, M. (2007). Effects of the stage of maturation and varieties on the chemical composition of banana and plantain peels. Food Chemistry ; 103:590-600.
- Emaga, T. H., Robert, C., Ronkart, S. N., Wathelet, B. and Paquot, M. (2008a). Dietary fiber components and pectin chemical features of peels during ripening in banana and plantain varieties. *Bioresource Technology*, 99:4346-4354.
- Espinal-Ruiz, M., Restrepo-Sánchez, L. P., Narváez-Cuenca, C. E., & McClements, D. J. (2016). Impact of pectin properties on lipid digestion under simulated gastrointestinal conditions:

comparison of citrus and banana passion fruit (*Passiflora tripartita* var. *mollissima*) pectins. *Food Hydrocolloids*, 52, 329-342.

-F-

-Fishman, M.L., Jen, J.J. (1986). Chemistry and Function of Pectins. American Chemical Society. Washington

-Fishman M. L., Chau H. K., Hoagland P. (1999). Characterization of pectin, flashextracted from orange albedo by microwave heating, under pressure. *Carbohydrate research* ; 323: 126–138.

-G-

-Glicksman M. (1969). Gum technology in the Food Industry. ACADEMIC PRESS (Ed). New York San Francisco London : 159-189.

-Guillon, F., Auffret, A., Robertson, J. A., Thibault, J.-F., & Barry, J.-L. (1998). Relationships between physical characteristics of sugar-beet fibre and its fermentability by human faecal flora. *Carbohydrate Polymers* ; 37(2) : 185-197.

-Guillotin S. (2005). Studies on the intra –and intermolecular distribution of substituents in commercial pectins. PhD. thesis Wageningen University, ISBN 90-8504-265-8.

-Grasdalen H., Bakøy, O. E., & Larsen B. (1988). Determination of the degree of esterification and the distribution of methylated and free carboxyl groups in pectins by ¹H-NMR spectroscopy. *Carbohydrate Research* ; 184 : 183–191.

-H-

-HABIBI .Y.(2004). Contribution à l'étude morphologique, ultra structurale et chimique de la figue de barbarie Les polysaccharides pariétaux : caractérisation et modification chimique »thèse Doctorat, Université Joseph Fourier (France) & Université Cadi Ayyad (Maroc) (UFR : chimie des molécules organiques d'intérêt biologique et industriel).

-HappiEmaga, T., Ronkart, S-N., Robert, C., Wathelet, B., Paquot, M. (2008). Characterization of pectins extracted from banana peels (*Musa AAA*) under different conditions using experimental design *Food Chemistry* ; 469 : 463-471.

-I-

-Iwasaki, K., Inoue, M., Matsubara, Y. (1998). Continuous hydrolysis of pectate by immobilized endopolygalacturonase in a continuously stirred tank reactor. *Biosci. Biotechnol. Biochem* ; 62 : 262 - 276.

-J-

-James WP, Branch WJ. (1978). Southgate DA. Calcium binding by dietary fibre. *Lancet* Mar ; 25;1(8065):638-639.

-Jerry W.King et Richard D.Crabiel. (2007). Isolation of polyphenolic compounds from fruits or vegetables utilizing sub-critical water extraction .US7208181 B1.

-Jourdain J.R., Dublineau I. & Phan G. (2005). Evaluation de l'emploi de la pectine chez les enfants vivant sur les territoires contaminés par le césium. Rapport de Direction de la Radioprotection de l'Homme. Institut de Radioprotection et de Sécurité Nucléaire (IRSN).36

-K-

-Kar F. & Arslan N. (1999). Effect of temperature and concentration on viscosity of orange peel pectin solutions and intrinsic viscosity–molecular weight relationship. *Carbohydrate Polymers* ; 40 (4) : 277–284.

-Kermani ZJ. (2015). Food hydrocolloids functional properties of citric acid extracted mango peel pectin as related to its chemical structure. *Food Hydrocolloids* ; 44: 424-434.

