



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



UNIVERSITÉ AMAR TELIDJI –LAGHOUAT-
FACULTÉ DES SCIENCES
DÉPARTEMENT DESSCIENCESAGRONOMIQUES

Mémoire de Master

Présenté par : Hireche Imane

DOMAINE : SCIENCES DE LA NATURE ET DE LA VIE (SNV)

FILIÈRE : SCIENCES ALIMENTAIRES

OPTION : AGROALIMENTAIRE ET CONTROLE DE QUALITÉ

Thème

**Optimisation de la procédure d'extraction de
pectine**

Jury de soutenance :

Nom et prénom	Grade	Qualité
M. Adamou Ala-Eddine	Professeur	Président
Mme. Amrani Ouarda	MCB	Examinatrice
Mme. Menasra Amina	MCB	Promotrice

Année Universitaire : 2024-2025.



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة عمارة تليجي- الأغواط
كلية العلوم
قسم العلوم الفلاحية

مذكرة ماستر

تقديم الطالبة: حيرش إيمان
ميدان: علوم الطبيعية والحياة
شعبة: علوم غذائية
تخصص: الأغذية الزراعية ومراقبة الجودة

موضوع البحث

تحسين عملية استخلاص البكتين

أعضاء لجنة المناقشة:

الاسم واللقب	الدرجة العلمية	الصفة
السيد عظامو علاء الدين	أستاذ تعليم عالي	رئيسا
السيدة عمراني وردة	أستاذة محاضرة ب	ممتحنا
السيدة مناصرة أمينة	أستاذة محاضرة ب	مقررا

السنة الجامعية: 2024-2025

Remerciement

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude envers Allah, le Tout-Puissant, qui m'a accordé la force et la patience nécessaires pour mener à bien ce travail.

Je souhaite adresser mes remerciements les plus sincères et respectueux à ma promotrice, Mme. Menasra Amina, pour la confiance qu'elle m'a témoignée en me proposant ce sujet, son accompagnement précieux tout au long de ce travail, sa patience, ses conseils avisés et son soutien constant.

Je tiens également à remercier chaleureusement les membres du jury qui ont accepté d'évaluer mon travail,

M. Adamou Ala-Eddine pour avoir honoré mon travail en acceptant de présider le jury.

Mme Amrani Ouarda pour avoir accepté d'examiner ce mémoire avec bienveillance.

Je souhaite exprimer ma profonde gratitude à tous les professeurs de ma spécialité pour les renseignements et les connaissances qu'ils m'ont transmis durant mes années d'études.

Je n'oublie pas de remercier toute l'équipe du laboratoire agroalimentaire pour son aide précieuse et sa collaboration tout au long de ce travail

Enfin, j'adresse mes remerciements les plus respectueux à notre chef de département, M. Ben Chettouh, pour son soutien constant.



Dédicace

À mes très chers parents

Sans eux je n'aurais pas pu être ce que je suis, qui se sont sacrifiés pour me prendre en charge tout au long de mon parcours et m'épauler pour que je puisse atteindre mes objectifs.

À Mes chères sœurs : Nour, Achouak, Aicha

À Mes chers frères : Lakhdar et Abd Elrahmanen,

Pour leurs soutiens moraux, puisse Dieu vous donner santé, bonheur et surtout réussite.

À ma famille

Pour leur support, leurs amours et leurs encouragements durant toute ma vie.

À mes chères amies et tous ce que j'aime Hadjer, Amine.

Qui m'ont accordé leur soutien pour atteindre ce succès.

Merci à tous.

Imane

Liste des abréviations

°C : Degré Celsius

DE : Degrés d'estérification

DM : Degré de méthylation

EDTA : L'éthylène diamine tétraacétate

FAO : Organisation des nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture.

Gala : Galactoronique

HG : Homogalacturonanes

HM : Hautement méthylées

LM/ FM : faiblement méthylée

RSM : méthodologie de surface de réponse

kHz : kilo hertz

m : Masse (g)

M : mol / Litre

MeO : Tenur de méthoxy

Min : Minute

mL: Milli Litre

mm : Millimètre

pH : Potentiel D'Hydrogène

Rha : Rhamnose

RG : Rhamnogalacturonanes

RG I : Rhamnogalacturonanes I

RG II : Rhamnogalacturonanes II

CDTA : Cyclohexane diamine tétraacétate

T° : Température

tr : Tours

μ : Micro

μL: Micro Litre

μm : Micro Mètre

V : Volume

Mw : Poids moléculaire

CCD : Central Composite Design

DA : Degré D'amidation

H : Viscosité intrinsèque

GPTMS : Triméthoxysilane 3-Glycidyloxypropyle

EAE : Extraction Assistée Par Enzymes

MAE : Extraction Assistée Par Micro-Ondes

EAU : Extraction Assistée Par Ultrasons

RFAE : Extraction Assistée Par Radiofréquence

G : Gramme

Mg : Milligramme

Vit : Vitamine

CRE : Capacité De Rétention D'eau

CRH : Capacité De Rétention D'huile

FMAT : Flore Mésophile Aérobie Totale

PCA : Plate Count Agar

CT : Coliformes Totaux

CF : Coliformes Fécaux

HCl : Acide Chlorhydrique

-OCH₃ : Groupements méthoxy

-COOH : Groupe carboxyle

-COOCH₃ : Groupe méthylester

COO⁻ : Groupe carboxyle ionisé

L : Luminosité

ANOVA : Analyse De La Variance

OMS : Organisation Mondiale De Santé

ISO : Organisation Internationale De Normalisation

UFC/g : Unités Formant Colonies par gramme

Liste des figures

Figure 01 : Structure de la pectine	3
Figure 02 : Structure primaire d'un homogalacturonane	4
Figure 03 : Structure de rhamnogalacturonane I (RG-I)	5
Figure 04 : Structure du rhamnogalacturonane II (RG-II) (A : Chaîne latérale complexe riche en galactose (Galp), xylose (Xylp), apiose (Apif), fucose (Fucp) ; B : Chaîne latérale complexe contient de galactose (Galp), Rhamnose (Rhap), acétyl fucose (Acef) et Acétyl esters (OAc) ; C : chaîne latérale simple comprend Keto-deoxy-octulosonate (Kdo), Rhamnose (Rhap) ; D : courte chaîne latérale composé de Arabinofuranose (Araf), Acido 3-désoxy D mano-octeosonique (Dha))....	6
Figure 05 : Structure de Xylogalacturonane	6
Figure 06 : Structure moléculaire de pectine	7
Figure 07 : Pectine hautement méthylée (HM)	8
Figure 08 : Pectine faiblement méthylée (FM)	8
Figure 09 : La pomme (<i>Golden Delicious</i>) utilisée dans cette étude.....	18
Figure 10 : Poudre de pomme séchée	19
Figure 11 : Montage à reflux utilisé pour l'extraction de la pectine.....	20
Figure 12 : Étape de filtration	20
Figure 13 : Filtrat après refroidissement	21
Figure 14 : Pectine humide après centrifugation.....	21
Figure 15 : Séchage de la pectine dans l'étuve.....	22
Figure 16 : Pectine sèche prête à l'emploi	22
Figure 17 : Montage de titrage pour la détermination du degré d'estérification.....	24
Figure 18 : Virage de couleur de la solution de pectine lors du 1 ^{er} titrage (A) et du 2 ^{ème} titrage (B)	

.....	24
Figure 19 : Four à moufle.....	26
Figure 20 : Creusets contenant la pectine avant et après incinération.....	26
Figure 21 : Solvants utilisés dans l'étude de la solubilité de la pectine	29
Figure 22 : Solutions de biofilm versées dans des boîtes de Pétri avant l'étape de séchage.....	32
Figure 23 : Micromètre	33
Figure 24 : Schéma des différentes conditions d'extraction de la pectine et de préparation du film à base ce biopolymère extrait.....	37
Figure 25 : Teneur en cendres dans les différents types de pectines	43
Figure 26 : Pectines extraites de pomme sous différentes conditions avant broyage.....	45
Figure 27 : Capacité de rétention d'eau des pectines de pomme	47
Figure 28 : Capacité de rétention d'huile des pectines obtenues	48
Figure 29 : Solubilité de la pectine extraite de pomme dans différents solvants (A : Eau distillée, B : Éthanol, C : Hexane, D : Acétone, E : Chloroforme)	49
Figure 30 : Surface de réponse (RSM) représentant l'influence conjointe de la température (T) et du pH d'extraction sur les différentes propriétés de la pectine (rendement d'extraction (A), degré d'estérification (B), degré de méthylation (C), teneur en cendres (D), capacité de rétention d'eau (E) et capacité de rétention d'huile (F))	54
Figure 31 : Teneur en eau des biofilms à base de pectine.....	56
Figure 32 : Les biofilms préparés à base de pectines extraite de pomme sous différentes conditions	59

Liste des tableaux

Tableau 01 : Propriétés physico-chimiques et composition nutritionnelle de la pomme (<i>Golden Delicious</i>) d'Aurès	17
Tableau 02 : Les différents solvants utilisés pour l'évaluation de la solubilité de la pectine	28
Tableau 03 : Matrice d'expérience du plan composite centré à deux facteurs	30
Tableau 04 : Niveaux et valeurs fondamentales utilisés dans le modèle composite central (CCD) pour l'extraction de la pectine de pomme	31
Tableau 05 : Rendement d'extraction de la pectine à partir de la pomme.....	38
Tableau 06 : Degré d'estérification de la pectine extraite sous différentes conditions.....	40
Tableau 07 : La teneur en méthoxy (MeO) des pectines extraites de pomme	42
Tableau 08 : Paramètres d'analyse de la variance (ANOVA) du test de traçage pour les surfaces de réponse des différentes variables (propriétés) des pectines extraites en différents conditions de pH et de température	51
Tableau 09 : Optimisation des conditions d'extraction de pectine de pomme.....	54
Tableau 10 : Épaisseurs des biofilms à base de pectine extraite de pomme	57
Tableau 11 : Résultats d'analyses microbiologiques des biofilms préparés à base de pectine.....	60

Sommaire

Remerciements

Dédicace

Liste des abréviations

Liste de figures

Liste des tableaux

Résumé

Introduction1

Partie bibliographique

Chapitre I : Généralités sur les pectines3

1.Définition de pectine3

2.Structure de pectine3

✓ Les galacturonanes4

✓ Le homogalacturonane (HG)4

✓ Les rhamnogalacturonanes5

- Les rhamnogalacturonanes I5

- Les rhamnogalacturonanes II.....5

✓ Xylogalacturonane6

3.Source de pectine.....7

4.Propriété de méthylation des pectines7

- Pectines hautement méthylées (HM)8

- Pectines faiblement méthylées (FM)8

5. Propriétés fonctionnelles de la pectine	9
6. Rôle et applications des pectines dans l'industrie alimentaire et autres secteurs	9
6.1. Dans l'industrie alimentaire	9
6.2. En nutrition et santé	9
6.3. Applications biomédicales	10
6.4. Pour l'environnement	10
6.5. Autres applications	10
7. Méthodes d'extraction de la pectine	10
7.1. Méthodes conventionnelles	10
7.2. Techniques avancées	11
Chapitre II : Méthodologie de surface de réponse comme outil d'optimisation	13
1. Définition de l'optimisation	13
2. Méthodologie de surface de réponse	13
2.1. Définition de (RSM)	13
2.2. Définition de certains termes	14
2.3. Étapes pour l'application RSM	14
<i>Partie expérimentale</i>	
Chapitre I : Matériel et méthodes	16
1. Matériel	17
1.1. Matériel biologique (végétale)	17
1.2. Matériel non biologique	18
2. Méthodes	18
2.1. Préparation de matière première	18
2.2. Optimisation de l'extraction de la pectine	19

2.2.1.	Filtration.....	20
2.2.2.	Centrifugation	21
2.2.3.	Séchage	21
2.3.	Caractérisations physicochimiques des pectines obtenues.....	22
2.3.1.	Rendement d'extraction de pectine.....	22
2.3.2.	Degré d'estérification	23
2.3.3.	Degré de méthoxy (MeO)	25
2.3.4.	Teneur en cendres	25
2.4.	Propriétés fonctionnelles des pectines.....	27
2.4.1.	Capacité de rétention d'eau (CRE) et d'huile (CRH)	27
2.4.2.	Solubilité de la pectine	28
2.5.	Méthodologie de surface de réponse comme outil d'optimisation	29
2.5.1	Plan d'expérience de type composite centré (Central Composite Design CCD) à deux facteurs.....	29
2.5.2.	Modélisation de la réponse	29
2.5.2.1.	Niveaux des variables.....	30
2.5.2.2.	Détermination des variables réelles et codées.....	30
2.5.2.3.	Évaluation de la pertinence du modèle	31
2.6.	Procédure de préparation de biofilm à base de pectine.....	31
✓	Préparation de la solution filmogène	32
✓	Coulage du biofilm	32
✓	Séchage du biofilm	32
2.7.	Caractérisation des biofilms à base de pectine	33
2.7.1.	Propriétés physicochimiques des biofilms.....	33
2.7.1.1.	Teneur en eau	33
2.7.1.2.	Épaisseur des biofilms.....	33
2.7.2.	Analyse microbiologique des biofilms à base de pectine	33
2.7.2.1.	Préparation des échantillons.....	33
2.7.2.2.	Recherche et dénombrement de la Flore Mésophile Aérobie Totale (FMAT).....	34
2.7.2.3.	Recherche et dénombrement des Levures et Moisissures.....	35

2.7.2.4.	Recherche et dénombrement des Coliformes (totaux et fécaux).....	35
3.	Analyse statistique.....	36
Chapitre II : Résultats et discussions		38
Partie 01 : Caractérisation des pectines extraites de pomme sous différentes conditions de température, pH et temps.....		38
1.	Propriétés physicochimiques de pectine.....	38
1.1.1.	Rendement d'extraction.....	38
1.1.2.	Degré d'estérification	40
1.1.3.	Teneur en Méthoxy (MeO) (%).....	41
1.1.4.	Teneur en cendre	43
1.1.5.	Couleur des pectines	44
2.	Propriétés fonctionnelles de pectine	47
2.1.1.	Capacité de rétention d'eau (CRE).....	47
2.1.2.	Capacité de rétention d'huile (CRH).....	48
2.1.3.	Solubilité de pectine	49
3.	Optimisation par plan d'expériences de l'extraction de pectine.....	51
3.1.1.	Ajustement du modèle	51
3.1.2.	Conditions optimales d'extraction de pectine	54
Partie 02 : Caractérisation des biofilms préparés à base des pectines extraites		56
1.	Propriétés physicochimiques	56
1.1.	Teneur en eau des biofilms préparés	56
1.2.	Épaisseur des biofilms obtenus.....	57
1.3.	Morphologie de surface et couleur	58
1.3.1.	Apparence des biofilms	58
1.3.2.	Analyse de surface et couleur	58
2.	Analyses microbiologiques.....	60
Conclusion générale		62

Références bibliographiques63

Annexes80

Résumé

Les pectines sont des polysaccharides complexes présents dans les parois cellulaires des végétaux, particulièrement abondantes dans les fruits comme la pomme. Cette étude vise à optimiser l'extraction des pectines à partir de la variété *Golden Delicious* en utilisant un procédé acide à base de HCl (0.1 M), puis à les valoriser pour la fabrication de biofilms biodégradables. L'optimisation repose sur la variation de trois paramètres : le pH (1.5 ; 2.5 ; 3.5), la température (70 ; 80 ; 90 °C) et la durée d'extraction (70 ; 80 ; 90 minutes). Les résultats montrent qu'un rendement optimal de 8.43 % est obtenu à pH 1.5 avec une faible teneur en cendres (0.73 %). Une meilleure estérification (67.01 %) et une forte méthylation (21.18 %) sont atteintes à 90 °C, pH 3.5 pendant 70 minutes. Les pectines présentent également de bonnes capacités d'absorption d'eau (4.08-10.08 g/g) et d'huile (1.5-4.68 g/g). Les biofilms obtenus sont fins (0.072–0.089 mm), faiblement humides (8.9 à 14.0 %) et dotés d'une bonne texture. Sur le plan microbiologique, ils sont exempts de coliformes totaux et fécaux et montrent une faible charge microbienne ($<10^2$ à 3×10^2 UFC/g) en FTAM, moisissures et levures. L'utilisation d'acide citrique dans la formulation, combinée aux pectines extraites en conditions acides, a renforcé les propriétés antimicrobiennes des films. Ces biofilms biodégradables offrent ainsi une alternative écologique et fonctionnelle aux emballages plastiques dans l'industrie agroalimentaire.

Mots-clés : Pectine, pomme, extraction, optimisation, biofilm.

Abstract:

Pectins are complex polysaccharides found in the cell walls of plants and are particularly abundant in fruits such as apples. This study aims to optimize the extraction of pectins from the *Golden Delicious* variety using an acid-based process with hydrochloric acid (HCl, 0.1 M), and to valorize them for the production of biodegradable biofilms. Optimization was carried out by varying three parameters: pH (1.5; 2.5; 3.5), temperature (70; 80; 90 °C), and extraction time (70; 80; 90 minutes). The results showed an optimal pectin yield of 8.43% at pH 1.5, with a low ash content (0.73%). A higher degree of esterification (67.01%) and strong methylation (21.18%) were achieved at 90 °C, pH 3.5 for 70 minutes. The pectins also showed good water (4.08-10.08 g/g) and oil (1.5-4.68 g/g) absorption capacities. The resulting biofilms were thin (0.072-0.089 mm), low in moisture (8.9 to 14.0%), and exhibited a good texture. Microbiologically, they were free of total and fecal coliforms and showed a very low microbial load (10^2 to

Keywords: Pectin, apple, extraction, optimization, biofilm.

المخلص

البكتينات هي سكريات متعددة معقدة توجد في جدران الخلايا النباتية، وتكون وفيرة بشكل خاص في الفواكه مثل التفاح. تهدف هذه الدراسة إلى تحسين استخلاص البكتين من صنف *Golden Delicious* باستخدام طريقة حمضية تعتمد على حمض الهيدروكلوريك (0.1 مول/لتر)، ثم تثمينه في تصنيع أغشية حيوية قابلة للتحلل.

تمت عملية التحسين من خلال تغيير ثلاثة عوامل: درجة الحموضة (1.5؛ 2.5؛ 3.5)، درجة الحرارة (70؛ 80؛ 90 درجة مئوية)، ومدة الاستخلاص (70؛ 80؛ 90 دقيقة). أظهرت النتائج أن أعلى مردود للبكتين (8.43%) تحقق عند pH 1.5 مع نسبة رماد منخفضة (0.73%). كما سُجلت أفضل نسبة أستر (67.01%) ودرجة مثيلة عالية (21.18%) عند 90 درجة مئوية و pH 3.5 لمدة 70 دقيقة.

أظهرت البكتينات قدرة جيدة على امتصاص الماء (4.08-10.08 غ/غ) والزيت (1.5-4.68 غ/غ). وكانت الأغشية الحيوية المحضرة رقيقة (0.072-0.089 مم)، قليلة الرطوبة (8.9 إلى 14.0%) ومتجانسة في القوام. من الناحية الميكروبيولوجية، كانت خالية من الكوليفورم الكلية والبرازية، وسجلت حمولة ميكروبية منخفضة جداً (>math>10^2</math> إلى

عزّزت إضافة حمض الستريك إلى التركيبة، مع استخدام البكتينات المستخلصة تحت ظروف حمضية، الخصائص المضادة للميكروبات في الأغشية. وبالتالي، تمثل هذه الأغشية الحيوية القابلة للتحلل بديلاً بيئياً ووظيفياً واعداً للتغليف البلاستيكي في الصناعات الغذائية.

الكلمات المفتاحية: بكتين، تفاح، استخلاص، تحسين، غشاء حيوي.