-Kertesz, Z.I. (1951). *The Pectic Substances*. New York Interscience, USA. 628.

-Khalfaoui A. (2012). Etude Expérimentale de l'élimination de polluants organiques et inorganiques par Adsorption sur des matériaux Naturels: Application aux Peaux d'orange et de Banane. Thèse de doctorale 3^{ème} cycle, Université Mentouri de Constantine (Algérie), 180.

-Kim W.C., Lee D.Y., Lee C.H., Kim C.W. (2004). Optimization of narirutin extraction during washing step of the pectin production from citrus peels. *Journal of Food Engineering* ; 63 (2) : 191–197.

-Kirk, Othmen, Eneyel. (1967). Pectic substances, *Chem. Technol* ; 14 : 636 - 651.

-Kratchanova M., Pavlova E. & Panchev I. (2004). The effect of microwave heating of fresh orange peels on the fruit tissue and quality of extracted pectin. *Carbohydrate Polymers* ; 56 (2) : 181–185.

-Kushwaha, P., Fareed, S., Nanda, S., Mishra, A. (2011). Design and Fabrication of Tramadol HCl loaded Multiparticulate Colon Targeted Drug Delivery System. *J. Chem. Pharm. Res* ; 3(5) : 584 – 595.

-L-

- Levigne S., Thomas M., Ralet M.-C., Quemner B. & Thibault J.-F. (2002). Determination of the degrees of methylation and acetylation of pectins using a C18 column and internal standards. *Food Hydrocolloids* ; 16 (6) : 547-550.
- Lim J. (2012). Food hydrocolloids extraction and characterization of pectin from Yuza (Citrus junos) pomace: A comparison of conventional chemical and combined physical e enzymatic extractions. *Food Hydrocolloids* ; 29: 160-165.
- Liu, Y., Shi, J., Langrish. T.A.G. (2006). Water-based extraction of pectin from flavedo and albedo of orange peels. *Chemical Engineering*. 120, 203 - 209.
- Liu, L., Fishman, M., & Hicks, K. (2007c). Pectin in controlled drug delivery - a review. *Cellulose* ; 14(1) : 15-24.
- Lopes da Silva J.A. & Rao M.A. (2006). Pectins : Structure, Functionality, and Uses. In *Food Polysaccharides and Their Applications*, Second Edition. Edition : Stephen, CRC Press Taylor & Francis Group. Chapter 11 : 353-412.
- Luque de Castro M.D., Priego-Capote F. (2010). Soxhlet extraction: Past and present panacea, *Journal of Chromatography A* ; 1217 : 2383-2389.

-M-

- Marathe R.M., Annapure U.S., Singhal R.S. & Kulkarni P.R. (2002). Gelling behavior of polyose from tamarind kernel polysaccharide. *Food Hydrocolloids* ; 16 (5) : 423-426.
- Martini M.C., Seiller M. (1992). Actifs et additifs en cosmétologie, Tec et doc Lavoisier ; 630
- Masmoudi M., Besbes S., Chaabouni M., Robert C., Paquot M., Blecker C., Attia H. (2008). Optimization of pectin extraction from lemon byproduct with acidified date juice using response surface methodology, *Carbohydrate Polymers* ; 74 : 185-192
- May, C.D. (1990). Industrial Pectins : Sources, Productions and applications. *Carbohydrate Polymers* ; 12 : 79 - 99.
- Mc Neil M., Darvill A., Albersheim P. (1979) The structural polymers of the primary cell walls of dicots. In : Cantor, Ch(Ed.), *Progress in the chemistry organic natural products*. Viena: Springer-Verlag ; 29 : 191-195.
- Mc Neil M., Darvill A.G., Albersheim P. (1980) Structure of cell walls. X. Rhamnogalacturonan, a structurally complex pectic polysaccharide in the walls of suspension-cultured sycamore cells, *Plant Physiology* ; 66 : 1128-1134.
- M.D Luque de Castro et L.E Garcia-ayuso. (1998). Soxlet Extraction of Solid Materials An

Outdated technique with a Promising Innovative Future .In :*Analytica Chimica Acta* ; 369(1-2) :1-10

-Méndez paula. (2021). Evaluation of the physiochemical properties of pectin extracted from Musa paradisiaca banana peels at different pH conditions in the formation of nano particles. Universidad Nacional Abierta y a Distancia, Bogota, colombia. 14-23

-Mesbahi, G., Jamalian, J., Farahnaky, A. (2005). A comparative study on functional properties of beet and citrus pectins in food systems. *Food Hydrocolloids* ;19 : 731 - 738.

-Michel B. (2002). Conservation par les sucres : confitures, gelées, fruits sur sucre. In : *Technologies de transformation des fruits. Technique et documentation-Lavoisier (Ed).*Paris, 421-425.

-Minjares-Fuentes, R. *et al.* Ultrasound-assisted extraction of pectins from grape pomace using citric acid: A response surface methodology approach. *Carbohydr. Polym.* 106, 179–189 (2014).

-Miyamoto, A., & Chang, K. C. (1992). Extraction and Physicochemical Characterization of Pectin from Sunflower Head Residues. *Journal of Food Science* ; 57(6) : 1439-1443.

-Mohapatra, D.; Sabyasachi, M. and Namrata, S. (2010). Banana and its by-product utilization: an overview. *Journal of Scientific and Industrial Research* ; 69:323-329.

-Moorthy, I. G., Maran, J. P., Surya, S. M., Naganyashree, S. & Shivamathi, C. S. (2015). Response surface optimization of ultrasound assisted extraction of pectin from pomegranate peel. *Int. J. Biol. Macromol* ; 72 : 1323–1328.

-Munarin F., Tanzi M.C. et Petrini P. (2012). « Advances in Biomedical Applications of Pectin Gels ». *International Journal of Biological Macromolecules* ; 51 (4): 681-689.

-Munarin, F., Guerreiro, S.G., Grellier, M.A., Tanzi, M.C., Barbosa, M.A., Petrini, P., Granja, P.L. (2011). Pectin - Based Injectable Biomaterials for Bone Tissue Engineering. *Biomacromolecules* ; 12 : 568 - 577.

-Munarin, F., Giuliano, L., Bozzini, S., Tanzi, M.C., Petrini, P. (2010). Mineral phase deposition on pectin microspheres. *Materials Science and Engineering: C* ; 30 (3) : 491 - 496.

-Musabayane, C. T., Munjeri, O., & Matavire, T. P. (2003). Transdermal Delivery of Chloroquine by Amidated Pectin Hydrogel Matrix Patch in the Rat. *Renal Failure* ; 25(4) : 525-534.

-N-

-N'BeMiller J. (2001). Plant Gums. *Encyclopedia of Life Sciences*, John Wiley & Sons, Ltd ; 1-5.

-Nesterenko V. (2002). Une pomme pour lutter contre Tchernobyl. dossier de presse : Communiqué de presse de Sortir du nucléaire. Suisse romande, 9

-Ni, Y., & Yates, K. M. (2002). IN-SITU GEL FORMATION OF PECTIN. United States.

-Novosel'skaya I. L., Voropaeva N. L., Semenova L. N. (2000). Trends in the science and applications of pectins . *Chemistry of Natural Compounds* ; 36 (1): 1–10.

-O-

-O'Donoghue, E. M., & Somerfield, S. D. (2008). Biochemical and rheological properties of gelling pectic isolates from buttercup squash fruit. *Food Hydrocolloids* ; 22(7) : 1326-1336.

-O'Neill A.M., Darvill A.G. & Albersheim P. (2001). Pectic Substances. *Encyclopedia of Life Sciences*, John Wiley & Sons (Ed) ; 1-11.