Introduction

Introduction

La pectine est un polysaccharide naturel localisé dans la paroi cellulaire des plantes, où elle joue un rôle fondamental dans le maintien de la structure et de la cohésion des tissus végétaux. Constituée majoritairement d'acide D-galacturonique, elle peut être partiellement estérifiée par des groupements méthyle et acétyle, des modifications qui influencent ses propriétés physico-chimiques et fonctionnelles (**Wang et al., 2021**). Sa structure ramifiée, enrichie en sucres neutres via ses chaînes latérales, lui confère des capacités technologiques diverses, adaptées à de nombreuses applications industrielles (**Santos et al., 2020**).

Parmi les sources végétales, les fruits, en particulier les agrumes et les pommes, constituent les principales matières premières utilisées pour l'extraction industrielle de la pectine. En Algérie, la culture de la pomme représente une filière stratégique, avec une production nationale atteignant 566 824 tonnes en 2020 et un rendement moyen de 17.16 t/ha (**FAOSTAT, 2025**). Cette disponibilité abondante en fait une ressource de choix pour une valorisation locale dans le cadre d'une économie circulaire. La variété '*Golden Delicious*' se distingue notamment par sa richesse en pectine, principalement localisée dans la peau, ce qui en fait une matière première idéale pour une extraction ciblée à des fins technologiques (**Voragen et al., 2009**).

Au-delà de ses effets bénéfiques sur la santé, tels que la régulation de la glycémie, du cholestérol et le maintien d'un microbiote intestinal équilibré, la pectine est également appréciée pour ses propriétés fonctionnelles. En tant que gélifiant naturel, épaississant et stabilisant, elle joue un rôle essentiel dans divers secteurs industriels, allant de l'agroalimentaire à la pharmacie, en passant par les cosmétiques et les matériaux biosourcés (**Willats et al., 2006 ; Mesbahi et al., 2005**). Cependant, ses performances technologiques dépendent fortement de l'origine botanique de la matière première ainsi que des conditions d'extraction, qui influencent directement sa composition chimique et ses propriétés (**Spinei et Oroian, 2023**).

Dans le contexte actuel de transition vers des matériaux durables, la pectine suscite un intérêt croissant pour la fabrication de films biodégradables. Ces biofilms, reconnus pour leur innocuité, leur compatibilité biologique et parfois leurs propriétés antimicrobiennes, représentent une solution prometteuse pour remplacer les emballages plastiques conventionnels. Ils participent également à la

conservation des denrées alimentaires en réduisant le recours aux additifs chimiques (**Cerqueira et al., 2010**).

C'est dans ce cadre que s'inscrit le présent travail, qui vise à optimiser les conditions d'extraction de la pectine à partir de pommes afin d'obtenir un biopolymère de qualité, destiné à la formulation de films biodégradables pour des applications dans l'industrie agroalimentaire.

Ce document est structuré en deux grandes parties :

- **La première partie**, consacrée à la *revue bibliographique*, comprend deux chapitres. Le premier aborde les caractéristiques fondamentales de la pectine, incluant sa structure, ses propriétés, ses usages industriels et les méthodes d'extraction. Le second chapitre porte sur la méthode de la surface de réponse (RSM), utilisée pour l'optimisation expérimentale ;
- **La deuxième partie**, centrée sur *l'étude expérimentale*, comporte également deux chapitres. Le premier détaille le matériel utilisé, les paramètres étudiés et les méthodes analytiques adoptées. Le second présente les résultats obtenus, accompagnés d'analyses statistiques et d'interprétations.

L'ensemble se conclut par une synthèse générale des résultats ainsi que des perspectives de recherche futures.

Partie bibliographique

Chapitre I : Généralités sur les pectines

1. Définition de pectine

Les pectines sont des polysaccharides complexes dérivés de plantes supérieures. Leur dénomination provient du terme grec « *pektikos* » qui signifie « se congeler » ou « se solidifier ». C'est une fibre hydrosoluble faite de polysaccharides acides qui présente un squelette de galactosaldéhyde (**Linares-Garcia et al. 2015**). Elle est principalement constituée d'acide D-galacturonique et de sucres neutres comme le L-rhamnose, le L-arabinose et le D-galactose (**Yapo et al., 2007**). Ces composés comprennent quatre branches distinctes : l'homogalacturonane, le rhamnogalacturonane-I, le rhamnogalacturonane-II et le xylogalacturonane (**Costa et al., 2025**). Grâce à ses capacités d'épaississement, de gélification et d'émulsification, la pectine trouve une large application dans le secteur alimentaire et dans divers domaines biomédicaux... Selon **Roman-Benn et al. (2023)**, elle est employée dans la préparation de confitures, de gelées, d'aliments congelés, mais également récemment dans les aliments allégés en tant que substitut au sucre ou aux matières grasses.

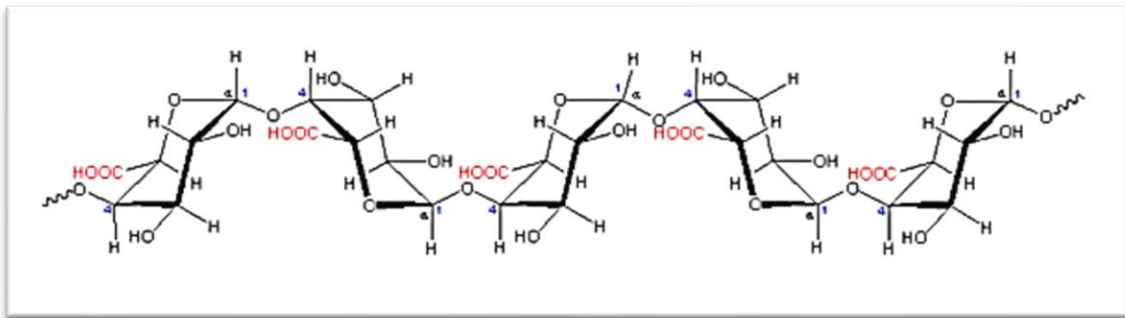


Figure 01 : Structure de la pectine (Tilly, 2010).

2. Structure de pectine

La structure de la pectine est variée ; elle contient jusqu'à 17 monosaccharides distincts et plus de 20 sortes de liaisons (**Voragen et al., 2009**). La chaîne de pectine est formée d'unités d'acide D-galacturonique (D-galA) associées par des liaisons glycosidiques α (1-4), et elle comprend deux structures fondamentales : une zone « lisse » et une zone « poilue ». La région « lisse » (homogalacturonane) est un polymère linéaire composé de résidus d'acide galacturonique reliés par des liaisons α -(1-4), auxquels sont substitués des résidus méthyle et acétyle. La zone « poilue » est

une structure complexe renfermant du xylogalacturonane, du rhamnogalacturonane I (RGI) et II (RGII) (Figure 06). La composition chimique des pectines peut varier en fonction de la source et du procédé d'extraction (**Bonnin et al., 2014**).

Les pectines peuvent être réparties en différentes grandes familles (**Srivastava et al., 2017 ; Boubsi, 2019**) :

✓ **Les galacturonanes**

Incluant les homogalacturonanes formés d'une série de molécules d'acide galacturonique liées en α -1,4 et les xylogalacturonanes qui intègrent des molécules de xylose sur la chaîne linéaire de l'acide galacturonique. Il s'agit des principaux éléments pectiques que l'on trouve dans les parois cellulaires des plantes, dont la concentration peut monter jusqu'à 60% de la totalité du contenu en pectines (**Caffall et Mohnen, 2009**). Selon **Voragen et al. (2009)**, les groupements carboxyles présents dans les galacturonanes peuvent être méthyl-estérifiés au niveau du C6 ou acétylés au niveau de l'O2/3 ;

✓ **Le Homogalacturonane (HG)**

Constitue la forme dominante de pectine dans les parois cellulaires, constituant environ 60 % du quantité total de pectine. Le HG polymère est formé d'une chaîne de résidus de GalA reliés par des liaisons α -1-4. Il est possible d'estérifier les GalA de cette colonne vertébrale par méthylation à C-6 et/ou par O-acétylation à O-2 et/ou O-3 (**Ishii, 1995 ; Yilmaz-Turan et al., 2023**).

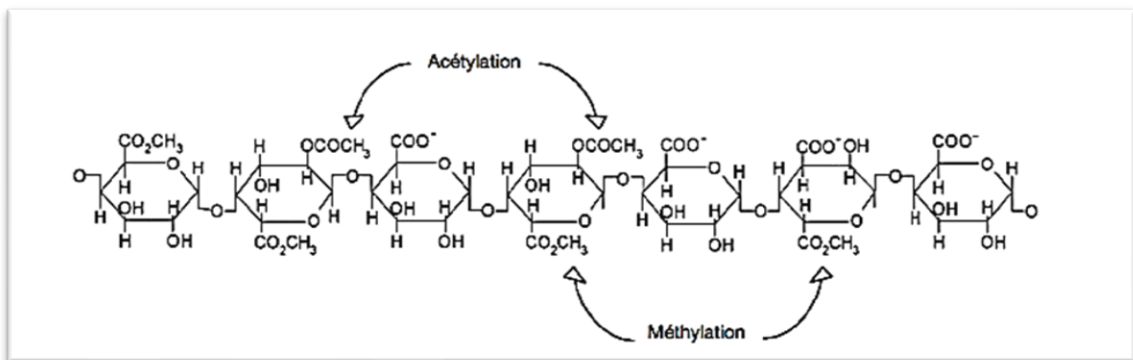


Figure 02 : Structure primaire d'un homogalacturonane (**Sebaoui, 2018**).

✓ **Les Rhamnogalacturonanes**

Il existe deux formes de rhamnogalacturonane : le rhamnogalacturonane de type I (RG-I) et celui de type II (RG-II) (**Ben Chabane, 2013**).

- **Les Rhamnogalacturonanes I**

Composés d'un squelette constitué de résidus d'acide galacturonique et de rhamnose. Des galactosyls et/ou des arabinosyls, considérés comme des sucres neutres, sont attachés aux résidus de rhamnose en position O4 (**Srivastava et al., 2017 ; Boubsi, F. 2019**). Il est également possible qu'il y ait des substitutions polymériques d'arabinane ou d'arabinogalactane (**Voragen et al., 2009**).

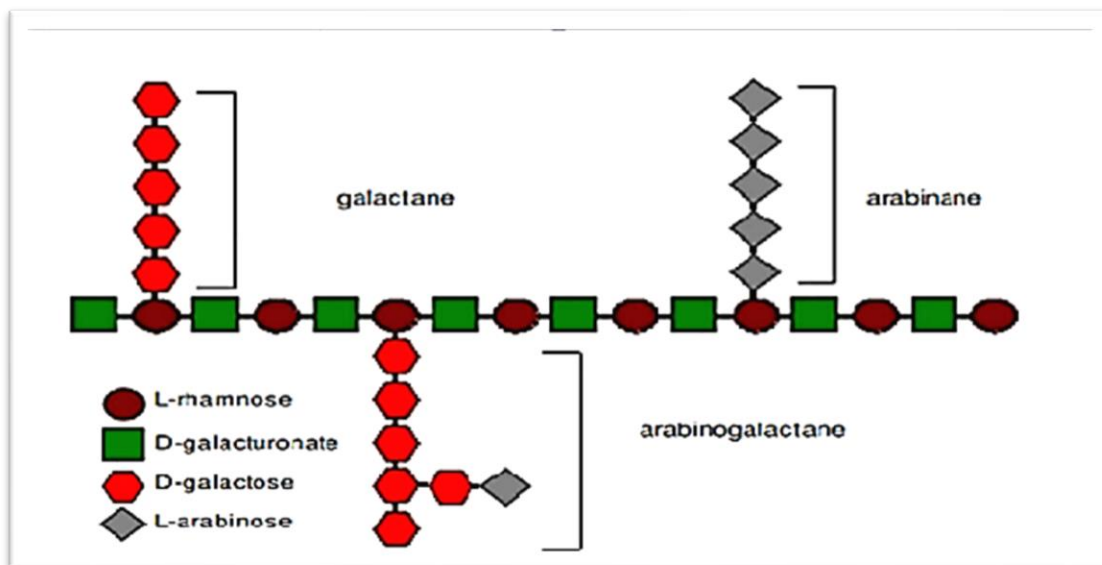


Figure 03 : Structure de rhamnogalacturonane I (RG-I) (**Øbro et al., 2004**).

- **Les rhamnogalacturonanes II**

Composés d'un squelette constitué de résidus d'acide galacturonique, enrichi de jusqu'à onze résidus sucrés distincts. Ils ont la capacité de créer des dimères avec d'autres rhamnogalacturonanes II grâce à la création de liaisons diesters borate entre les résidus apiofuranose, renforçant ainsi la solidité de la paroi cellulaire (**Chormova et al., 2014**).

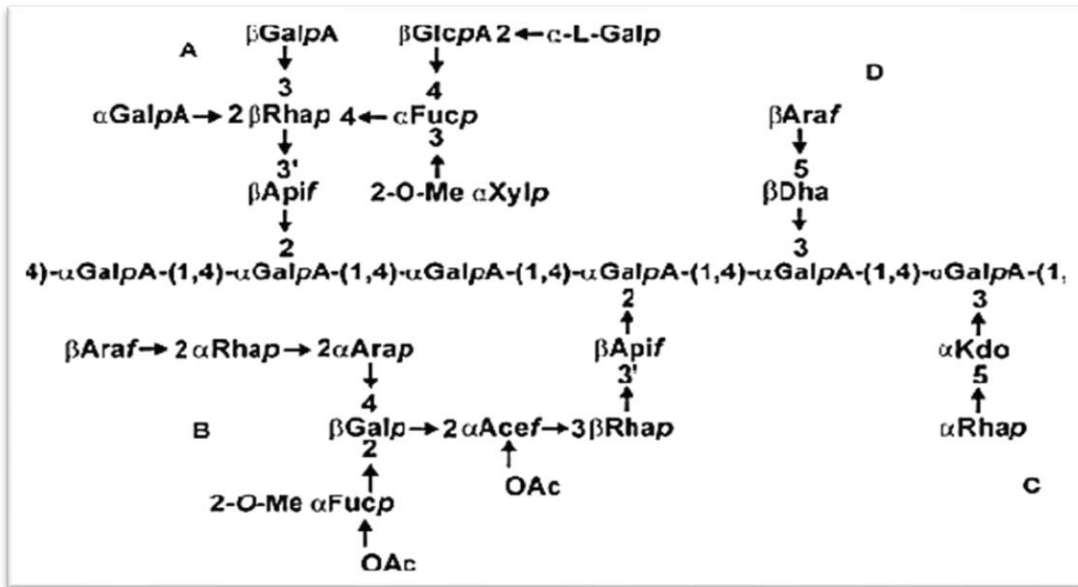


Figure 04 : Structure du rhamnogalacturonane II (RG-II) (Sebaoui, 2018)(A : Chaîne latérale complexe riche en galactose (Galp), xylose (Xylp), apiose (Apif), fucose (Fucp) ; B : Chaîne latérale complexe contient de galactose (Galp), Rhamnose (Rhap), acétyl fucose (Acef) et Acétyl esters (OAc) ; C : chaîne latérale simple comprend Keto-déoxy-octulosonate (Kdo), Rhamnose (Rhap) ; D : courte chaîne latérale composé de Arabinofuranose (Araf), Acido 3-désoxy D mano-octosonique (Dha)).

✓ Xylogalacturonane

Il est également possible de substituer les homogalacturonanes par des unités simples de β -D xylose attachées au C-3 des acides galacturoniques. On désigne ces zones sous le nom de xylogalacturonanes (Sebaoui, 2018).

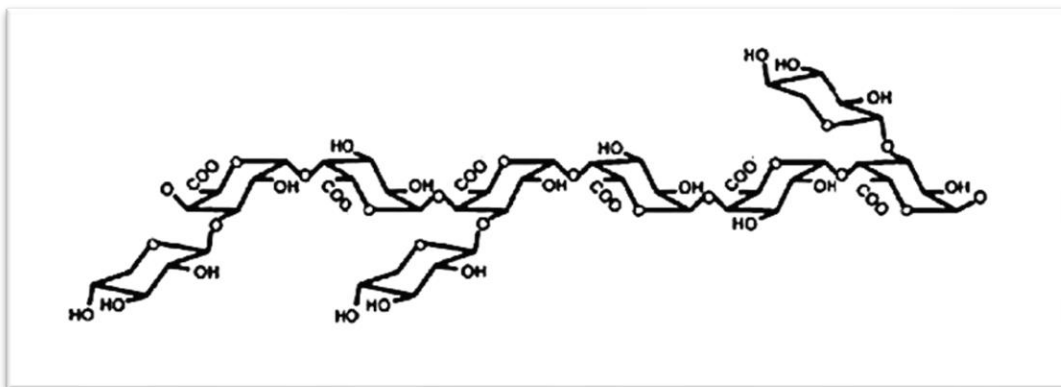


Figure 05 : Structure de Xylogalacturonane (Wong, 2008).

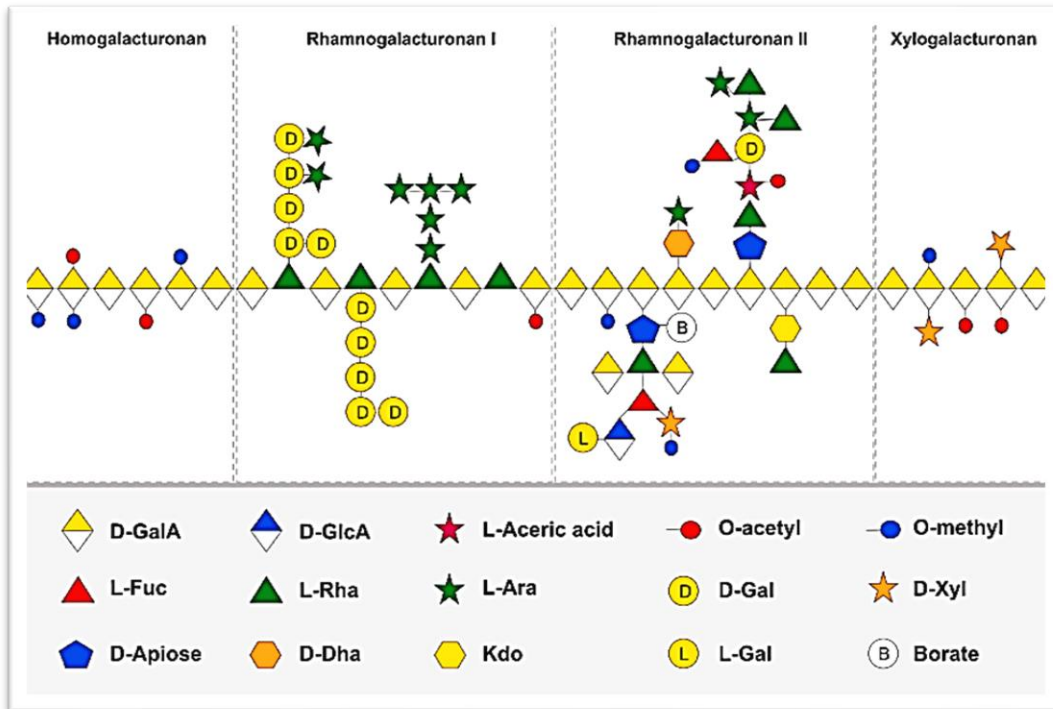


Figure 06 : Structure moléculaire de pectine (Yilmaz-Turan *et al.*, 2023).

3. Source de pectine

Les pectines sont présentes dans les parois cellulaires des végétaux. Leur teneur dépend fortement de l'espèce botanique, des conditions de culture et du stade de croissance (Mouawad, 2007). Elles sont particulièrement concentrées dans les agrumes et les pommes, tandis que leurs propriétés de gélification varient selon leur origine végétale (Huynh, 2016).