-O'Neill, M. A., Ishii, T., Albersheim, P., & Darvill, A. G. (2004). Rhamnogalacturonan II: Structure and function of a borate cross-linked cell wall pectic polysaccharide. *Annual Review of Plant Biology* ; 55 : 109-139.

-P-

-Panchev I., Kirchev N., KrachanovKh. (1988). Improving pectin technology .Extraction using ultrasonic treatment, *International Journal of Food Science and Technology* ; 23(4) : 337-341.

-Panouille M, Thibault JF, Bonnin E. (2006). Cellulase and protease preparations can extract pectins from various plant byproducts. *Journal of Agriculture and Food Chemistry* ;54: 8926–8935.

-Patel, N. R.; Gohil, P., A. (2012). Review on Biomaterials: Scope, Applications & Human Anatomy Significance. *International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering* ; 2 (4) : 91-101.

-Petko Ivanov Penchev. (2010). Etude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de technique séparatives à basses et hautes pressions.

-Perrone, P., Hewage, C.M., Thomson, A.R., Bailey, K., Sadler, I.H., Fry, S.C. (2002).Patterns of methyl and O-acetyl esterification in spinach pectins: new complexity. *Phytochemistry* ; 60 : 67 - 77.

-Poudrier J.K. (1995). The Microwave Oven as a Specialized Instrument, Today's Chernist at Work, *Lab Products Notebook* ; 29-32

-Phatcharapom w., Siripan J. (2009). The effects of banana peel preparations on the properties of banana peel dietary fibre concentrate, Songklanakarin. *J. Sei. Technol* ; 31 (6), 605-611.

-Prakash Maran, J., Sivakumar, V., Thirugnanasambandham, K. & Sridhar, R. (2013). Optimization of microwave assisted extraction of pectin from orange peel. *Carbohydr. Polym* ; 97, 703–709

-Prasanna V., Prabha T.N., and Tharanatha R.N. (2007). Fruit Ripening Phenomena – An Overview-. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* ; 47 : 1–19.

-Ptichkina N.M., Markina O.A. & Rumyantseva G.N. (2008). Pectin extraction from pumpkin with the aid of microbial enzymes. *Food Hydrocolloids* ; 22:192-195.

-Puri M, Sharma D, Barrow CJ. (2012). Enzyme-assisted extraction of bioactives from plants. *Trends in Biotechnology* ; 30: 37-44.

-Q-

-Quoc, L.P.T., Anh, L.T.L., Tien, M.V.T.K. and Trang, L.T. (2014). Optimization Of The Pectin Extraction From Pomelo Peels By Oxalic Acid And Microwave. *Banat's Journal of Biotechnology* ; 9: 67-73.

-Quoc, L.P.T. (2015). Extraction of pectin from pomelo (*Citrus maxima*) peels with the assistance of microwave and tartaric acid. *International Food Research Journal* ; 22(4): 1637-1641.

-R-

-Ralet, M.C., Bonnin, E., Thibault, J.F. (2001). Chromatographic study of highly methoxylated lime pectins deesterified by different pectin methyl-esterases. *Journal of Chromatography. B:Biomedical Sciences and Applications* ; 753, 157 - 166.

-Ralet, M.C., Bonin, E., Thibault, J.F. (2002). Pectins, dans :Biopolymers Polysaccharides II, Steinbüchel A. (Ed.), Wiley-VCH Verlag Gmbh, Weinheim ; 8 (12) : 345 - 380.

-Redgwell R.J., Melton L.D., Brasch D.J. (1992). Cell wall dissolution in ripening kiwifruit (*Actinidia deliciosa*). Solubilization of pectic polymers, *Plant Physiology* ; 98 : 71-81.

-Renard C.M.G.C., Crepeau M.J., Thibault J.F. (1995). Structure of repeating units in the rhamnogalacturonic backbone of apple, beet and citrus pectins, *Carbohydrate Research* ; 275 :155-165

-Rezwana, K., Chena, Q.Z., Blakera, J.J., Boccaccinia, A.R. (2006). Biodegradable and bioactive porous polymer/inorganic composite scaffolds for bone tissue engineering. *Biomaterials* ; 27 : 3413 – 3431

-Alonso-salces R.M. (2001). pressurized liquidextraction for the determination pf polyphenols in apple ».In :*Journal of Chromatography A* ; 933 ; 37-43.

-S-

-Schwartz, C. (2010). Bilan de 15 ans d'utilisation des substituts osseux de synthèse en chirurgie orthopédique et en traumatologie. e-mémoires de l'académie nationale de chirurgie ; 9 (2) : 76 - 86

-Singanusong, R., Worasit, T., Teeraporn, K. and Chiraporn, S. (2013). Extraction and properties of cellulose from banana peels, *J. Sci.Technol* ; 21(3): 201-213.

- Siondalski P. & Łysiak-Szydłowska W. (2007). Food Components in the Protection of the Cardiovascular System. In : Chemical and Functional Properties of Food Components. Third Edition, CRC Press is an imprint of the Taylor & Francis Group, (Eds). NY ; 439-450.
- Sonia T.A. (2014). Shorma C.L, Oral delivery of insulin, Elsevier.
- Songheetha S. (2019). Effect of pH, Temperature and Time Combinations on Yield and Degree of Esterification of Mango Peel Pectin: A Box-Behnken Design Based Statistical Modelling. *Tropical Agricultural Research* ; 30 (2): 1 – 12
- Srivastava P. et Malviya R. (2011). Sources of Pectin, Extraction and Its Applications in Pharmaceutical Industry – An Overview. *Indian Journal of Natural Products and Resources* ; 2(1): 10-18.
- Sumathraa, M., Govindaraja, D., Jeyarajb, M., Al Arfajc, A., Munusamyc, M.A., Selvaraj Suresh K.S., Rajana. M. (2017). Sustainable pectin fascinating hydroxyapatite nanocomposite scaffolds to enhance tissue regeneration *Sustainable Chemistry and Pharmacy* ; 5 : 46 - 53.

-T-

- Tchobanoglous, G., Theisen, H. and Vigil, S. (1993). Integrated solid waste management: Engineering principles and management issues. McGraw-Hill, New York ; 3 – 22.
- Thakur B.R., Singh R.K. & Hand A.K. (1997). Chemistry and uses of pectin-a review. *Crit. Rev. in Food Sci. and Nutr* ; 37(1): 47-73.
- Thibault, J.F., Saulnier, L., Axelos, M.A.V., Renard, C.M.G.C. (1991). Difficultés expérimentales de l'étude des macromolécules pectiques. *Bull. Soc. bot. Fr.*, 138, Actual. Bot ; 138 : 319 - 337.
- Thibault, J.F., Renard, C.M.G.C., Axelos, M.A.V., Roger, P., Crépeau, M.J. (1993). Studies of the length of homogalacturonic regions in pectins by acid hydrolysis. *Carbohydrate Research*. 238, 271 - 286
- Thibault, J.F., Renard, C.M.G.C., Axelos, M.A.V., Bonnin, E. (2000). Les pectines. INRA, Centre de Recherche Agro-alimentaire.
- Tillmann S., Roland W., Rob V. & Werner K. (2002). Enzymatic modifications of pectins and the impact on their rheological properties. *Carbohydrate Polymers* ; 47 (2) : 99 -108.
- Tilly. (2010). Pectines. Technique d'ingénieur. F 5000
- Turquois, T., Rinaudo, M., Taravel, F. R., & Heyraud, A. (1999). Extraction of highly gelling pectic substances from sugar beet pulp and potato pulp: influence of extrinsic parameters on their gelling properties. *Food Hydrocolloids* ; 13(3) : 255-262

-V-

-Veillet S. (2010). Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation , thèse de Doctorat, université d'Avignon.