4. Propriété de méthylation des pectines

Les groupes carboxyles des acides galacturoniques peuvent être partiellement ou totalement estérifiés par le méthanol. Le **degré de méthylation (DM)** correspond au pourcentage de groupements carboxyles méthylés pour 100 unités d'acide galacturonique. Selon leur DM, les pectines sont classées en deux types :

- **Pectines hautement méthylées (HM)**

Plus de 50 % des groupements carboxyles sont estérifiés par le méthanol (DM entre 60-75 %). Ces pectines gélifient en milieu acide (pH 2.5-3.5) en présence de fortes concentrations en sucre (> 55 %) ;

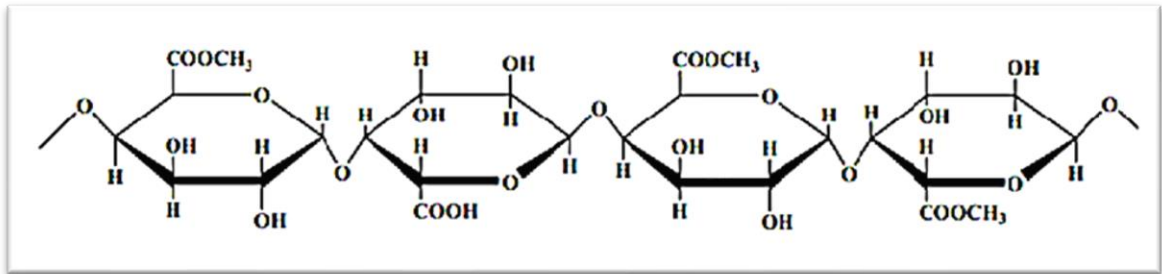


Figure 07 : Pectine hautement méthylée (HM) (Serguschenko *et al.*, 2007).

- **Pectines faiblement méthylées (FM)**

Moins de 50 % des groupements sont estérifiés par le méthanol. Issues d'une déestérification contrôlée des HM, elles gélifient en présence d'ions divalents comme le calcium.

Lors de la déméthylation industrielle en milieu ammoniacal, certains groupements carboxyles peuvent être convertis en amides : on parle alors de **degré d'amidation (DA)** (Ben Chabane, 2013).

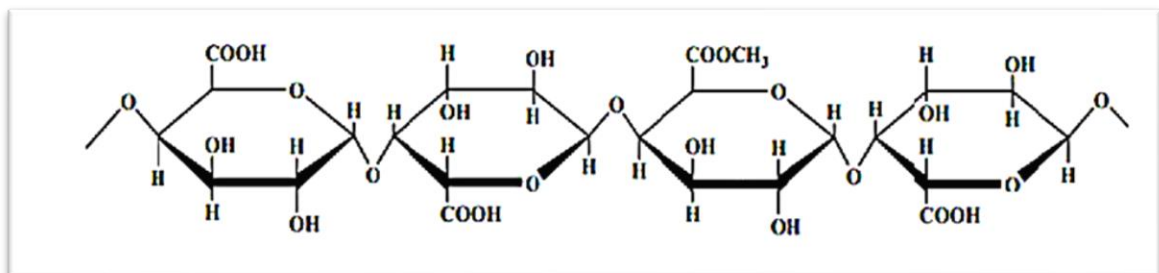


Figure 08 : Pectine faiblement méthylée (FM) (Serguschenko *et al.*, 2007).

5. Propriétés fonctionnelles de la pectine

La diversité des structures chimiques des pectines leur confère des propriétés fonctionnelles variées, influencées par la source végétale et les conditions d'extraction (**Roman-Benn et al., 2023**). La pectine est reconnue pour sa capacité à former des gels en présence d'acide et de sucre, ce qui en fait un ingrédient clé dans les confitures, gelées et autres produits alimentaires (**Khubber et al., 2023 ; Hernandez-Hernandez et al., 2024**).

- **Gélification, stabilisation et émulsification** : Les pectines forment des gels et stabilisent les émulsions, améliorant la texture et la stabilité de produits tels que sauces, produits laitiers et vinaigrettes (**Ben Chabane, 2013 ; Sharma et al., 2021 ; Chandel et al., 2022**) ;
- **Solubilité** : Dépend du pH, de la température, de la nature du solvant, de la concentration en pectine et du degré d'ionisation des groupements carboxyles (**Mouawad, 2007 ; Lopes da Silva et Rao, 2006**) ;
- **Viscosité** : La pectine HM, à fort poids moléculaire, augmente la viscosité sans former de gels, utile notamment dans les boissons fruitées (**Mahé, 2019**) ;

6. Rôle et applications des pectines dans l'industrie alimentaire et autres secteurs

6.1. Dans l'industrie alimentaire

Les pectines sont largement utilisées dans l'industrie alimentaire pour leurs propriétés gélifiantes, épaississantes et stabilisantes (**Oakenfull, 1991 ; Zhang et al., 2015**). Elles entrent dans la fabrication de confitures, gelées et marmelades, et servent également d'agents stabilisants pour les émulsions et les produits laitiers. Leur efficacité dépend de leur degré de méthylation : les pectines HM gélifient en milieu acide/sucré, tandis que les LM nécessitent du calcium (**Garcia-Diez et al., 1996 ; Sriamornsak, 2003**). Les pectines servent également à produire des films comestibles pour l'emballage alimentaire, prolongeant la conservation des fruits et légumes (**Espitia et al., 2014 ; Ma et al., 2020**).

6.2. En nutrition et santé

Les pectines améliorent le transit intestinal et ont un effet prébiotique. Elles réduisent l'absorption du glucose et du cholestérol. Leurs propriétés anti-diarrhéiques et détoxifiantes sont exploitées en pharmacie (**Lara-Espinoza et al., 2018**).

La multifonctionnalité de pectine provient de leur structure moléculaire, combinant zones polaires et non polaires (**Nasrollahzadeh et al., 2021**).

6.3.Applications biomédicales

La pectine est utilisée en ingénierie tissulaire, comme vecteur de médicaments (hydrogels) et dans des pansements cicatrisants (**Munarin et al., 2012 ; Blanco-Pérez et al., 2021**). Ses dérivés montrent des effets antitumoraux et hypocholestérolémiants (**Wicker et al., 2014 ; Palko-Labuz et al., 2021**).

6.4.Pour l'environnement

La pectine chélate les métaux lourds ($Pb^{2+} > Cu^{2+} > Cd^{2+}$), utile pour le traitement des eaux. Cependant, son efficacité varie selon la source et la méthode d'extraction (**Kartel et al., 1999 ; Khotimchenko et al., 2007**).

6.5.Autres applications

- **Cosmétiques** : Épaississant dans les crèmes (**Noreen et al., 2017**) ;
- **Textile** : Adsorbant de colorants (**Nsom et al., 2019**) ;
- **Emballages** : Films biodégradables combinés à des nanoparticules (**Lorevice et al., 2016**) ;
- **Traitement des eaux** : Capture de fluorures (**Raghav et al., 2019**).

La pectine, polyvalente et écologique, répond à des besoins variés, de l'alimentation à la médecine. Ses performances dépendent de sa structure et de son mode d'obtention

7. Méthodes d'extraction de la pectine

Plusieurs techniques permettent d'extraire la pectine à partir de diverses sources. Selon **Zhang et al. (2025)**, des facteurs comme le rapport solide-liquide, la température, la durée d'extraction et la méthode de précipitation influencent le rendement et les propriétés de la pectine (degré d'estérification, poids moléculaire, pureté, etc.). Il n'existe pas de protocole standardisé, les méthodes variant selon les laboratoires.

7.1.Méthodes conventionnelles

L'extraction classique utilise des acides, des bases ou des agents chélatants, souvent avec un rendement variable.

- **Extraction acide**

Elle emploie des acides minéraux (pH 1-3) à 80-100°C pendant 0.5 à 6 heures. Cette méthode dégrade les parois cellulaires pour libérer la pectine, mais son rendement dépend du type d'acide, de la température et de la durée (Cui et al., 2021).

- **Extraction alcaline**

Réalisée avec des solutions basiques (pH 9-13) à 32-80°C, elle offre un rendement légèrement supérieur à celui de l'extraction acide mais produit une pectine de faible poids moléculaire et moins estérifiée (Wandee et al., 2019).

- **Extraction par chélation**

L'extraction par chélation utilise des agents chélatants (comme l'EDTA ou le citrate de sodium) pour isoler la pectine des parois cellulaires végétales. Ces composés se lient aux ions calcium (Ca^{2+}), qui maintiennent la structure rigide de la pectine dans les végétaux. En capturant le calcium, les chélatants solubilisent la pectine, permettant son extraction (Renard et al., 1993 ; Zhang et al., 2020).

7.2. Techniques avancées

Pour pallier les limites des méthodes conventionnelles (temps, solvants, dégradation), des approches innovantes ont été développées.

- **Extraction enzymatique**

Les cellulases ou protéases dégradent les parois végétales sans altérer la pectine, produisant un polymère hautement estérifié et soluble. Bien qu'écologique, cette méthode reste coûteuse et sensible aux conditions opératoires (Ben Chabane, 2013 ; Zhang et al., 2020).

- **Extraction par micro-ondes (MAE)**

Un chauffage rapide (2.45 GHz) réduit le temps d'extraction et la consommation de solvants. Cependant, il peut dégrader la pectine à haute puissance (Fidalgo et al., 2016 ; Roman-Benn et al., 2023).

- **Extraction par ultrasons**

Les ondes ultrasonores (20-40 kHz) améliorent la diffusion du solvant et le rendement, notamment en milieu acide. Combinée au chauffage, cette méthode est plus efficace (Picot-Allain et al., 2022).

- **Extraction par radiofréquence**

Utilisant des fréquences de 10-50 MHz, elle chauffe uniformément les échantillons et produit une pectine de haute qualité (**Zhang et al., 2022**).

- **Extraction par eau subcritique**

L'eau chauffée sous pression (au-delà de 100°C) agit comme un solvant moins polaire, mais peut provoquer des réactions de Maillard et réduire le poids moléculaire de la pectine (**Li et al., 2019**).

- **Méthode au CO₂ sous pression**

Cette technique émergente acidifie l'eau et chélate le calcium naturellement, générant une pectine très estérifiée avec un faible impact environnemental (**Tsuru et al., 2021**).

Chapitre II : Méthodologie de surface de réponse comme outil d'optimisation

1. Définition de l'optimisation

Selon **Goupy et Creighton (2006)**, les plans d'expériences d'optimisations par la méthodologie des surfaces de réponse (**RSM**) permettent, grâce à des modèles mathématiques empiriques, de déterminer une relation d'approximation entre les réponses de sortie et les variables d'entrée pour optimiser les paramètres d'un système, afin d'atteindre des réponses souhaitables.

L'optimisation fait référence à l'amélioration des performances d'un système, d'un processus ou d'un produit afin d'obtenir en tirer le maximum d'avantages.

Dans le passé, l'optimisation était fréquemment utilisée en chimie analytique plus que d'autres domaines. Plus tard, le processus d'optimisation s'est étendu à d'autres domaines scientifiques comme la biologie et la chimie organique. Ce processus vise à découvrir les conditions dans lesquelles appliquer une procédure qui produit la meilleure réponse possible (**Goupy, 2006 ; Bourekoua et al., 2016**).

2. Méthodologie de surface de réponse

2.1. Définition de (RSM)

Une modélisation mathématique basée sur un protocole expérimental statistique permet de s'affranchir de conception à la fois appelée méthodologie de surface de réponse (**RSM**).

La méthodologie de surface de réponse (**RSM**) est un outil utilisé par nombreux chercheurs pour maximiser ou minimiser diverses variables indépendantes afin de prédire la condition optimale et d'atteindre les meilleures performances du système.

Un plan expérimental doit être choisi avant d'appliquer la méthodologie **RSM**. Ces dessins sont générés à l'aide de différentes matrices expérimentales. Habituellement, toutes les données qui peuvent être décrites à l'aide des fonctions peuvent être expliquées à l'aide de plans expérimentaux pour des modèles de premier ordre (par exemple, plans factoriels) (**Bourekoua et al., 2016**).

Il existe différentes conceptions expérimentales pour les surfaces de réponse quadratiques, les plus connues sont plans factoriels à trois niveaux, de *Box-Behnken*, *composite central* et *Doehlert* (**Bourekoua et al., 2016**).

2.2. Définition de certains termes

- ✓ **Facteurs** sont des grandeurs supposées influencer sur les variations des réponses.
- ✓ **Réponse** est généralement notée Y . C'est une manifestation mesurable que l'on observe lorsqu'on fait varier les facteurs étudiés.
- ✓ **Espace expérimental** est définie par un repère cartésien à deux ou plusieurs dimensions, cet espace comprend tous les points du plan (facteur 1 \times facteur 2). S'il y a un troisième facteur, il est représenté aussi par un axe orienté et gradué, et positionné perpendiculairement aux deux premiers.
- ✓ **Domaine du facteur** appelé aussi le domaine de variation du facteur est constitué de toutes les valeurs comprises entre le niveau bas et le niveau haut.
- ✓ **Point expérimental** est obtenu par l'intersection de deux niveaux (X_1, X_2) dans un espace expérimental.
- ✓ **Domaine d'étude** est défini comme étant l'espace où tous les points expérimentaux se regroupent, ce domaine d'étude est délimité par les niveaux bas et haut de chaque facteur (Goupy, 2006).

2.3. Étapes pour l'application RSM

La méthodologie de surface de réponse a été développée par *Box* et ses collaborateurs dans les années 50. L'objectif de RSM basé sur l'adéquation des modèles empiriques avec les données expérimentales obtenues en relation à la conception expérimentale. Par conséquent, des fonctions polynomiales linéaires ou quadratiques sont utilisées pour décrire le système étudié et par conséquent, d'explorer les conditions expérimentales jusqu'à son optimisation, peut se faire à travers six étapes importantes dans l'application du **RSM (Goupy et Creighton, 2006)**.

- **Étape 1** : grâce à des études de dépistage, des variables indépendantes des effets majeurs tels que la température et le pourcentage de poudre de la pomme sont choisis et la délimitation de la région expérimentale, selon l'objectif de l'étude et l'expérience sont fixés.
- **Étape 2** : une matrice expérimentale doit être choisie et les expériences sont menées en fonction de la matrice sélectionnée.
- **Étape 3** : le traitement mathématico-statistique des données expérimentales obtenues à travers le fit d'une fonction polynomiale. Cela pourrait être fait en utilisant différentes méthodes et équations statistiques.

- **Étape 4** : l'évaluation de l'aptitude du modèle. En comparant différents paramètres tels que les valeurs de pure erreur (**P**) et les valeurs de variance de Fisher (**F**).
- **Étape 5** : la vérification de la nécessité et la possibilité d'effectuer un déplacement dans direction de la région optimale. Cela pourrait se faire en analysant la surface résultante.
- **Étape 6** : l'obtention des valeurs optimales pour chaque variable étudiée. Pour les modèles du second degré, le point critique peut être caractérisé comme maximum, minimum, ou central. Le point critique est calculé par la résolution de la première dérivée de la fonction mathématique qui décrit la surface de réponse et elle équivaut à zéro (**Goupy et Creighton, 2006 ; Simurina et al., 2012**).

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériel et méthodes

L'objectif principal de ce travail est d'optimiser les conditions d'extraction de la pectine à partir de la pomme (*Golden Delicious*). Ce fruit a été retenu en raison de sa large disponibilité en Algérie. En 2020, la production nationale de pommes a atteint 566 824 tonnes, avec un rendement moyen de 17.16 t/ha (FAOSTAT, 2025). Cette biomasse abondante et représente une ressource locale stratégique, particulièrement adaptée à une démarche de valorisation durable et d'économie circulaire.

La variété de pomme '*Golden Delicious*' est particulièrement riche en pectine, notamment dans sa peau, ce qui en fait une excellente source pour l'extraction (Thakur et al., 1997 ; Voragen et al., 2009). De plus, sa composition chimique stable et sa disponibilité en font un choix privilégié pour des applications technologiques.

Afin de déterminer les conditions optimales d'extraction de pectine, plusieurs essais expérimentaux ont été réalisés en faisant varier trois paramètres clés : le pH du solvant, la température, et le temps d'extraction. L'objectif était d'obtenir un rendement maximal en pectine tout en améliorant ses propriétés, en vue d'une application dans l'industrie agroalimentaire.

Dans une seconde phase, la pectine extraite a été utilisée pour la préparation d'un film biodégradable, ne présentant aucun effet néfaste pour la santé ni pour l'environnement. Certaines propriétés physico-chimiques et microbiologiques de ce matériau ont ensuite été évaluées.

1. Matériel

La réalisation de ce travail a nécessité l'utilisation de :

1.1. Matériel biologique (végétale)

La matière première utilisée dans cette étude est la pomme de variété *Golden Delicious*, appartenant à la famille des *Rosaceae*. Ces fruits ont été récoltés entre la mi-Septembre et le début du mois d'Octobre, période correspondant à leur pleine maturité, puis commercialisés sur le marché local de la wilaya de Batna. Les principales caractéristiques de cette variété sont présentées dans le tableau 01.

Tableau 01 : Propriétés physico-chimiques et composition nutritionnelle de la pomme (*Golden Delicious*) d'Aurès (Ameur et Heleili, 2022).

Paramètre	Valeur	Unité / Remarques
Origine	Région des Aurès (Batna)	Algérie
Teneur en sucres (°Brix)	12 -15	°Brix (extrait sec soluble)
Acidité totale	4 - 6	g/L (acide malique)
pH	~3.3 - 3.8	-
Apparence	Jaune dorée, brillante	-
Eau	85.5	g/100 g
Glucides totaux	11.7	g/100 g (principalement fructose, glucose)
Fibres alimentaires	2.5	g/100 g
Protéines	0.3	g/100 g
Lipides	0.1	g/100 g
Vitamine C	23	mg/100 g
Polyphénols totaux	~14.27	mg/100 g
Flavonoïdes	~16.83	mg/100 g
Potassium (K)	110	mg/100 g
Calcium (Ca)	6	mg/100 g
Phosphore (P)	11	mg/100 g
Magnésium (Mg)	5	mg/100 g
Fer (Fe)	0.12	mg/100 g
Zinc (Zn)	0.05	mg/100 g
Cuivre (Cu)	0.03	mg/100 g
Manganèse (Mn)	0.04	mg/100 g
Vit. B1 (thiamine)	0.02	mg/100 g

Vit. B2 (riboflavine)	0.03	mg/100 g
Vit. B3 (niacine)	0.1	mg/100 g
Vit. B6	0.05	mg/100 g
Vit. B9 (folates)	3	µg/100 g
Vit. E	0.18	mg/100 g
Vit. K1	2.2	µg/100 g



Figure 09 : La Pomme (*Golden Delicious*) utilisée dans cette étude.

1.2. Matériel non biologique

Les matériels de laboratoire utilisés pour l'extraction de la pectine et la préparation des films sont répertoriés dans les annexes.

2. Méthodes

2.1. Préparation de matière première

Les pommes ont été soumises aux opérations suivantes :

- Lavage : les pommes sont lavées à l'eau du robinet afin d'éliminer les saletés, impuretés et poussières ;
- Élimination des déchets : les pédoncules et les pépins sont retirés et les pommes sont découpées en petits morceaux à l'aide d'un couteau ;
- Séchage : les morceaux sont séchés dans une étuve (marque *Memmert*) à une température de 45 ± 2 °C pendant 2 à 3 jours ;
- Broyage : les échantillons secs sont broyés à l'aide d'un broyeur afin d'obtenir une poudre fine de pomme (figure 10) ;
- Conservation : la poudre de pomme est conservée à une température de 4 °C jusqu'à utilisation, afin d'éviter toute altération.



Figure 10 : Poudre de pomme séchée.

2.2.Optimisation de l'extraction de la pectine

L'extraction des pectines à partir de la poudre de pomme a été réalisée en milieu acide chauffé, selon le protocole décrit par **Kratchanova et al. (2004)**, avec des modifications apportées aux paramètres suivants : pH, durée et température d'extraction.

Le pH est ajusté à l'aide d'un pH-mètre, préalablement étalonné avec des solutions tampons basiques, neutres et acides à 25 °C.