-Voragen, A., Thibault, J.F., Pilnik, W., Axelos, M.A.V., Renard, C.M.G.C. (1995). Pectins. Food polysaccharides and their applications. Editeur: Stephen, A.M., New York, Marcel Dekker ; 287 - 339

-W-

-Wang, S., Chen, F., Wu, J., Wang, Z., Liao, X., & Hu, X. (2007). Optimization of pectin extraction assisted by microwave from apple pomace using response surface methodology. *Journal of food engineering* ; 78(2) : 693-700.

-Wang W., Ma X., Xu Y. (2015). Ultrasound-Assisted Heating Extraction of Pectin from Grapefruit Peel: Optimization and Comparison with the Conventional Method. *Food Chemistry* ; 178 : 106-114.

-Wehrlé P. (2012). Pharmacie galénique: formulation et technologie pharmaceutique, Maloine, Paris, 360

-Willats W.G.T., McCarty L., Mackie W. & Knox J.P. (2001). Pectin: cell biology and prospects for functional analysis. *Plant Molecular Biology* ; 47(1-2):9-27.

-Wong, D. (2008). Enzymatic deconstruction of backbone structures of the ramified regions in pectins. *The Protein Journal* ; 27 (1) : 30 - 42.

-Wicker L., Ackerley J.L. & Hunter J.L. (2003). Modification of pectin by pectinmethylesterase and the role in stability of juice beverages. *Food Hydrocolloids* ; 17 (6) : 809–814.

-X-

-Xu, Y. (2014). Effects of ultrasound and/or heating on the extraction of pectin from grapefruit peel. *J. Food Eng* ; 126 : 72–81.

-Xue Z.H., Zhang X., Zhang Z.J., Liu J.H., Wang Y.F., Chen D.X., Long L.S. (2011). Optimization of Pectin Extraction from Citrus Peel by Response Surface Methodology, *Food Science* ; 32 (18) : 128-132.

-Y-

-Yamaguchi F., Shimizu N. & Hatanaka C. (1994). Preparation and physiological effect of low-molecular-weight pectin. *Biosci Biotech. Biochem* ; 58 (4) : 679-682.

-Yapo, B. M., Robert, C., Etienne, I., Wathelet, B., & Paquot, M. (2007). « Effect of extraction

conditions on the yield, purity and surface properties of sugar beet pulp pectin extracts » Food Chemistry ; 100 : 1356-1364

-Yokoi H., Obita T., Hirose J., Hayashi S. & Takasaki Y. (2002). Flocculation properties of pectin in various suspensions. *Bioresource Technology* ; 84 (3) : 287–290.

-Yu XC, Sun DL. (2013). Microwave and enzymatic extraction of orange peel pectin. *Asian Journal of Chemistry* ; 25 : 5333-5336.

-Z-

-Zam, W., Bashour, G., Abdelwahed, W., Khayata. W. (2013). Formulation and in-vitro release of pomegranate peels polyphénols microbeads. *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research* ; 4 (9) : 3536 - 3540.

-Zhang, P., Whistler, R. L., BeMiller, J. N. and Hamaker, B. R. (2005). Banana Starch: production, physicochemical properties, and digestibility. *Carbohydrate Polymer* ; 59:443-458.

Résumé

Les pectines sont des polyosides rattachés aux glucides, largement utilisés dans l'industrie alimentaire et aussi dans l'industrie pharmaceutique, et sont présentes en grandes quantités dans les parois végétales de nombreux fruits et légumes comme la banane.

L'extraction de la pectine implique l'hydrolyse physico-chimique et la solubilisation des polymères pectiques des tissus végétaux sous l'influence de plusieurs conditions de traitement.

Notre étude vise à déterminer l'influence de type d'acide (acide citrique et HCl), de pH (1, 0,6 et 0,3), de rapport solide/ liquide (2/20, 2/40, 2/60 g/ml), de la température (70, 85 et 100°C), de temps (60, 80, 100 min) et de volume d'éthanol de précipitation (1V, 2V et 3V) sur le rendement d'extraction de la pectine à partir des pelures de la banane.

Les résultats d'optimisation d'extraction acide ont montré qu'un rendement d'extraction maximal en pectine de 18,5% avec un degré d'estérification de 43% est obtenu sous les conditions optimales suivantes : solvant d'extraction HCl (0,5N, pH=0,3), rapport solide/liquide (2/40 g/ml) ; température 85°C ; temps d'extraction 60min et volume d'éthanol de précipitation : 1V de 40ml. La pectine obtenue dans notre travail est classé comme une pectine à faible teneur en méthoxyle.

Ces conditions affectent non seulement la quantité mais aussi la qualité de la pectine.

Mots clés : pectines, extraction acide, optimisation, rendement, degré d'estérification.

Abstract

Pectins are polyosides attached to carbohydrates, widely used in the food industry and also in the pharmaceutical industry, and are present in large quantities in the plant walls of many fruits and vegetables such as bananas.

Pectin extraction involves physicochemical hydrolysis and solubilization of pectic polymers from plant tissues under the influence of several processing conditions.

Our study aims to determine the effects of acid type (citric and HCl), pH (1, 0,6 and 0,3), solid / liquid ratio (2/20, 2/40, 2/60 g/ml), temperature (70, 85 and 100 °C), time (60min, 80min, 100min) and volume of ethanol required for precipitation (1V, 2V and 3V) on the yield of pectin extracted from banana peels.

The results of optimization acid extraction showed that a maximum yield of pectin of 18.5% with a degree of esterification of 43% is obtained under the following optimum conditions: HCl at 0.5N (pH=0,3), solid / liquid ratio (2/40 g/ml); temperature 85 ° C; extraction time: 60 min; ethanol volume for precipitation 1V: of 40ml. The obtained pectin in this work is classified as a low methoxyl pectin.

These conditions affect not only the quantity but also the quality of the pectin

Keywords : pectins, acid extraction, optimization, yield, degree of esterification

ملخص

البكتينات عبارة عن سكريات متعلقة بالنشويات تستخدم على نطاق واسع في صناعة الأغذية وأيضاً في صناعة الأدوية وهي موجودة بكميات كبيرة في جدران الخلايا النباتية للكثير من الخضار و الفواكه مثل الموز يتضمن استخراج البكتين التحلل المائي الكيميائي الفيزيائي مع إذابة البوليمرات البكتينية من الأنسجة النباتية تحت تأثير العديد من عوامل المعالجة

تهدف دراستنا إلى تحديد تأثيرات: نوع الحمض (حامض الستريك والهيدروكلوريك) ، ودرجة الحموضة، نسبة المواد الصلبة / السائلة (20غ/مل ، 2غ/40مل ، 2غ/80مل)، درجة الحرارة (70 درجة، 85 درجة ، 100 درجة مئوية)، الوقت (60 دقيقة، 80 دقيقة، 100 دقيقة)، وحجم الإيثانول المطلوب للترسيب (حجم واحد، حجمين، 3 أحجام) على محصول البكتين المستخرج من قشور الموز... أظهرت نتائج الاستخلاص المائي والحمضي أن أقصى عائد للبكتين يبلغ 18.5% بدرجة أسترة 43% و الذي يتم الحصول عليه في ظل الظروف المثلى التالية: حمض الهيدروكلوريك 0.5 نيوتن ؛ نسبة المواد الصلبة / السائلة (2غ/40مل)، درجة الحرارة: 85 درجة مئوية ؛ الوقت: 60 دقيقة، حجم الإيثانول اللازم للترسيب (حجم واحد = 40مل) و يصنف هذا البكتين على أنه بكتين منخفض الميثوكسيل هذه الظروف لا تؤثر على كمية البكتين فقط، بل تؤثر أيضاً على جودته

الكلمات المفتاحية: البكتين، الاستخلاص الحمضي، التحسين، المحصول، درجة