L'extraction est effectuée sous reflux, dans un ballon Bicol de 500 mL contenant 15 g de poudre de pomme et 300 mL d'eau distillée acidifiée (pH 1.5, 2.5 ou 3.5) avec du HCl (0.1 M). Le système est immergé dans un cristalliseur rempli d'huile végétale (bon conducteur thermique) et chauffé à une température précise, sous agitation continue à l'aide d'un agitateur magnétique. Un thermomètre est introduit dans le mélange pour contrôler la température (70, 80 et 90 °C) pendant toute la durée de l'extraction (70, 80 et 90 minutes) (**Abu Sayed et al., 2022**).



Figure 11 : Montage à reflux utilisé pour l'extraction de la pectine.

2.2.1. Filtration

La solution est filtrée à l'aide de papier filtre afin de séparer le filtrat du résidu végétal (figure 12). Le filtrat est ensuite laissé à refroidir pour éviter toute dégradation de la pectine (figure 13).

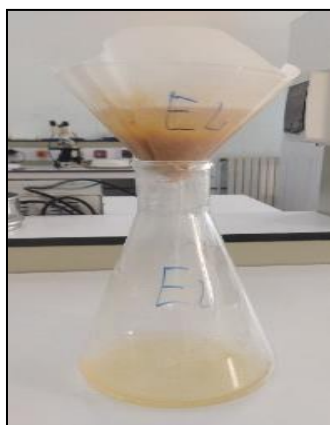


Figure 12 : Étape de filtration.

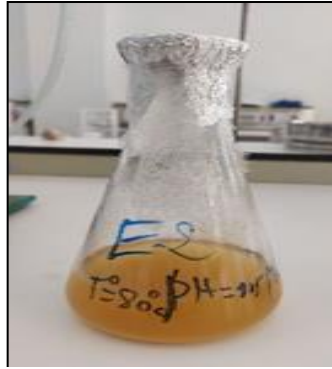


Figure 13 : Filtrat après refroidissement.

Une précipitation de la pectine est provoquée par l'ajout de deux volumes d'éthanol absolu (4 °C) au filtrat. Le mélange est ensuite laissé au repos pour permettre la formation de la pectine.

2.2.2. Centrifugation

La pectine précipitée apparaît sous forme d'un gel ou de filaments blancs. Elle est récupérée par centrifugation à 4000 tr/min pendant 30 à 40 minutes (figure 14).

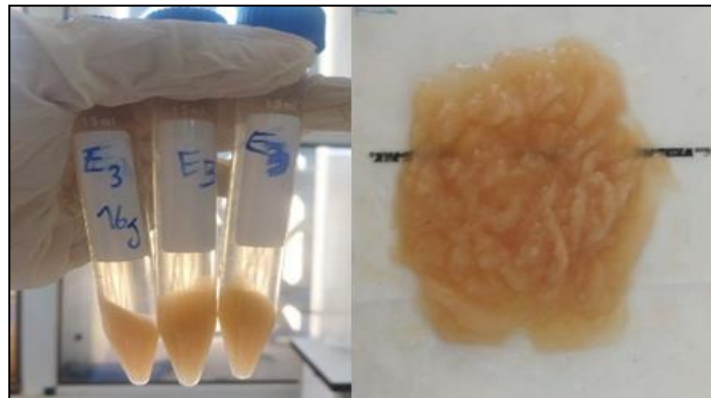


Figure 14 : Pectine humide après centrifugation.

2.2.3. Séchage

La pectine humide est étalée sur des sachets en plastique (ou bien papier filme) et placée dans une étuve à 45 ± 2 °C pendant 24 heures pour éliminer l'éthanol résiduel.

Une fois sèche, la pectine est pesée à l'aide d'une balance de précision afin de déterminer le rendement d'extraction (figures 15 et 16).



Figure 15 : Séchage de la pectine dans l'étuve.



Figure 16 : Pectine sèche prête à l'emploi.

2.3.Caractérisations physicochimiques des pectines obtenues

2.3.1. Rendement d'extraction de pectine

Le rendement d'extraction de la pectine est calculé selon la formule suivante :

$$\mathbf{R(\%)} = \frac{m_1}{m_2} \cdot 100$$

Où :

m₁ : Masse de la pectine sèche obtenue (en gramme).

m₂ : Masse initiale de la poudre de pomme utilisée.

La pectine extraite est ensuite conservée au réfrigérateur (à 4 °C) en vue de l'analyse de ses propriétés physico-chimiques.

2.3.2. Degré d'estérification

✓ Principe

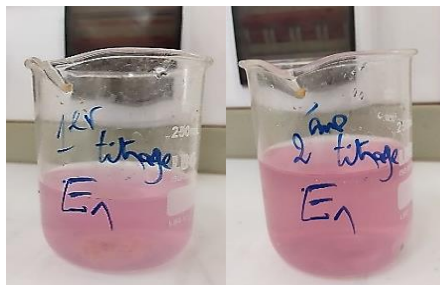
Le degré d'estérification est déterminé par titrage. Ce paramètre est essentiel pour caractériser le type de pectine (hautement ou faiblement méthylée) et pour prévoir ses propriétés fonctionnelles, notamment ses capacités de rétention d'eau et de gélification (Bochek et al., 2001).

✓ Mode opératoire

- On commence par peser 0.2 g de pectine, que l'on humidifie avec 5 ml d'éthanol. Ensuite, 20 ml d'eau distillée sont ajoutés pour préparer une solution mère, laquelle est agitée pendant deux heures jusqu'à dissolution complète de la pectine ;
- Une solution fille est ensuite préparée en diluant 10 ml de la solution mère avec de l'eau distillée jusqu'à 100 ml (dilution au dixième) ;
- Le titrage est réalisé à l'aide d'une solution de NaOH (0.1 M) en présence de 6 à 10 gouttes de phénolphtaléine. Le titrage s'arrête lorsque la solution vire au rose pâle : on note alors le volume de soude utilisé (V_1) (figure 18) ;
- Ensuite, 20 ml de NaOH (0.1 M) sont ajoutés sous agitation, puis le mélange est laissé au repos pendant 15 minutes. De l'HCl (0.1 M) est ajouté jusqu'à décoloration complète (disparition du rose). Un second titrage est alors effectué avec la même solution de NaOH (0.1 M) jusqu'à l'apparition d'une légère coloration rose : le volume consommé est noté V_2 (Bochek et al., 2001).



Figure 17 : Montage de titrage pour la détermination du degré d'estérification.



A

B

Figure 18 : Virage de couleur de la solution de pectine lors du 1^{er} titrage (A) et du 2^{ème} titrage (B).

Le (DE%) est calculé par la formule suivante :

$$DE (\%) = \frac{V_2}{(V_1 + V_2)} \cdot 100$$

Où :

V₁ : Volume initial de NaOH utilisé lors du premier titrage.

V₂ : Volume de NaOH utilisé lors du deuxième titrage.

2.3.3. Degré de méthoxy (MeO)

La teneur en groupes méthoxy est directement liée au degré d'estérification (DE) de la pectine. Elle correspond à la quantité de groupements méthyles ($-OCH_3$) estérifiant les acides galacturoniques dans la chaîne de la pectine (**Bochek et al., 2001 ; Rahman et al., 2023**).

Le pourcentage de méthoxy (%MeO) peut être calculé à partir du degré d'estérification selon l'équation suivante :

$$\text{MeO (\%)} = \frac{100 \times DE \times 31}{176 + (DE \times 14)}$$

Où :

DE : degré d'estérification (%) ;

31 : masse molaire d'un groupe méthoxy (g/mol) ;

176 : masse molaire de l'unité répétitive d'acide galacturonique (g/mol) ;

14 : masse molaire supplémentaire d'un groupe méthyle dans l'unité estérifiée (CH_2).

2.3.4. Teneur en cendres

✓ Principe

La teneur en cendres correspond à la fraction minérale résiduelle après la combustion complète de la matière organique d'un échantillon (**Djabla et al., 2024**). Lors de ce processus, la matière organique est détruite par incinération, laissant un résidu minéral sous forme de cendres blanchâtres (**Kourou et Idris, 2024**).

✓ Mode opératoire

- Les creusets sont d'abord pesés à vide afin de déterminer leur masse initiale (M_c) ;
- Une masse de 0.2 g de pectine est ensuite introduite avec précaution dans chaque creuset (M_i) ;
- Les creusets sont placés dans un four à moufle (Figure 19) préchauffé à 500 °C et y sont maintenus pendant 6 heures ;

- Après incinération, les creusets sont sortis du four, refroidis dans un dessiccateur, puis pesés afin de déterminer la masse finale (M_f) (Djabla et al., 2024 ; Kourou et Idris, 2024) (Figures 20).



Figure 19 : Four à moufle.

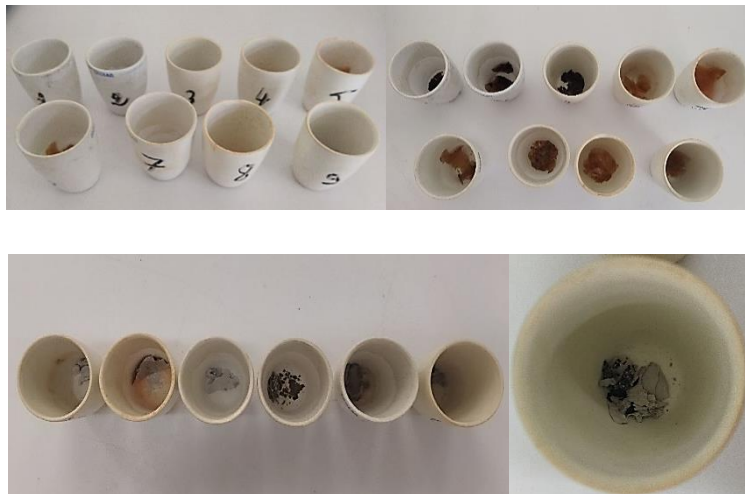


Figure 20 : Creusets contenant la pectine avant et après incinération.

La teneur en cendres est déterminée à l'aide de l'équation suivante :

$$\text{Teneur en cendres (\%)} = \frac{M_f - M_c}{M_i} \cdot 100$$

Avec :

M_f : masse finale du creuset + cendres (g) ;

M_c : masse du creuset vide (g) ;

M_i : masse initiale de l'échantillon (g).

2.4. Propriétés fonctionnelles des pectines

2.4.1. Capacité de rétention d'eau (CRE) et d'huile (CRH)

✓ Principe

La capacité de rétention d'eau ou d'huile par la pectine est liée à sa structure en réseau tridimensionnel. Cette configuration permet à la pectine, lorsqu'elle est hydratée ou mélangée à de l'huile, de piéger une quantité importante de liquide dans ses mailles internes (Wongkaew *et al.*, 2020 ; Mada *et al.*, 2022).

✓ Mode opératoire

- Peser les tubes à centrifuger vides ;
- Introduire 0.1 g de pectine sèche dans chaque tube ;
- Ajouter 2.5 mL d'eau distillée ou d'huile, selon le test souhaité ;
- Homogénéiser doucement le mélange à la main ou à l'aide d'un vortex ;
- Laisser reposer à température ambiante pendant 1 heure afin de permettre l'absorption maximale du liquide ;
- Centrifuger les tubes à 3000 tr pendant 15 minutes ;
- Éliminer soigneusement le surnageant (eau ou huile) ;
- Peser le gel formé.

La capacité de rétention d'eau (CRE) ou d'huile (CRH) est calculée selon la formule suivante :

$$\text{CRE ou CRH (g/g)} = \frac{M_{\text{finale}} - M_{\text{sèche}}}{M_{\text{sèche}}} \cdot 100$$

Où :

M_{finale} : masse du gel après centrifugation (g) ;

$M_{\text{sèche}}$: masse initiale de pectine sèche (g).

2.4.2. Solubilité de la pectine

✓ Principe

La solubilité des pectines dépend de leur structure chimique, notamment du degré de méthylation (DM), de la masse molaire, ainsi que de la répartition des groupes fonctionnels le long de la chaîne polygalacturonique. En général, une pectine de faible masse molaire et présentant un degré de méthylation réduit sera plus facilement soluble dans l'eau ou dans d'autres solvants (Arias *et al.*, 2021 ; Rahman *et al.*, 2023).

✓ Mode opératoire

- Peser précisément 0.1 g de pectine sèche dans des tubes à bouchon vissé ;
- Ajouter 10 mL de solvant dans chaque tube, en se référant aux conditions du Tableau 2 ;
- Agiter les mélanges à l'aide d'un vortex pendant quelques minutes pour favoriser la dispersion ;
- Observer visuellement la solubilité des échantillons après agitation.

Tableau 2 : Les différents solvants utilisés pour l'évaluation de la solubilité de la pectine.

Tube	1	2	3	4	5
Solvant	Eau distillée	Éthanol	Acétone	Chloroforme	Hexane



Figure 21 : Solvants utilisés dans l'étude de la solubilité de la pectine.

2.5. Méthodologie de surface de réponse comme outil d'optimisation

2.5.1 Plan d'expérience de type composite centré (Central Composite Design CCD) à deux facteurs

L'étude a porté sur l'évaluation de l'influence des paramètres opératoires en l'occurrence de température et de pH d'extraction sur les propriétés physicochimiques et fonctionnelles des pectines extraites de pomme.

La planification des expériences a été réalisée en adoptant le plan composite centré. Un plan d'expérience de type composite centré (*Central Composite Design* 'CCD') à deux facteurs a été utilisé pour déterminer l'effet des deux traitements X_1 et X_2 (X_1 : température, X_2 : pH) sur la qualité des pectines obtenues.

Les réponses choisies sont : Y_1 : rendement d'extraction (%), Y_2 : degré d'estérification (%), Y_3 : degré de méthylation (%), Y_4 : teneur en cendres (%), Y_5 : capacité de rétention d'eau (g d'eau/g de pectine) et Y_6 : capacité de rétention d'huile (g de huile/g de pectine).

Le modèle étudié étant un modèle à deux facteurs. Ce plan nécessite la réalisation des expériences représentant des combinaisons de trois niveaux attribués à chacun des deux facteurs tout en prenant la réponse correspondante.

2.5.1. Modélisation de la réponse

La modélisation de la réponse est réalisée à l'aide des techniques de régression qui permettent de relier les réponses « Y » aux facteurs « X_1 » et « X_2 ». L'équation qui régit le système est de la forme (Goupy et Creighton, 2006 ; Bourekoua et al., 2016) :

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_{11}X_1X_1 + b_{22}X_2X_2 + b_{12}X_1X_2$$

Avec :

Y : Réponse étudiée ;

X₁ et X₂ : Formes codées des variables explicatives ;

b₀ : Constante qui exprime l'effet moyen général ;

b₁ et b₂ : Coefficients linéaires ;

b₁₁ et b₂₂ : Coefficients quadratiques ;

b₁₂ : Coefficient d'interaction.

2.5.1.1. Niveaux des variables

Pour chaque variable codée (X_i) trois niveaux, **-1, 0** et **+1** sont attribués. **-1** et **+1** représentent les valeurs extrêmes.

Le plan d'expérience de type composite centré est présenté soit par des grandeurs codées ou réelles. Avec les grandeurs codées, le tableau prend le nom de *matrice d'expériences* (tableau03).

Tableau 03 : Matrice d'expérience du plan composite centré à deux facteurs.

Essais	Matrice	
	X ₁ (Température)	X ₂ (pH)
1	-1	-1
2	-1	0
3	-1	+1
4	0	-1
5	0	0
6	0	+1
7	1	-1
8	1	0
9	1	+1
10	0	0

2.5.1.2. Détermination des variables réelles et codées

✓ Température et pH d'extraction

La borne inférieure fixée pour la température et le pH d'extraction est respectivement de 70 °C et 1,5 (tableau 03). Les niveaux retenus pour la température sont 70, 80 et 90 °C, tandis que ceux du pH sont 1.5, 2.5 et 3.5. Ce choix s'appuie sur des essais préliminaires ayant permis d'identifier des conditions potentiellement favorables au rendement d'extraction ainsi qu'à la qualité finale de la pectine (Bourekoua et al., 2016).

Tableau 04 : Niveaux et valeurs fondamentales utilisés dans le modèle composite central (CCD) pour l'extraction de la pectine de pomme.

Essais	Valeurs codées		Valeurs réelles	
	CCD		Température (°C)	pH
	X ₁ : Température (°C)	X ₂ : pH		
1	-1	-1	70	1.5
2	-1	0	70	2.5
3	-1	+1	70	3.5
4	0	-1	80	1.5
5	0	0	80	2.5
6	0	+1	80	3.5
7	+1	-1	90	1.5
8	+1	0	90	2.5
9	+1	+1	90	3.5
10	0	0	80	2.5

2.5.1.3. Évaluation de la pertinence du modèle

Pour chaque variable de réponse, l'évaluation de la pertinence du modèle a été déterminée. Le modèle semblait être quadratique et le seuil de signification était fixé à 0.05. Les réponses de chaque variable ont été soumises à une analyse statistique afin de définir les points optimaux pour l'extraction de pectine en utilisant les fonctions de désirabilité (Simurina et al., 2012).

2.6. Procédure de préparation de biofilm à base de pectine

La préparation du biofilm a été réalisée selon la méthode décrite par Gheribi et al. (2019) et Moussaoui et al. (2022), avec de légères modifications. Les principales étapes de préparation sont les suivantes :

✓ Préparation de la solution filmogène

La pectine est d'abord dissoute dans de l'eau distillée sous agitation à température modérée. Le glycérol, en tant qu'agent plastifiant, est ensuite ajouté progressivement, suivi d'une petite quantité d'acide citrique. L'agitation est poursuivie afin de garantir une solution parfaitement homogène

✓ Coulage du biofilm

La solution obtenue est versée dans des boîtes de Pétri en verre de façon à former une couche uniforme de faible épaisseur (Figure 22). Afin d'éliminer les bulles d'air, les boîtes sont ensuite laissées au repos pendant 30 minutes.

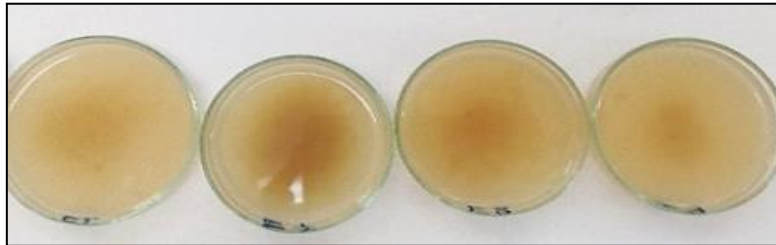


Figure 22 : Solutions de biofilm versées dans des boîtes de Pétri avant l'étape de séchage.

✓ Séchage du biofilm

Les boîtes sont placées dans une étuve à 45 °C pendant 24 à 48 heures. Une fois le biofilm complètement sec, il est soigneusement décollé de la surface.

2.7. Caractérisation des biofilms à base de pectine

2.7.1. Propriétés physicochimiques des biofilms

2.7.1.1. Teneur en eau

La teneur en eau des biofilms élaborés a été déterminée en suivant la même méthode que celle décrite pour la pectine (voir titre 2.3.4).

2.7.1.2. Épaisseur des biofilms

L'épaisseur des films a été mesurée aléatoirement en au moins 6 points à l'aide d'un micromètre (Mitutoyo 293-100-10, précision : 0.0001 mm) et une valeur moyenne a été calculée (Moussaoui *et al.*, 2022).



Figure 23 : Micromètre.

2.7.2. Analyse microbiologique des biofilms à base de pectine

2.7.2.1. Préparation des échantillons

a. Préparation de la solution mère (10^{-1})

Une quantité de 10 g de biofilm est pesée dans un bécher stérile, puis homogénéisée avec 90 mL d'eau physiologique (composée d'eau distillée et de chlorure de sodium (NaCl) à 8.5 g pour 1000 ml (8.5 g/l) constituant ainsi la solution mère à 10^{-1} . L'homogénéisation est effectuée pendant 1 à 2 minutes à l'aide d'un agitateur.

b. Préparation des dilutions décimales

Des tubes stériles contenant 9 mL d'eau physiologique sont préparés. À partir de la solution mère, des dilutions décimales successives sont réalisées (10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} ...) en transférant 1 mL de la dilution précédente dans chaque tube suivant. Chaque tube est

soigneusement homogénéisé avant transfert. Ces dilutions visent à réduire la charge microbienne afin d'obtenir un dénombrement optimal (JORA, 2014).

c. Ensemencement et milieux de culture

Pour chaque analyse, 1 mL de dilution appropriée (généralement 10^{-1} à 10^{-4}) est ensemencé en double dans des boîtes de Pétri stériles, en fonction du milieu et de la méthode spécifique à chaque groupe microbien.

2.7.2.2. Recherche et dénombrement de la Flore Mésophile Aérobie Totale (FMAT)

✓ Principe

Le dénombrement des microorganismes aérobies mésophiles a été réalisé selon la **norme ISO 4833-1 et ISO 4833-2 (2013)**, en utilisant le milieu Plate Count Agar (PCA) (ISO, 2013 ; JORA, 2017).

✓ Mode opératoire

- Ensemencer 0.1 mL de la solution mère et des dilutions en surface sur des boîtes de Pétri contenant environ 15 mL de PCA ;
- Deux boîtes sont ensemencées par dilution ;
- L'incubation est effectuée à 30 °C pendant 48 heures.

✓ Lecture

Les colonies observées sont généralement circulaires, blanchâtres à jaunâtres, de tailles variables.

✓ Calcul

$$N = \frac{\sum \text{Nombre des colonies}}{V \cdot (n_1 + 0.1 \cdot n_2) \cdot d}$$

Où :

n_1 : nombre de boîtes de la première dilution ;

n_2 : nombre de boîtes de la deuxième dilution ;

V : volume ensemencé (1ml) ;

D : la dilution de la première boîte dénombrable (retenue)

2.7.2.3. Recherche et dénombrement des Levures et Moisissures

✓ Principe

Les levures et moisissures, organismes aérobies mésophiles, ont été dénombrées sur le milieu sélectif OGA (Oxytetracycline Glucose Agar), conformément au **Journal Officiel n° 48 (2015)**.

✓ Mode opératoire

- Ensemencer 0.1 mL de la solution mère et des dilutions en surface sur des boîtes contenant le milieu OGA ;
- Deux boîtes sont utilisées pour chaque dilution ;
- Incubation à 25 °C pendant 5 jours.

✓ Lecture

Les levures forment des colonies lisses, blanches ou crème. Les moisissures apparaissent sous forme de colonies fibreuses ou duveteuses, de couleur **blanche, verte ou bleue**.

2.7.2.4. Recherche et dénombrement des Coliformes (totaux et fécaux)

✓ Principe

Les coliformes sont cultivés sur VRBL (Violet Red Bile Lactose agar), un milieu sélectif contenant du lactose, des sels biliaires, du cristal violet et du rouge neutre.

- **Coliformes totaux (CT)** : incubés à 35 °C ± 0.5 °C pendant 24 à 48 h ;
- **Coliformes fécaux (CF)** : incubés à 44 °C ± 0.5 °C pendant 24 h.

✓ Mode opératoire

- Transférer 1 mL de chaque dilution dans deux boîtes de Pétri stériles ;
- Ajouter environ 15 mL de gélose VRBL fondue à 45 °C ;
- Homogénéiser doucement puis laisser solidifier à température ambiante ;
- Incuber selon le type de coliformes recherché (35 °C pour CT, 44 °C pour CF).

✓ Lecture

Les colonies de coliformes apparaissent rouges, de petit diamètre, parfois entourées d'un halo de précipité biliaire (**Journal Officiel n° 38, 2014**).

3. Analyse statistique

Les résultats ont été exprimés en moyenne \pm écart type. L'analyse statistique de variance (ANOVA : avec un intervalle de confiance $\alpha \leq 0.05$) a été réalisée à l'aide du logiciel statistique SPSS version 25.0 (SPSS Inc., Chicago, États-Unis) (**Hyun-Jung et al., 2014 ; Mogol et Gökmen, 2014**).

Le logiciel statistique JMP (*Version, 11*) a été utilisé pour déterminer les coefficients des polynômes pour chaque réponse. La variance de Fisher (F) a été utilisée pour vérifier la signification du coefficient de régression. Un coefficient de détermination (R^2) a été calculée et l'adéquation de modèle a été testée en séparant la somme résiduelle des carrés en erreur pure et manque d'ajustement (**Bourekoua et al., 2016**).

Le schéma expérimental global de cette étude est présenté à la figure 24 :

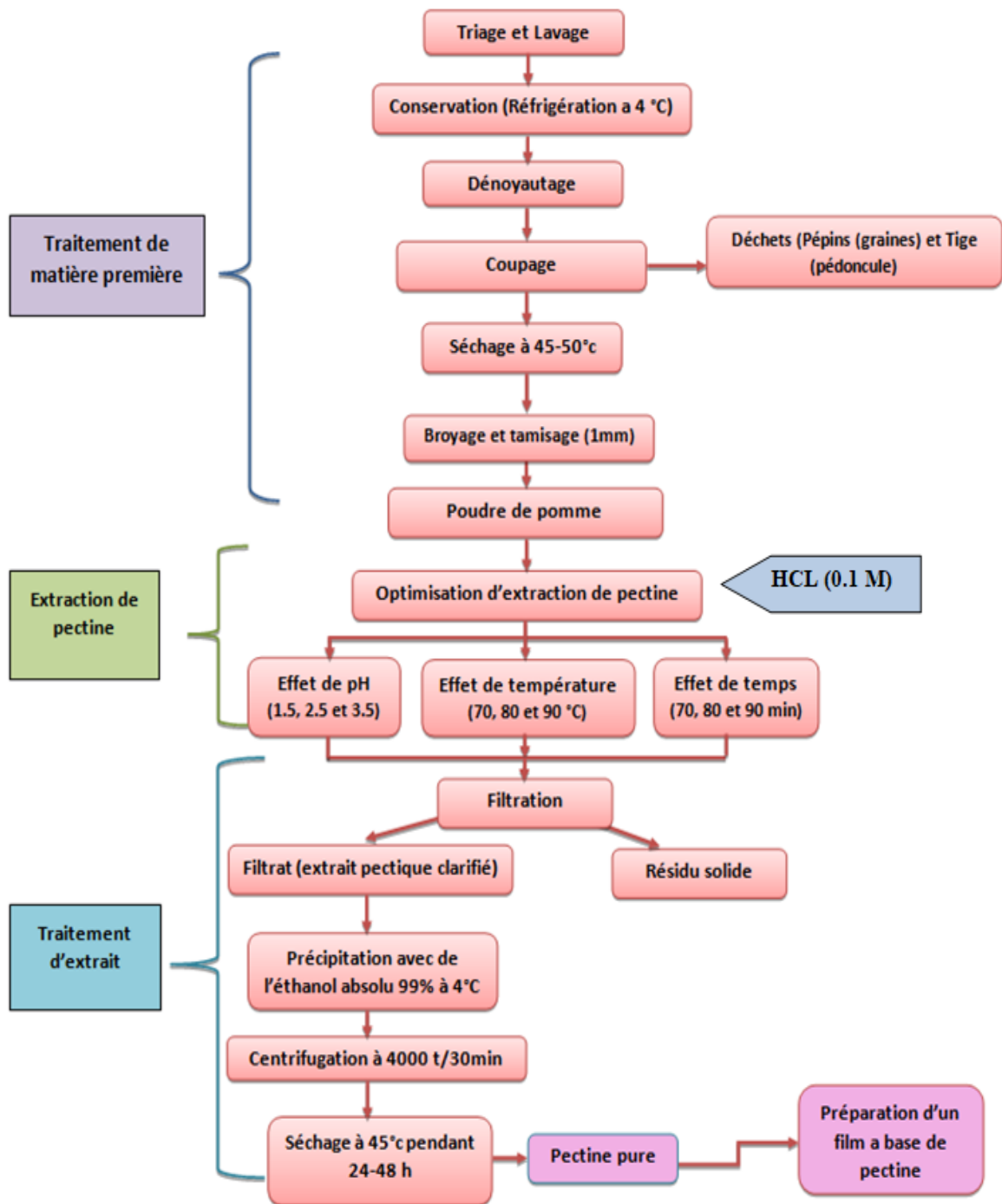


Figure 24 : Schéma des différentes conditions d'extraction de la pectine et de préparation du film à base ce biopolymère extrait.

Chapitre II : résultats et discussion

Partie 01 : Caractérisation des pectines extraites de pomme sous différentes conditions de température, pH et temps.

1. Propriétés physicochimiques de pectine

1.1. Rendement d'extraction

Le tableau 05 illustre le rendement d'extraction de la pectine à partir de la pomme, en fonction de différentes conditions expérimentales. Il en ressort que ce rendement varie entre 4.13 % et 8.43 %. Le rendement le plus élevé (8.43 %) a été obtenu à une température de 90 °C, à un pH de 1.5 et après un temps d'extraction de 70 minutes.

Tableau 05 : Rendement d'extraction de la pectine à partir de la pomme.

Temperature (°C)	pH	temps (min)	Rendement d'extraction (%)
70	1.5	90	6.80±0.16 ^a
80	1.5	80	7.69±0.19 ^b
90	1.5	70	8.43±0.18 ^c
70	2.5	90	5.29±0.16 ^d
80	2.5	80	6.95±0.16 ^e
90	2.5	70	7.04±0.16 ^f
70	3.5	90	4.13±0.15 ^g
80	3.5	80	5.85±0.16 ^h
90	3.5	70	6.46±0.17 ⁱ

Les valeurs en exposant avec des lettres différentes dans une même colonne sont significativement différentes ($\alpha \leq 0.05$).

La température, la durée d'extraction et le pH constituent des paramètres déterminants dans l'extraction de la pectine à partir des fruits.

De nombreuses études ont démontré que des conditions acides, des températures modérées à élevées (60 à 90 °C) et des durées prolongées allant jusqu'à 120 minutes favorisent un rendement optimal. **Yarligan Uysal et Yildirim (2014)** ont rapporté que l'extraction maximale de la pectine à partir de l'aubépine rouge (*Crataegus* spp.) a été obtenue dans des conditions acides (pH de 1.5 à 2.76), à des températures comprises entre 60

et 90 °C, et pour une durée allant jusqu'à 120 minutes, en utilisant de l'acide citrique ou du jus de citron.

Selon **Miceli-Garcia et al. (2014)**, l'extraction de la pectine de pomme dans des conditions optimales (pH 1.5, 90 °C, pendant 120 minutes) a permis d'atteindre un rendement de 8.6 % sur matière sèche, tout en garantissant une bonne qualité du polymère obtenu. Ce rendement s'est révélé encore plus élevé lorsqu'il s'agissait du marc de pomme, soulignant son intérêt comme source alternative enrichie en pectine.

Mahmoud et al. (2022) ont trouvé qu'un rendement d'environ 14 % en pectine pouvait être obtenu à partir de la pomme à l'aide des techniques d'extraction conventionnelles. Ce rendement a toutefois été significativement amélioré, atteignant jusqu'à 22 %, grâce à l'utilisation des technologies d'extraction assistée par micro-ondes et ultrasons.

Par ailleurs, l'étude d'**Abu Sayed et al. (2022)** ont montré que l'utilisation d'acide chlorhydrique (HCl) à pH 1.5, à 90 °C pendant 120 minutes, a permis d'atteindre un rendement élevé en pectine sèche (entre 28.06 % et 28.42 %) à partir des pelures de mangue (*Mangifera indica* L.).

En plus, **Wai et al. (2010)** ont déterminé que les conditions optimales d'extraction acide de la pectine à partir d'écorce des fruits de durian correspondaient à une température de 80 °C, une durée de 4 heures et un pH de 2.5.

Yu et al. (2021) ont observé que la température influençait principalement le rendement en pectine extraite du marc de citron, tandis que le pH et la méthode d'extraction affectaient davantage la structure et les propriétés physicochimiques des pectines.

Les conditions d'extraction optimales permettent non seulement d'obtenir un rendement élevé en pectine, mais contribuent également à améliorer ses propriétés physico-chimiques, notamment par une teneur élevée en acide anhydro-galacturonique et un degré d'estérification adapté. Ainsi, la maîtrise rigoureuse des paramètres tels que la température, le pH et la durée d'extraction s'avère indispensable pour optimiser l'extraction de la pectine, en particulier à partir de pomme.

1.2.Degré d'estérification

Le tableau 06 présente le degré d'estérification de la pectine extraite de la pomme sous différentes conditions. Le degré d'estérification (DE) de la pectine est un paramètre clé qui détermine ses propriétés gélifiantes et conditionne ses applications dans l'industrie agroalimentaire. Ce facteur est influencé par plusieurs variables au cours du processus d'extraction, notamment le pH, la température, la durée d'extraction ainsi que le type d'acide utilisé (Thakur et al., 1997 ; Abu Sayed et al., 2022).

Tableau 06 : Degré d'estérification de la pectine extraite sous différentes conditions.

Temperature (°C)	pH	temps (min)	Degré d'estérification (%)
70	1.5	90	18.75±0.21 ^a
80	1.5	80	21.96±0.36 ^b
90	1.5	70	37.64±0.49 ^c
70	2.5	90	39.28±0.37 ^d
80	2.5	80	42.72±0.46 ^e
90	2.5	70	43.45±0.37 ^f
70	3.5	90	46.42±0.32 ^g
80	3.5	80	50.75±0.37 ^h
90	3.5	70	67.01±0.49 ⁱ

Les valeurs en exposant avec des lettres différentes dans une même colonne sont significativement différentes au seuil $\alpha \leq 0.05$)

Le degré d'estérification (DE) des pectines de pomme varie entre 18.75 % et 67.01 %. Les conditions d'extraction optimales pour obtenir une pectine hautement estérifiée (DE élevé) sont les suivantes : température de 90 °C, durée de 70 minutes, et pH = 3.5.

Wai et al. (2010) ont montré que le degré d'estérification de la pectine était significativement influencé par le temps, la température et le pH, ainsi que par les interactions entre la température et le pH, et entre le temps de chauffage et le pH.

Miceli Garcia (2014) a trouvé que la pectine extraite de pomme présentait un degré d'estérification (DE) de 66.7 %, ce qui la classe parmi les pectines hautement méthoxylées (HM). Ce fort taux de DE suggère un bon potentiel gélifiant et des propriétés

physicochimiques intéressantes pour des applications dans l'industrie agroalimentaire. Par ailleurs, **Bhat et al. (2024)** ont rapporté que la pectine commerciale présente un degré d'estérification de 70.55 %.

L'étude de **Sotanaphun et al. (2012)** ont établi que l'extraction de pectine à partir d'écorces de *Citrus maxima* (pomelo) à 80°C à un pH environ ~4.5 permet d'obtenir une pectine avec un degré d'estérification élevé (76.30%).

Dans une étude plus récente, **Rahman et al. (2023)** ont révélé que les conditions d'extraction influencent significativement le degré d'estérification (DE) de la pectine de pomme. L'extraction légèrement acide (méthode au sodium-hexa-méta-phosphate, pH = 4.5 et T= 95°C) a produit une pectine avec un DE élevé (75.56%), caractéristique des pectines HM (hautement méthylées). À l'inverse, l'hydrolyse acide (pH = 2.2) a réduit le DE (de 70.59% à 51.61%), favorisant des pectines LM (faiblement méthylées). Ces résultats soulignent l'impact critique du pH et de la méthode d'extraction sur les propriétés fonctionnelles de la pectine.

En plus, **Yu et al. (2021)** ont observé que l'extraction alcaline assistée par des techniques physiques (micro-ondes ou ultrasons), appliquée sur une courte durée, permettait d'obtenir un rendement accru en pectine à bon degré d'estérification à partir de marc de citron.

Un degré d'estérification plus élevé réduit les interactions électrostatiques et la densité de charge dans la pectine, favorisant la formation de complexes avec les cations et augmentant ainsi la viscosité. Il influence aussi l'hydrophobicité de la pectine grâce à ses groupes hydrophobes (**Roy et al., 2023**).

1.3.Teneur en Méthoxy (MeO) (%)

Le tableau 07 montre la teneur en groupement méthoxy de pectines préparées.

Tableau 07 : La teneur en méthoxy (MeO) des pectines extraites de pomme.

Température (°C)	pH	temps (min)	Teneur en Méthoxy(%)
70	1.5	90	5.92±0.13 ^a
80	1.5	80	6.94±0.20 ^b
90	1.5	70	11.89±0.17 ^c
70	2.5	90	12.41±0.18 ^d
80	2.5	80	13.50±0.17 ^e
90	2.5	70	13.73±0.15 ^f
70	3.5	90	14.67±0.18 ^g
80	3.5	80	16.04±0.20 ^h
90	3.5	70	21.18±0.23 ⁱ

Les valeurs en exposant avec des lettres différentes dans une même colonne sont significativement différentes ($\alpha \leq 0.05$).

Le degré de méthylation (DM) de la pectine est un paramètre critique qui influence ses propriétés gélifiantes et ses applications industrielles. Les conditions d'extraction, telles que la température, le pH et la durée, affectent significativement ce paramètre.

Les pectines extraites de pomme présentent des teneurs en groupes méthoxy variant entre 5.92 % et 21.18 %. La valeur la plus élevée (21.18 %) a été obtenue dans les conditions d'extraction suivantes : température de 90 °C, pH 3.5 et durée de 70 minutes.

Rahman et al. (2023) ont trouvé que les teneurs en groupes méthoxy des pectines extraites s'élevaient à 5.41% pour les pelures de pomme et 7.09% pour les écorces de pamplemousse. Cette variation reflète l'impact significatif de l'origine botanique et des paramètres d'extraction sur les caractéristiques structurales des pectines.

Selon **Bhat et al. (2024)**, la pectine commerciale contient une teneur en méthoxyle avoisinant les 2 %.

L'étude de **Virk et Sogi (2004)** a révélé que l'extraction de pectine à partir de pelures de pomme avec de l'acide citrique (1%) à température modérée (ébullition, 25 min) a produit une pectine à faible teneur en méthoxy (3.7%) et un degré d'estérification bas (33.44%), caractéristique des pectines LM (faiblement méthylées). Cela est expliqué par l'hydrolyse partielle des groupes -OCH₃ lors de l'extraction acide.

En revanche, **Chan et Choo (2013)** ont observé que les pectines issues des coques de cacao avaient un degré de méthoxy variant de 7.17 % à 57.86 %. Leurs travaux ont montré que des températures plus élevées et des temps d'extraction prolongés augmentaient non seulement les rendements d'extraction, mais modifiaient également les propriétés chimiques, notamment le degré de méthylation. Plus précisément, l'utilisation d'une solution acide, combinée à des températures élevées et à un temps d'extraction prolongé, a significativement influencé le degré des groupements méthoxy (-OCH₃) des pectines extraites.

Un degré d'estérification élevé (67.1%) indique une pectine hautement estérifiée (>50%), signifiant que la plupart des groupes carboxyles (-COOH) de l'acide galacturonique sont convertis en groupes méthylester (-COOCH₃), ce qui se traduit par une forte teneur en méthoxy (MeO% > ~7%). À l'inverse, un degré d'estérification faible (18.75%) correspond à une pectine faiblement estérifiée (<50%), où la majorité des groupes -COOH restent libres, conduisant à une faible teneur en méthoxy (MeO% < ~7%). Cette distinction est importante, car elle influence directement les propriétés gélifiantes et les applications technologiques de la pectine.

Les pectines hautement méthylées 'HM' gélifient en présence de sucre et d'acide, tandis que les pectines faiblement méthylées 'LM' nécessitent la présence d'ions calcium pour former des gels (**Rahman et al., 2023**).

1.4.Teneur en cendre

La Figure 25 présente le taux de cendres dans les pectines extraites.

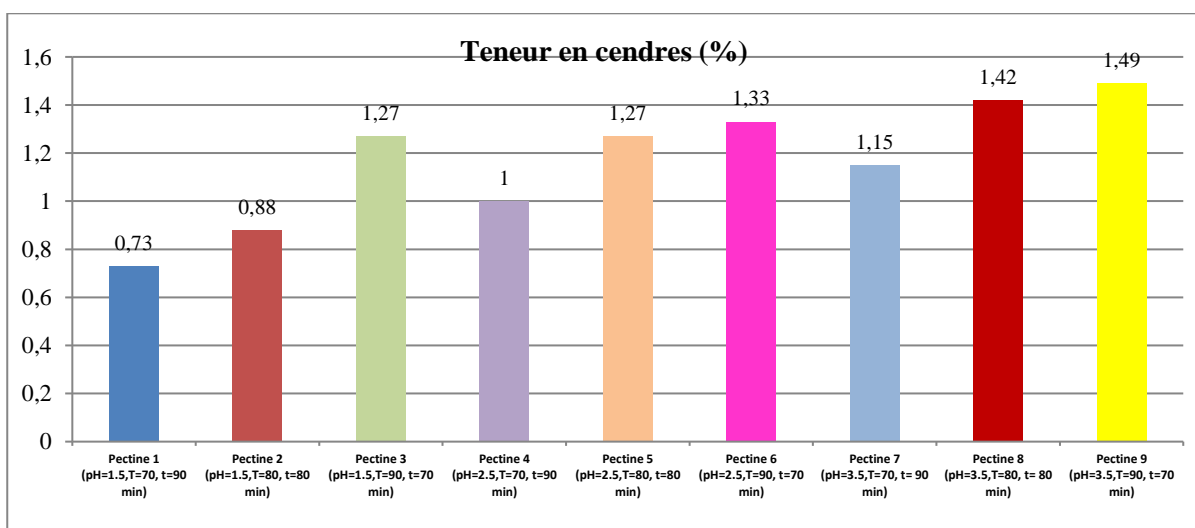


Figure 25 : Teneur en cendres dans les différents types de pectines.

La teneur en cendres des pectines extraites de pomme varie entre 0.73 % et 1.49 %. Le taux le plus élevé a été enregistré pour la pectine extraite dans les conditions suivantes : pH 3.5, température de 90 °C et durée d'extraction de 70 minutes.

Rahman et al. (2023) ont déterminé des teneurs en cendres de 3.07 % et 7.12 % respectivement dans les pectines extraites d'écorces des fruits de pomelo et de pomme. Leur étude révèle que la teneur en cendres ne varie pas significativement selon les méthodes d'extraction mais dépend principalement de la matière première végétale.

D'un point de vue qualitatif, la teneur en cendres reflète la pureté de la pectine. Une teneur élevée indique la présence d'impuretés minérales, tandis qu'une pectine de bonne qualité devrait présenter un faible taux de cendres. Selon **Khamsucharit et al. (2017)**, les pectines à faible teneur en cendres (<10 %) forment des gels de meilleure qualité que celles à teneur élevée.

Ces observations sont corroborées par les travaux de **Raji et al. (2017)**, qui ont mesuré un taux de 3.5 % dans la pectine d'écorce de melon (conditions optimales : pH 1, 95 °C, rapport solvant/échantillon 10 v/m, 200 min). À titre comparatif, **Virk et Sogi (2004)** n'ont rapporté que 1.44 % pour la pectine de pelures de pomme (*Malus pumila* cv. Amri), confirmant ainsi l'impact déterminant de l'origine botanique.

D'après les normes du Codex Alimentarius publiées par la **FAO** en **1979** et réaffirmées en **2009**, la teneur en cendres totales de la pectine doit se situer autour de 1 %. Les résultats obtenus dans notre étude respectent majoritairement cette limite, ce qui confirme leur conformité aux exigences réglementaires.

1.5.Couleur des pectines

La figure 26 présente les pectines obtenues à partir de la pomme sous différentes conditions avant d'être broyées.

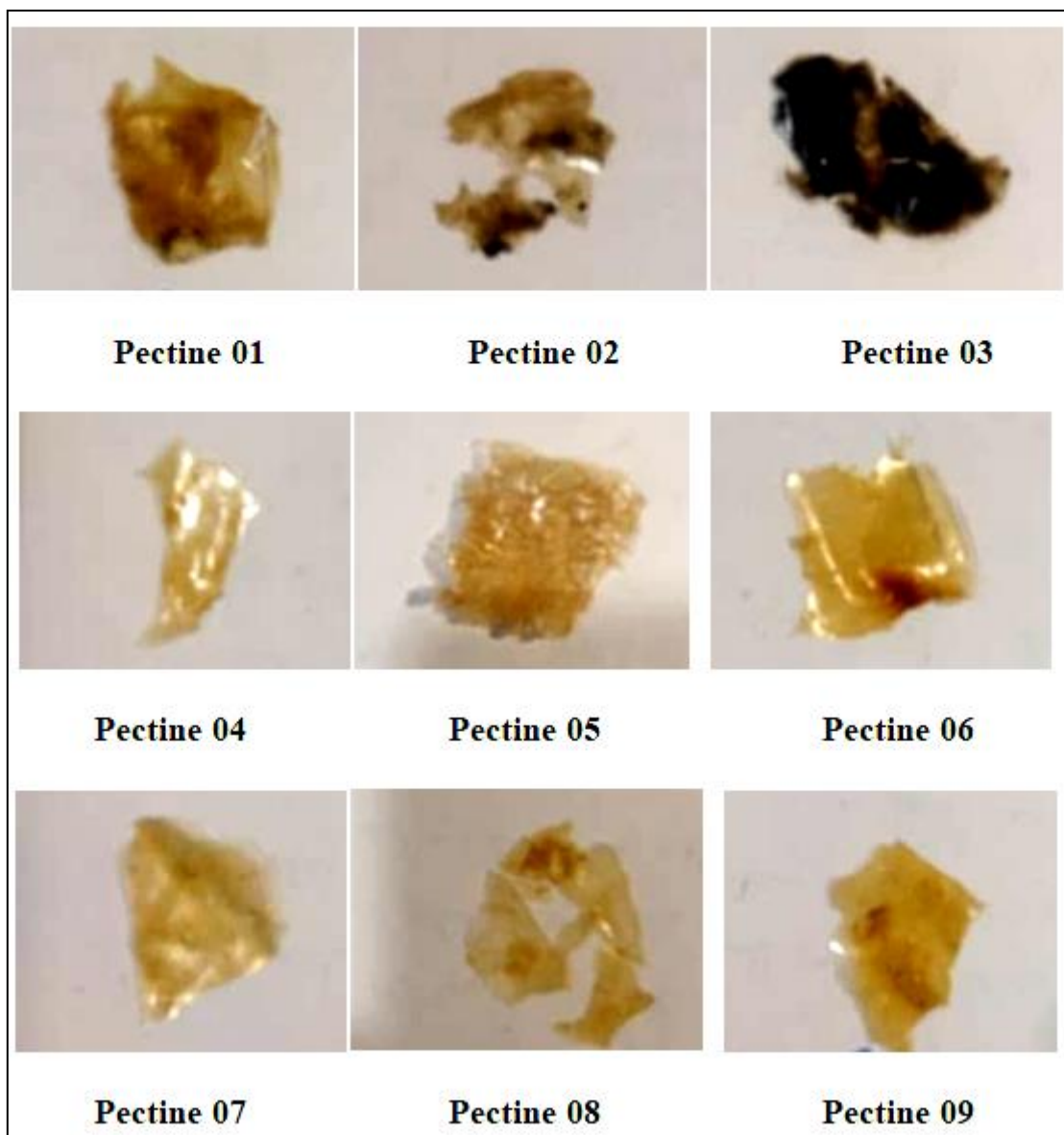


Figure 26 : Pectines extraites de pomme sous différentes conditions avant le broyage.

La pectine extraite de la pomme à pH acide (1.5) présente une coloration brune, qui s'éclaircit avec la diminution du temps et de la température d'extraction, ainsi qu'avec l'augmentation du pH (Figure 26). Cette variation est principalement attribuable aux tanins et aux anthocyanes, les principaux polyphénols responsables de la couleur des pommes. Lors de l'extraction conventionnelle, ces pigments sont libérés par la rupture des parois cellulaires en milieu acidifié, puis capturés par la pectine lors de la précipitation, expliquant ainsi sa teinte (Antonić *et al.*, 2022).

Spinei et Oroian (2022) ont démontré que les paramètres colorimétriques (L, h*, C*) de la pectine de marc de raisin dépendent fortement du pH. Les valeurs maximales de L (59.92), h*ab (42.48) et C*ab (12.37) ont été observées à pH 3, tandis que les minimas (L* = 23.89 ; h*ab = 25.06 ; C*ab = 4.41) correspondaient à pH 1. Cette différence s'explique par la sensibilité des polyphénols au pH : leur stabilité augmente en milieu plus acide.

Par ailleurs, la durée d'extraction influence également la couleur. Selon **Spinei et Oroian (2022)**, une extraction plus courte à 90 °C et pH 2 avec de l'acide citrique favorise une luminosité (L) accrue. Une tendance similaire a été rapportée par **Berardini et al. (2005)** pour la pectine de peau de mangue, où une réduction du temps d'extraction augmentait la valeur L* et C*ab.

Le brunissement observé dans les pectines est principalement dû à la caramélisation ou la réaction de Maillard. Ces réactions, favorisées par des températures élevées et des pH acides, entraînent la formation de mélanoidines, responsables de la coloration brune (**Rojas-Graü et al., 2009**).

L'étude de **Phaviphu et al. (2018)** suggère que la différence de couleur des pectines extraites de différents fruits pourrait être attribuée aux composants colorés naturellement (pigments) présents dans les matières premières.

Conformément aux spécifications du Codex Alimentarius publiées par la **FAO en 1979** et révisées en **2009**, la couleur de la pectine doit être blanche, jaunâtre, légèrement grisâtre ou brunâtre. La couleur de notre échantillon s'inscrit donc dans cette plage acceptable.

2. Propriétés fonctionnelles de pectine

2.1. Capacité de rétention d'eau (CRE)

La figure 27 illustre le changement de la capacité de rétention d'eau des pectines obtenues en fonction des conditions d'extraction.

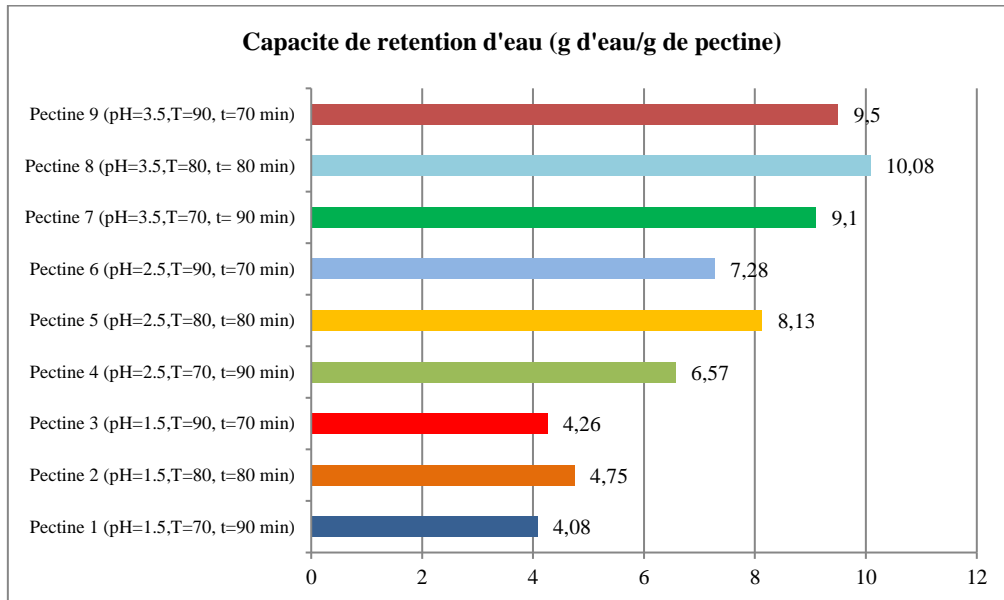


Figure 27 : Capacité de rétention d'eau des pectines de pomme.

La capacité de rétention d'eau (CRE) est une propriété fondamentale de nombreux systèmes alimentaires, reflétant la quantité d'eau qu'un échantillon de 1 g peut retenir.

Les pectines extraites dans cette étude présentaient une CRE comprise entre 4.08 et 10.08 g d'eau/g de pectine. Ces valeurs supérieures à celles rapportées par **Hosseini et al. (2019)** pour une pectine d'écorce d'orange (3.1 g d'eau/g de pectine). Tandis que, **Mada et al. (2022)** ont trouvé que la pectine extraite d'un mélange d'écorces de banane et de papaye présente une capacité de rétention d'eau de 8.23 g/g.

Plusieurs facteurs peuvent influencer la CRE, notamment ; la quantité de groupes hydroxyle libres dans la structure de la pectine, la porosité de la poudre de pectine et entre autres.

La capacité de rétention d'eau de la pectine est fortement influencée par les conditions d'extraction, notamment la température, le temps et le pH. Une élévation de la température d'extraction peut provoquer la dégradation partielle des chaînes latérales de la pectine, en

particulier dans la région rhamnogalacturonane I (RG-I), ce qui réduit sa structure ramifiée et donc sa capacité à piéger l'eau. En revanche, une température modérée (autour de 80°C) permettrait de préserver les structures fonctionnelles responsables de la rétention hydrique. De même, un temps d'extraction trop long peut conduire à la dépolymérisation de la pectine, diminuant son pouvoir de gonflement (90 minutes). Une étude menée par **Alba et Kontogiorgos (2017)** a montré que la structure moléculaire influencée par le pH et la durée d'extraction avait un effet direct sur l'hydrophilie de la pectine et sa capacité à retenir l'eau.

Yilmaz-Turan et al. (2023) ont également rapporté que l'effet du pH sur les propriétés rhéologiques de la pectine était moins prononcé que celui de la température et du temps d'extraction.

2.2.Capacité de rétention d'huile (CRH)

La figure 28 montre l'effet des conditions d'extraction sur la capacité de rétention d'huile de la pectine de pomme.

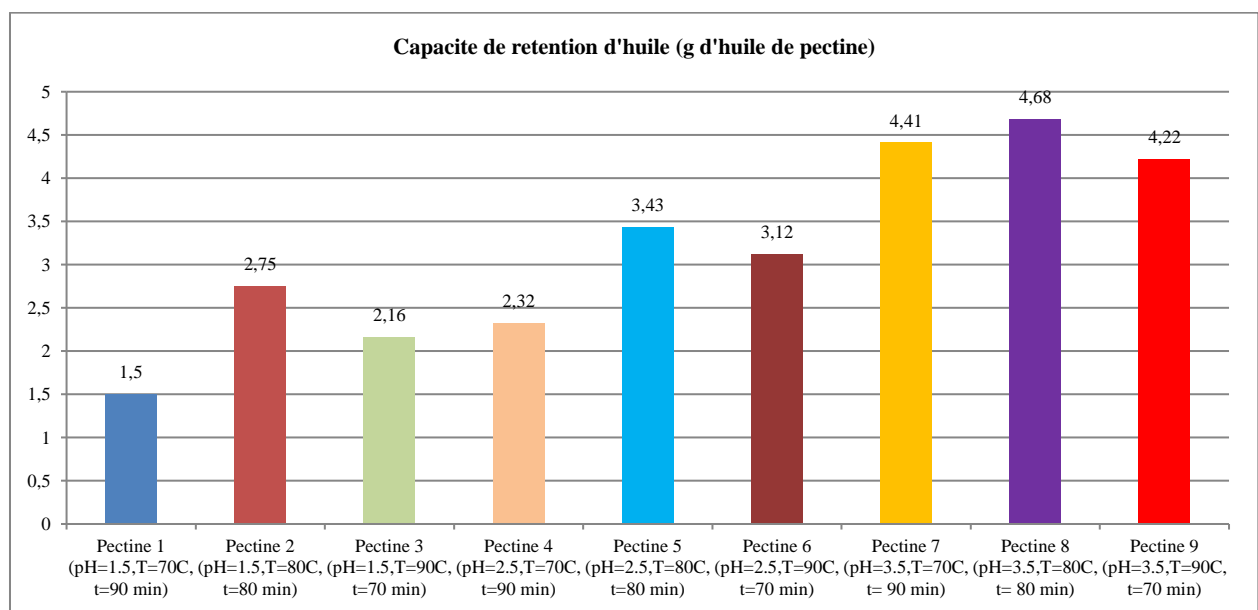


Figure 28 : Capacité de rétention d'huile des pectines obtenues.

Par ailleurs, les pectines analysées ont montré une capacité de rétention d'huile (CRH) variant entre 1.5 et 4.68 g d'huile/g de pectine, dépassant ainsi la CRH de la pectine des cladodes d'*Opuntia ficus-indica* (1.23 g/g) rapportée par **Bayar et al. (2018)** et aussi celle observée par **Hosseini et al. (2019)** (1.32 g/g) pour la pectine d'écorce d'orange. De plus, **Mada et al. (2022)** ont trouvé que la pectine extraite d'un mélange d'écorces de banane et de papaye présente une capacité de rétention d'huile de 3.44 g/g.

La capacité de rétention d'huile dépend quant à elle du caractère hydrophobe de la pectine, qui est en partie déterminé par le degré d'acétylation et la proportion de groupes neutres (chaînes latérales sucrées) dans sa structure. Des conditions d'extraction alcalines (pH élevé) peuvent favoriser la déprotonation des groupes acides, augmentant l'affinité de la pectine pour les substances lipophiles. **Yilmaz-Turan et al. (2023)** ont montré que la pectine extraite de pomme à pH 7 et à 120 °C présentait une capacité de rétention d'huile et une capacité émulsifiante significativement plus élevées que celles de la pectine extraite à pH 3, ce qui serait dû à une plus grande surface spécifique et à une structure plus favorable aux interactions hydrophobes. Cette caractéristique est particulièrement intéressante pour les applications en formulation d'émulsions (**Yilmaz-Turan et al., 2023**).

La capacité de rétention d'eau et la capacité de rétention d'huile sont deux paramètres clés dans l'évaluation de la qualité des pectines. Elles peuvent être influencées par divers facteurs, tels que la densité de charge de surface (**Bayar et al., 2017**). La charge de surface de la pectine dépend de la proportion des groupes carboxyles ionisés (COO^-) par rapport aux groupes protonés (COOH). Une augmentation des groupes COO^- (charge négative) accroît la capacité de rétention d'eau et d'huile, et peut aussi renforcer la capacité à former des gels.

2.3.Solubilité de pectine

La figure 29 montre l'effet des différentes conditions d'extraction sur la solubilité de la pectine de pomme. On a constaté que tous les types de pectines obtenues sont solubles dans l'eau distillée.

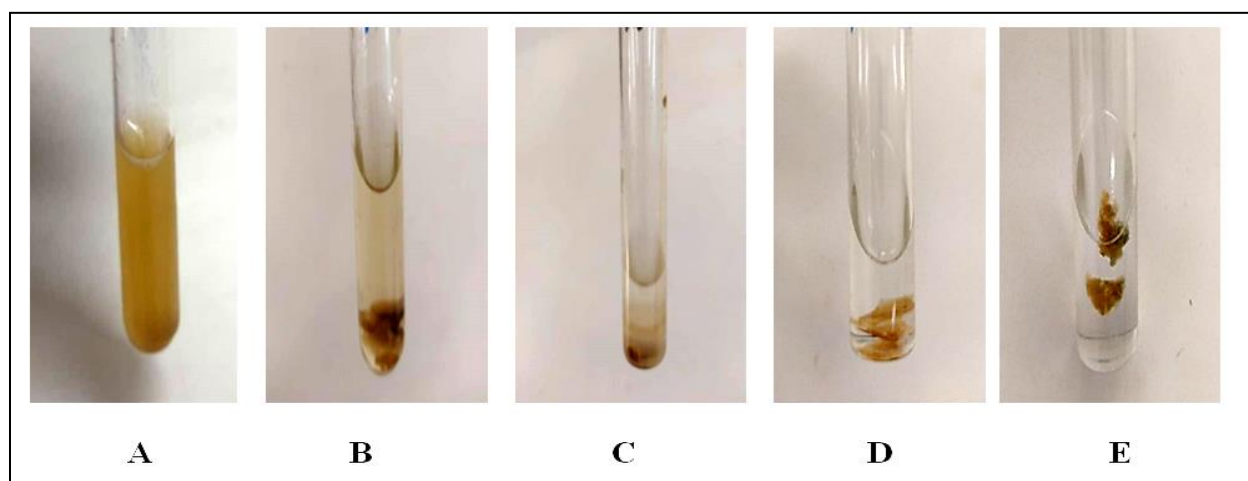


Figure 29 : Solubilité de la pectine extraite de pomme dans différents solvants (A : Eau distillée, B : Éthanol, C : Hexane, D : Acétone, E : Chloroforme).

La pectine, en tant que polymère hydrophile, est très soluble dans l'eau distillée, mais insoluble dans les solvants organiques tels que le chloroforme et l'acétone. En revanche, elle est faiblement soluble, voire insoluble, dans d'autres solvants comme l'éthanol et l'hexane, ce qui explique utilisation courante de l'éthanol pour précipiter la pectine lors de son extraction.

Arias et al. (2021) ont rapporté dans son étude que la solubilité de la pectine dépend de son degré d'estérification, du pH, de la température et des ions présents. Elle est bonne dans un mélange eau/éthanol grâce aux liaisons hydrogène et aux forces d'attraction intermoléculaires, mais faible dans l'acétone, un solvant aprotique. Les cations et les électrolytes favorisent la gélification par interactions ioniques. Le pH élevé améliore la solubilité en augmentant les répulsions électrostatiques.

Selon **Rahman et al. (2023)**, la solubilité de la pectine peut influencer la texture et la sensation en bouche des produits élaborés. Une pectine qui se dissout trop rapidement pourrait ne pas offrir les propriétés de gélification ou d'épaississement souhaitées, tandis qu'une pectine à solubilité limitée pourrait entraîner des textures indésirables dans le produit.

3. Optimisation par plan d'expériences de l'extraction de pectine

3.1. Ajustement du modèle

L'analyse de la variance induite par l'étude de l'effet de variation des conditions d'extraction (pH et Températures) sur la qualité des pectines extraites à partir de pomme est montrée dans le tableau 08.

Tableau 08 : Paramètres d'analyse de la variance (ANOVA) du test de traçage pour les surfaces de réponse des différentes variables (propriétés) des pectines extraites en différents conditions de pH et de température.

Propriété (variable)	Modèle expérimental d'optimisation	Manque d'ajustement (Inadéquation du modèle)	Erreur pure (p)	Coefficient de détermination (R ²)	Racine de l'erreur quadratique moyenne (RMSE)	variance Fischer (F)	Signification ($\alpha \leq 0.05$)
Rendement d'extraction (%)	$Y = 6.81 + 0.95 \times X_1 + -1.08 \times X_2 + X_1 \times X_2 \times 0.175 + X_1 \times X_1 \times -0.51 + X_2 \times X_2 \times 0.08$	0.073	0.00000	98	0.2349	47.7735	0.0012*
Degré d'estérification (%)	$Y = 40.59 + 7.275 \times X_1 + 14.305 \times X_2 + X_1 \times X_2 \times 0.42 + X_1 \times X_1 \times 2.905 + X_2 \times X_2 \times -2.105$	3.5303	0.00000	93	5.30	37.53	0.0183*
Degré de méthoxy (%)	$Y = 12.78 + 2.40 \times X_1 + 4.62 \times X_2 + X_1 \times X_2 \times 0.29 + X_1 \times X_1 \times 1.005 + X_2 \times X_2 \times -0.57$	4.25357	0.00000	93	1.78	33.26	0.0206*

Teneur en cendre (%)	$Y = 1.23 + 0.20 \times X_1 + 0.19 \times X_2 + X_1 \times X_2 \times -0.05 + X_1 \times X_1 \times -0.03 + X_2 \times X_2 \times -0.05$	0.009241	0.00000	95	0.083	14.3867	0.0115*
Capacité de rétention d'eau (g d'eau/g de pectine)	$Y = 7.98 + 0.21 \times X_1 + 2.59 \times X_2 + X_1 \times X_2 \times 0.05 + X_1 \times X_1 \times -0.90 + X_2 \times X_2 \times -0.41$	0.076544	0.00000	99	0.2396	151.4656	0.0001*
Capacité de rétention d'huile (g d'huile/g de pectine)	$Y = 4.11 + 0.21 \times X_1 + 1.15 \times X_2 + X_1 \times X_2 \times -0.21 + X_1 \times X_1 \times -1.09 + X_2 \times X_2 \times -0.09$	0.278696	0.00000	93	0.4572	10.8600	0.0192*

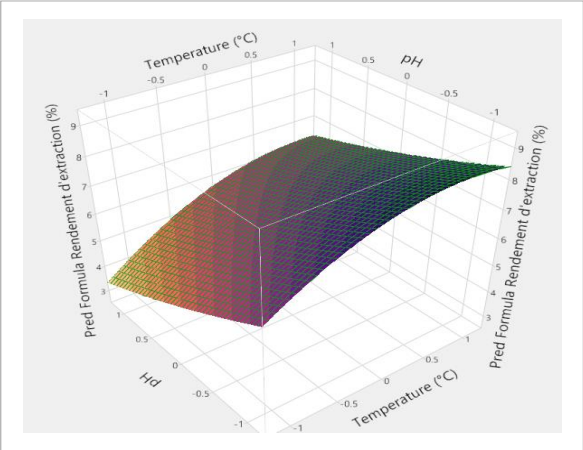
* : Significatif à $\alpha \leq 0.05$.

L'analyse statistique indique que l'ajustement de modèle était adéquate (R^2 élevée entre 93 et 99, avec sa signification) pour toutes les réponses de pectine obtenue (**Matos et Rosell, 2013 ; Kittisuban et al., 2014**).

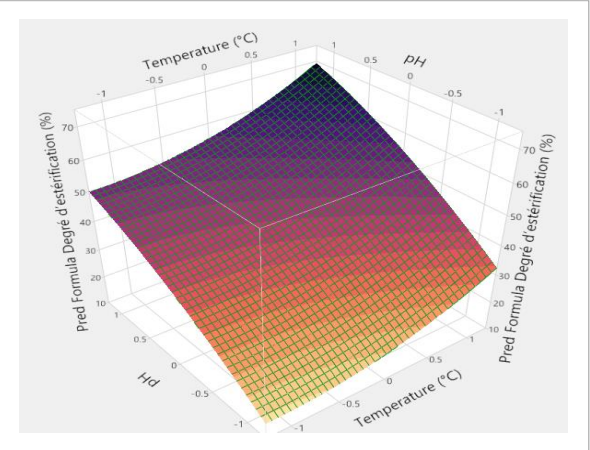
La valeur de coefficient de détermination (R^2) est élevée, ceci indique que plus de 92% de la variabilité des réponses peut être expliquée par le modèle polynomial d'optimisation utilisée "Modèle de second ordre" (**Kittisuban et al., 2014**).

Les données issues de l'ANOVA (analyse de la variance) relatives aux différents modèles de réponses sont montrées dans le tableau 10. La statistique F élevée (atteignant 151.46), les valeurs très faibles d'erreur pure p (≤ 0.0001) et de α (≤ 0.05) avec le grand effet de désirabilité (valeurs proches à 1 dans le tableau 10) confirment clairement que les modèles estimés sont pertinents et que les polynômes quadratiques s'ajustent efficacement aux données observées (**Thirugnanasambandham et al., 2014**). Par ailleurs, les coefficients de

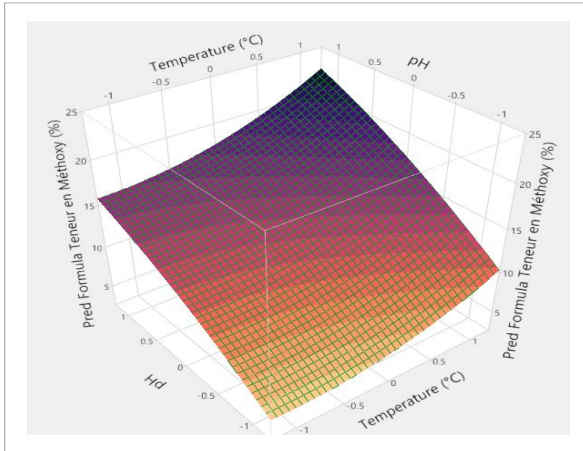
détermination pour les variables étudiées sont élevés, démontrant que la relation entre les variables explicatives et les résultats peut être décrite avec précision et fidélité grâce aux modèles proposés (Bitaraf et al., 2012). En conclusion, les polynômes quadratiques définis conviennent parfaitement pour prévoir la corrélation entre les variables indépendantes et les réponses mesurées, rendant inutile le recours à des modèles d'ordre supérieur.



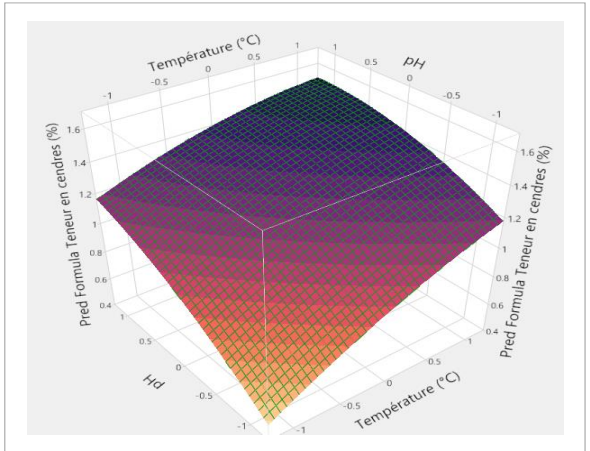
A



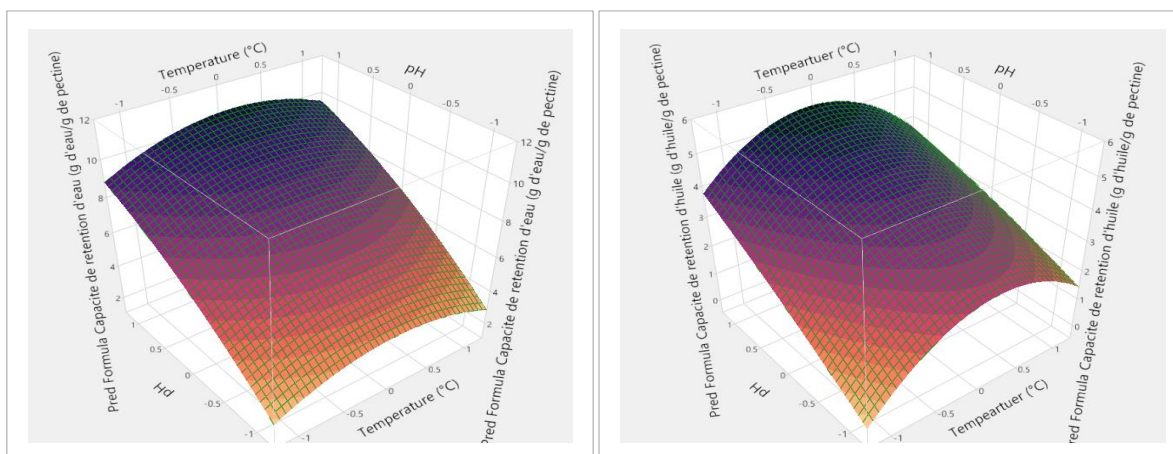
B



C



D



E

F

Figure 30 : Surface de réponse (RSM) représentant l’influence conjointe de la température (T) et du pH d’extraction sur les différentes propriétés de la pectine (rendement d’extraction (A), degré d’estérification (B), degré de méthylation (C), teneur en cendres (D), capacité de rétention d’eau (E) et capacité de rétention d’huile (F)).

3.2. Conditions optimales d’extraction de pectine

Le tableau 09 montre l’amélioration des conditions d’extraction de pectine de pomme grâce aux modèles expérimentaux d’optimisation. La sélection de meilleures conditions d’extraction (T et pH) est optimisée par le plan d’expériences.

Tableau 09 : Optimisation des conditions d’extraction de pectine de pomme.

Propriété (variable)	Température	pH	Valeur prédite	Valeur calculée	Désirabilité
Rendement d’extraction (%)	67.5	1.5	8.27	8.43	0.93
Degré d’estérification (%)	90	3.5	63.39	67.01	0.86
Degré de méthoxy (%)	90	3.5	20.53	21.18	0.87
Teneur en cendre (%)	66.78	1.5	0.71	0.73	0.77
Capacité de rétention	13.42	3.5	10.08	10.18	0.86

d'eau (g d'eau/g de pectine)					
Capacité de rétention d'huile (g d'huile/g de pectine)	80	2.5	4.11	4.41	0.76

Pour optimiser les conditions d'extraction de la pectine à partir de la pomme, il suffit d'utiliser les valeurs des différents paramètres (le pH et la température) indiquées dans le tableau 09, et d'appliquer les équations mathématiques des modèles qui y sont présentés dans le tableau 08. Ces modèles correspondent à des fonctions de désirabilité associées à chaque variable, permettant d'identifier leurs valeurs optimales.

Partie 02 : Caractérisation des biofilms préparés à base des pectines extraites

1. Propriétés physicochimiques

1.1. Teneur en eau des biofilms préparés

La teneur en eau des biofilms préparés est représentée dans la figure 31.

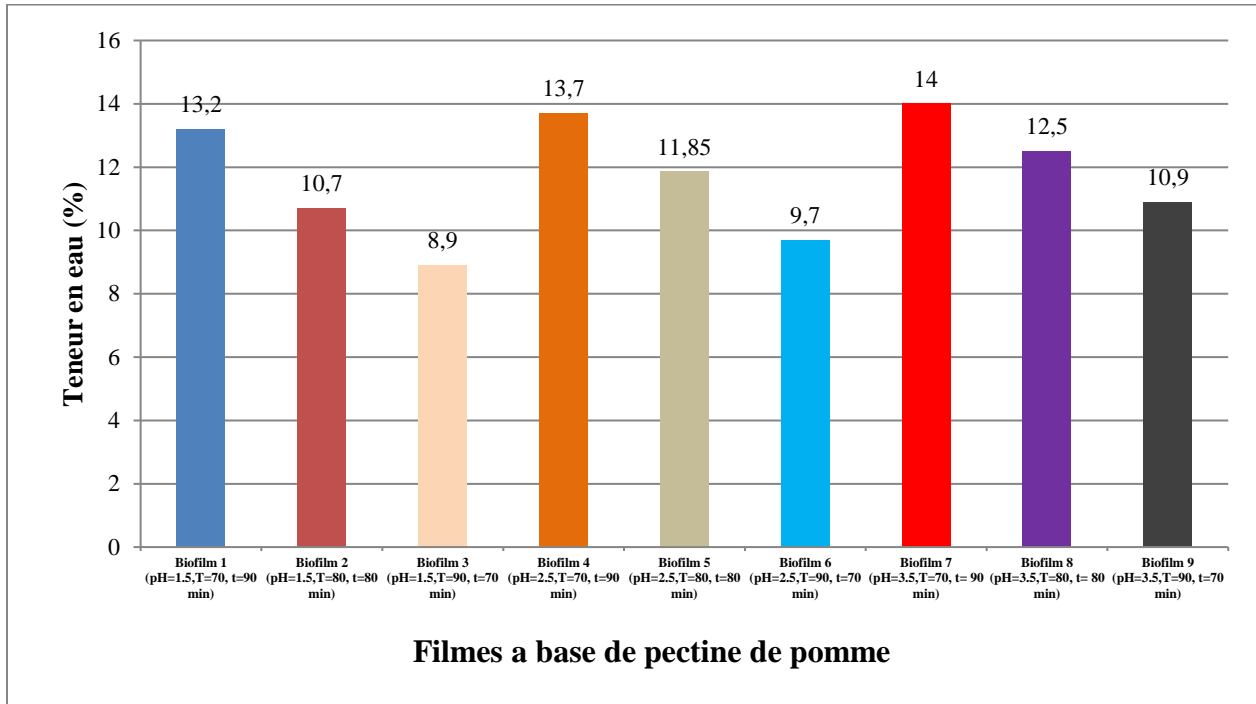


Figure 31 : Teneur en eau des biofilms à base de pectine.

La teneur en eau des biofilms formulés varie de 8.9 % à 14.0 %. La valeur maximale (14%) a été obtenue avec le biofilm incorporant de la pectine extraite dans les conditions suivantes : pH 3.5, température de 70 °C pendant 90 minutes.

Ces résultats montrent que le pH et la température d'extraction influencent significativement la teneur en eau des biofilms de pectine. L'application d'un pH acide (1.5) réduit l'hygroscopicité en brisant les groupes fonctionnels hydrophiles, tandis qu'un pH modéré (2.5-3.5) est plus efficace dans la rétention d'eau. Ces résultats sont en accords avec l'étude de **Koubala et al. (2008)**.

L'**ISO (2012)** spécifie que les biofilms à base de pectine doivent maintenir une activité de l'eau inférieure à 0.6. L'**OMS (2021)** a fixé un taux d'humidité maximal de 15% pour les films à usage pharmaceutique.

Selon Müller-Maatsch *et al.* (2016), une température élevée (> 80 °C) diminue la capacité de rétention d'eau par fragmentation des chaînes de pectine. Ces résultats suggèrent qu'un compromis optimal pour des biofilms stables serait un pH de 1.2-2.5 et une température de 70-80 °C, où l'efficacité d'extraction et les propriétés fonctionnelles sont équilibrées.

1.2.Épaisseur des biofilms obtenus

Le tableau 10 illustre les épaisseurs des biofilms à base de pectine extraite de pomme, obtenues sous différentes conditions de température, de pH et de temps d'extraction.

Tableau 10 : Épaisseurs des biofilms à base de pectine extraite de pomme.

Température d'extraction de pectine(°C)	pH d'extraction de pectine	temps d'extraction de pectine (min)	Épaisseur de biofilm (mm)
70	1.5	90	0.072±0.002 ^a
80	1.5	80	0.075±0.002 ^b
90	1.5	70	0.078±0.002 ^c
70	2.5	90	0.080±0.002 ^d
80	2.5	80	0.083±0.002 ^e
90	2.5	70	0.085±0.002 ^f
70	3.5	90	0.087±0.002 ^g
80	3.5	80	0.087±0.001 ^h
90	3.5	70	0.089±0.002 ⁱ

Les valeurs en exposant avec des lettres différentes dans une même colonne sont significativement différentes au seuil $\alpha \leq 0.05$.

Les biofilms préparés présentent des épaisseurs comprises entre 0.072 et 0.089 mm. Le biofilm à base de pectine extraite à 70°C, pH 1.5 pendant 90 minutes (biofilm 1) montre l'épaisseur la plus faible (0.072 mm).

Les biofilms développés ont montré des épaisseurs similaires à celles des films combinant pectine de pois et amidon de betterave (0.07-0.09 mm) étudiés par Bai *et al.* (2023) et aussi à celles des biofilms à base de mucilage (0.074-0.088 mm) décrits par Moussaoui *et al.* (2022). En revanche, Gheribi *et al.* (2018) ont observé que l'épaisseur des films à base de mucilage variait entre 0.180 et 0.184 mm.

L'incorporation de glycérol dans des biofilms à base de polysaccharides augmente l'épaisseur en perturbant les liaisons polymère-polymère (**Moussaoui et al., 2022**). En plus, la réduction de l'épaisseur des biofilms à base de pectine pourrait être attribuée à la formation de liaisons de réticulation entre les chaînes polymériques, conduisant à la formation de matrices plus compactes (**Dangaran et al., 2006**).

Comme l'ont démontré **Ghasemlou et al. (2011)**, l'épaisseur des biofilms dépend principalement de trois facteurs : la composition polymérique, la nature et la concentration des plastifiants, ainsi que les paramètres de procédé de fabrication (Température/temps élevés augmente l'épaisseur en fragmentant les chaînes de pectine, tandis qu'un pH bas limite le gonflement en neutralisant les charges (-COO⁻ en -COOH).

1.3.Morphologie de surface et couleur

1.3.1. Apparence des biofilms

Les biofilms (7,8 et 9) présentaient une apparence plus transparente, homogène et moins exempte de fissures ou de bulles par rapport aux autres biofilms (Figure 32). En plus, tous les biofilms se distinguaient par une surface brillante, attribuable à la migration du glycérol (**Bai et al., 2023**)

1.3.2. Analyse de surface et couleur

Les taches (granules) réparties sur la surface des biofilms suggéraient la présence d'agrégats de pectine. Ces agrégats disparaissaient avec l'augmentation du degré de méthylation (DM), résultant d'une diminution des liaisons moléculaires. Les biofilms à base de pectine de haut DM (biofilms 7, 8 et 9) développaient une surface moins rugueuse mais sans défauts majeurs, tandis que dans les autres biofilms, on observait des agrégats et une séparation de phase (Figure32), expliquant leur transparence réduite. Ces résultats concordent avec les observations de **Bai et al. (2023)** pour les biofilms à base de pectine de betterave et d'amidon de pois.

Une différence de couleur notable était particulièrement visible dans les biofilms à base de pectines à faible degré de méthylation (biofilms 1, 2 et 3), probablement due à la présence de groupements acétylés (**Vidal et al., 2022**). La couleur du biofilm à base de pectine varie en fonction de celle de la pectine utilisée, laquelle dépend étroitement des conditions d'extraction. Une teinte brune peut apparaître à la suite de l'oxydation des polyphénols libérés ou de réactions de Maillard entre les sucres et les composés azotés. Ces réactions sont

accentuées par une température élevée, un pH acide et une extraction prolongée (Rojas-Graü et al., 2009 ; Antonić et al., 2022).



Figure 32 : Les biofilms préparés à base de pectines extraite de pomme sous différentes conditions.

Les biofilms élaborés à partir de pectine extraite à pH 1.5 présentent une coloration brune prononcée. Cette teinte s'atténue significativement lorsque l'extraction est réalisée à des pH plus élevés (2.5 et 3.5) ou avec des températures et durées réduites, traduisant une

moindre rétention des pigments polyphénoliques (tanins et anthocyanes) issus de la matière première (Antonić et al., 2022). La figure 32 révèle une nette amélioration de la clarté des biofilms à pH 3.5 par rapport à pH 1.5 résultants de la dégradation différentielle des composés phénoliques en fonction de l'acidité du milieu (Spinei et Oroian, 2022).

En plus, le brunissement des biofilms observé s'explique principalement par les réactions de Maillard et de caramélisation lors de l'étape d'extraction thermique de pectine (Rojas-Graü et al., 2009). Ces caractéristiques chromatiques influencent directement la transparence et l'acceptabilité sensorielle des biofilms, paramètres cruciaux pour leur utilisation dans les emballages alimentaires.

2. Analyses microbiologiques

Le tableau 11 montre les résultats des analyses microbiologiques des différents types des biofilms préparés à base de pectine.

Tableau 11 : Résultats d'analyses microbiologiques des biofilms préparés à base de pectine.

Biofilms	FTAM (UFC/g)	Moisissures et Levures (UFC/g)	Coliformes totaux (UFC/g)	Coliformes fécaux (UFC/g)
Biofilm 1	8.0×10^1	5.0×10^1	Absents	Absents
Biofilm 2	5.2×10^1	3.5×10^1	Absents	Absents
Biofilm 3	4.0×10^1	2.5×10^1	Absents	Absents
Biofilm 4	2.0×10^2	6.5×10^1	Absents	Absents
Biofilm 5	1.2×10^2	4.0×10^1	Absents	Absents
Biofilm 6	5×10^1	3.2×10^1	Absents	Absents
Biofilm 7	3.1×10^2	7.0×10^1	Absents	Absents
Biofilm 8	2.5×10^2	4.8×10^1	Absents	Absents
Biofilm 9	9.0×10^1	5.5×10^1	Absents	Absents

FTAM = Flore Totale Aérobie Mésophile

UFC/g = Unités Formant Colonies par gramme

Les biofilms préparés présentent une faible charge microbienne en FTAM, moisissures et levures (inférieure à 10^2 à 3×10^2 UFC/g). Cette faible contamination est principalement attribuée à une manipulation aseptique et à de bonnes conditions d'hygiène lors de la formulation du biofilm, limitant ainsi les contaminations environnementales. Sothornvit et

Krochta (2005) ont rapporté des niveaux de contamination inférieurs à 10^3 UFC/g dans les biofilms à base de protéines. Par ailleurs, **Han (2014)** souligne que les biofilms à base de polysaccharides sont généralement moins sensibles aux contaminations microbiennes que les films protéiques.

Les résultats présentés dans le tableau 11 révèlent l'absence de bactéries telles que les coliformes totaux et fécaux, ce qui confirme l'efficacité des conditions de séchage (45 °C pendant 24 à 48 heures) pour limiter leur présence dans le biofilm. De plus, l'acide citrique incorporé dans la formulation des biofilms à base de pectine -même lorsque cette dernière a été extraite à un pH acide- a contribué à inhiber la croissance microbienne grâce à ses propriétés antimicrobiennes, conformément aux observations de **Hernández et al. (2023)**.

Conclusion et perspectives

Conclusion

L'objectif de cette étude était d'optimiser les conditions d'extraction de la pectine à partir de la pomme, dans le but d'obtenir un biopolymère de haute qualité, apte à la formulation de films biodégradables destinés à des applications dans le secteur agroalimentaire. Pour ce faire, l'influence de trois paramètres clés (température : 70, 80 et 90 °C, pH : 1.5, 2.5 et 3.5 et temps d'extraction : 70, 80 et 90 minutes) a été évaluée afin d'étudier leur impact sur la qualité de la pectine obtenue.

Les principaux résultats obtenus sont les suivants :

- Les conditions acides (pH = 1.5), associées à des températures modérées à élevées (80-90 °C) et des durées d'extraction prolongées, ont permis d'obtenir un rendement optimal en pectine (8.43 %) ;
- La température influençait principalement le rendement, tandis que le pH et la méthode d'extraction avaient un effet plus marqué sur la structure et les propriétés physico-chimiques de la pectine ;

Perspectives

Afin d'améliorer davantage le rendement et la qualité de la pectine extraite, ainsi que les performances des biofilms, des approches innovantes pourraient être envisagées. Parmi celles-ci, l'utilisation de techniques d'extraction assistée par ultrasons ou par micro-ondes, seules ou combinées, permettrait de réduire le temps d'extraction, de limiter la dégradation thermique et d'augmenter l'efficacité de l'extraction. Par ailleurs, l'incorporation d'agents bioactifs tels que les huiles essentielles ou les extraits végétaux dans les biofilms pourrait renforcer leurs propriétés barrières et leurs effets antimicrobiens, ouvrant ainsi la voie à de nouvelles applications dans le domaine de l'emballage alimentaire actif.

*Références
bibliographiques*

Références bibliographiques

Abu Sayed, Md., Kumar, J., Rashidur Rahman, Md. Fatehatun N. et Ashraful Alam, Md. (2022). Effect of extraction parameters on the yield and quality of pectin from mango (*Mangifera indica* L.) peels. *Discover Food*, 2(28). <https://doi.org/10.1007/s44187-022-00029-1>

Alba, K. et Kontogiorgos, V. (2017). Pectin at the oil–water interface: Relationship of molecular composition and structure to functionality. *Food Hydrocolloids*, 68, 211-218. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.07.026>.

Ameur, D. et Heleili, N. (2022).Comparative Study on Physico-chemical and Sensory Properties of Vinegar Produced from Apple Varieties. *Agricultural Science Digest*, 42(5),534-540. <https://doi.org/10.18805/ag.DF-401>

Antonić, B., Jančíková, S., Dordević, D. et Tremlová, B. (2020).Grape Pomace Valorization: A Systematic Review and Meta-Analysis. *Foods*, 9(11), 1-20. <https://doi.org/10.3390/foods9111627>

APRIFEL (L'Agence pour la recherche et l'information en fruits et légumes) <https://www.aprifel.com/fr> / (consulté le 09/03/2025).

Arias, D., Rodríguez, J., López, B. et Méndez, P. (2021).Evaluation of the physicochemical properties of pectin extracted from *Musa paradisiaca* banana peels at different pH conditions in the formation of nanoparticles. *Heliyon*, 7(1), 1-7. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e06059>

Arioui, F. (2017).Effet de certains additifs alimentaires naturels (pectine, gélatines et protéines de la lactosérum) sur les qualités des laits fermentés (Doctoral dissertation. Université Abdelhamid Ibn Badis, Mostaganem.

Bai, W., Vidal, NP., Roman L., Portillo-Perez G. et Martinez MM. (2023). Preparation and characterization of self-standing biofilms from compatible pectin/starch blends: Effect of pectin structure. *International Journal of Biological Macromolecules*, 251 (126383),1-13. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.126383>

Bayar, N., Bouallegue, T., Achour, M., Kriaa, M., Bougatef, A. et Kammoun, R. (2017). Ultrasonic extraction of pectin from *Opuntia ficus indica* cladodes after mucilage removal: optimization of experimental conditions and evaluation of chemical and functional Properties. *Food Chemistry*. 235, 275-282. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.05.029>

Bayar, N., Friji, M. et Kammoun, R. (2018). Optimization of enzymatic extraction of pectin from *Opuntia ficus indica* cladodes after mucilage removal. *Food Chemistry*, 241, 127-134. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.08.051>

Ben Chabane, C. (2013). Optimisation de l'extraction de la pectine à partir d'écorce de citron en utilisant la méthodologie des surfaces de réponses (Mémoire Master). Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou.

Ben Tahar, F. et Serrayh, F., (2021). La méthodologie de surface de réponse (RSM) comme outil pour optimiser l'extraction et la quantification des sucre de fruit de palmier dattier. (Mémoire de Master). Université Amar Telidji, Laghouat, 47p.

Berardini, N., Knödler, M., Schieber, A. et Carle, R. (2005). Utilisation des écorces de mangue comme source de pectine et de polyphénols. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*. 6(4), 442-452. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2005.06.004>

Bhat, MI., Rashid, SJ., Ahmad, MI., Rafiq, S., Fayaz, I., Mir, MJ., Amin, T., Majid, D., Dar, BN. Et Makroo, HA. (2024). Comparative study on thermo-mechanical, structural and functional properties of pectin extracted from immature wasted apples and commercial pectin. *International Journal of Biological Macromolecules*, 254(1). <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.127658>

Bitaraf, MS., Khodaiyan, F., Mohammadifar, MA. Et Mousavi, SM. (2012). Application de la méthodologie des surfaces de réponse pour améliorer le temps de fermentation et les propriétés rhéologiques du yaourt probiotique contenant *Lactobacillus reuteri*. *Food Bioprocess Technol* 5, 1394–1401. <https://doi.org/10.1007/s11947-010-0433-2>.

Blanco-Pérez, F., Steigerwald, H., Schülke, S., Vieths, S., Toda, M. et Scheurer, S. (2021). The dietary fiber pectin: health benefits and potential for the treatment of allergies by modulation of gut microbiota. *Current allergy and asthma reports*, 21(43), 1-19. <https://doi.org/10.1007/s11882-021-01020-z>.

Bochek, A.M., Zabivalova, N.M. et Petropavlovskii, G.A. (2001). Determination of the esterification degree of polygalacturonic acid. *Russian Journal of Applied Chemistry*, 74, 796-799. <https://doi.org/10.1023/A:1012701219447>

Bonnin, E., Garnier, C. et Ralet, M. C. (2014). Pectin-modifying enzymes and pectin derived materials: applications and impacts. *Applied microbiology and biotechnology*, 98, 519-532. <https://doi.org/10.1007/s00253-013-5388-6>

Boubsi, F. (2019). Effet de la pectine et des pectate lyases sur la colonisation racinaire et la production de surfactine par bacillus velezensis (Mémoire de Master). Université de Liège, Liège, Belgique.

Bourekoua, H., Benatallah, L., Zidoune, M.N. et Rosell, C.M. (2016). Developing gluten free bakery improvers by hydrothermal treatment of rice and corn flours. *LWT Food Science and Technology*, 73, 342-350. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2016.06.032>.

Caffall, K. H. et Mohnen, D. (2009). The structure, function, and biosynthesis of plant cell wall pectic polysaccharides. *Carbohydrate research*, 344(14), 1879-1900. <https://doi.org/10.1016/j.carres.2009.05.021>.

Cerqueira M.A., Souza B.W., Martins J.T., Teixeira J.A. et Vicente A.A. (2010). Seed extracts of *Gleditsia triacanthos*: Functional properties evaluation and incorporation into galactomannan films. *Food Research International*, 43(8): 2031-2038. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2010.06.002>.

Chan, S.Y. et Choo, W.S., (2013). Effect of extraction conditions on the yield and chemical properties of pectin from cocoa husks. *Chimie alimentaire*, 141 (4), 3752-3758. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.06.097>.

Chandel, V., Biswas, D., Roy, S., Vaidya, D., Verma, A. et Gupta, A. (2022). Current advancements in pectin: extraction, properties and multifunctional applications. *Foods*, 11, 2683. <https://doi.org/10.3390/foods11172683>

Chormova, D., Messenger, D. J. et Fry, S. C. (2014). Rhamnogalacturonan-II cross-linking of plant pectins via boron bridges occurs during polysaccharide synthesis and/or secretion. *Plant signaling & behavior*, 9(3), 534-46. <https://doi.org/10.4161/psb.28169>.

Codex Alimentarius Commission. (1995). General Standard for Contaminants and Toxins in Food and Feed (CODEX STAN 193-1995). FAO/OMS.

Codex Alimentarius Commission. (2009). Renseignements détaillés sur l'additif alimentaire, Pectines (E440). Préparé à la 71ème réunion du JECFA (2009) et publié dans les Monographies 7 du JECFA de la FAO (2009). FAO/OMS. <https://www.fao.org/gsfonline/additives/details.html?id=21>.

Costa, J. M., Wang, W., Nakasu, P. Y., Hu, C., Forster-Carneiro, T. et Hallett, J. P. (2025). Impacts of microwaves on the pectin extraction from apple pomace: Technological properties in structuring of hydrogels. *Food Hydrocolloids*.160. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2024.110766>.

Cui, J., Zhao, C., Feng, L., Han, Y., Du, H., Xiao, H. et Zheng, J. (2021). Pectins from fruits: Relationships between extraction methods, structural characteristics, and functional properties. *Trends in Food Science & Technology*, 110, 39-54. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.01.077>.

Da Silva, J. L., et Rao, M. A. (2006). pectins: structure, functionality, and uses. *Food polysaccharides and their applications* (second edition). Boca Raton:Taylor & francis, 354-397.

Dangaran, K.L., Cooke, P. et Tomasula, P.M. (2006). The effect of protein particle size reduction on the physical properties of CO₂-precipitated casein films. *Journal of food science*, 71(4), 196-201. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2006.00012.x>.

Djabla, H., Ferragui, S. et Oudjani, A. (2024). Valorisation biochimique des extraits d'écorces de la pastèque (*Citrulluslanatus*) (Doctoral dissertation) Université Mouloud Mammeri.

Espitia, P. J. P., Du, W., De Jesús Avena-Bustillos, R., De Fátima Ferreira Soares, N. et McHugh, T. H. (2013). Edible films from pectin: Physical-mechanical and antimicrobial

properties. A review. *Food Hydrocolloids*, 35, 287–296.
<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.06.005>

FAOSTAT. (2025). Disponible en ligne : <https://www.fao.org/faostat/fr/#data/QCL> (consulté le 13 juin 2025).

Fidalgo, A., Ciriminna, R., Carnaroglio, D., Tamburino, A., Cravotto, G., Grillo, G., Laura M.I. et Pagliaro, M. (2016). Eco-friendly extraction of pectin and essential oils from orange and lemon peels. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 4(4), 2243-2251.
<https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acssuschemeng.5b01716>.

Food And Agriculture Organizations. (1979). Règlement-grand-ducal du 9 octobre 1979 concernant les agents émulsifiants, stabilisants, épaississants et gélifiants pouvant être employés dans tes denrées alimentaires. <https://faolex.fao.org/docs/pdf/lux23094.pdf>.

Food and Agriculture Organizations. (2009). Les spécifications des additifs avec n° sin 440. https://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/monograph7/additive-306-m7.pdf.

Garcia-Diez, F., Garcia-Mediavilla, V., Bayon, J. E. et Gonzalez-Gallego, J. (1996). Pectin feeding influences fecal bile acid excretion, hepatic bile acid and cholesterol synthesis and serum cholesterol in rats. *The Journal of nutrition*, 126(7), 1766-1771.
<https://doi.org/10.1093/jn/126.7.1766>

Ghasemlou, M., Khodaiyan, F. et Oromiehie, A. (2011). Physical, mechanical, barrier, and thermal properties of polyol-plasticized biodegradable edible film made from kefiran. *Carbohydrate Polymers*, 84(1), 477-483. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.12.010>

Gheribi, R., Gharbi, M.A., El Ouni, M. et Khwaldia, K. (2019). Enhancement of the physical, mechanical and thermal properties of cactus mucilage films by blending with polyvinyl alcohol. *Food Packaging and Shelf Life*, (22): 100386.
<https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2019.100386>

González Sandoval, DC., Luna Sosa, B., Martínez-Ávila, GCG., Rodríguez Fuentes, H., Avendaño Abarca, VH. et Rojas, R. (2019). Formulation and characterization of edible films based on organic mucilage from Mexican *Opuntia ficus-indica*. *Coatings*, 9(8) :1-11.
<https://doi:10.3390/coatings9080506>.

Goupy, J. (2006). Les plans d'expériences. *Revue Modulad*, (34), 74-116.
<http://www.modulad.fr/archives/numero-34/Goupy-34/goupy-34.pdf>.

Goupy, J. et Creighton, L. (2006). Introduction aux plans d'expériences (3ème édition) :
Donud, 336p.

Han, J.H. (2014). Edible Films and Coatings: A Review (second edition). *Innovations in food packaging: Elsevier*.213-255. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-394601-0.00009-6>.

Hernández Maury, S., Ludueña Leandro, N. et Flores Silvia, K. (2023). Citric acid, chitosan and oregano essential oil impact on physical and antimicrobial properties of cassava starch films. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, 5,1-13.
<https://doi.org/10.1016/j.carpta.2023.100307>.

Hernandez-Hernandez, O., Ferreira-Lazarte, A., Tiwari, B. et Villamiel, M. (2024). Update of high-intensity ultrasound applications for the extraction of pectin from agri-food by products. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 175,1-11.
<https://doi.org/10.1016/j.trac.2024.117728>.

Hosseini, S.S., Khodaiyan, F., Kazemi, M. et Najari, Z. (2019). Optimization and characterization of pectin extracted from sour orange peel by ultrasound assisted method. *International Journal of Biological Macromolecules*, 125, 621-629.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.12.096>.

Huynh, T. D. U. (2016). Structuration de matrices à base de pectine : formulation, caractérisation, fonctionnalités et libération contrôlée lors de l'encapsulation (Doctoral dissertation), Université de Bourgogne.

Hyun-Jung, C., Ahra, C. et Seung-Taik, L. (2014). Utilization of germinated and heat-moisture treated brown rices in sugar-snap cookies. *LWT - Food Science and Technology*, **57**, 260-266. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2014.01.018>.

International Organization for Standardization 'ISO'. (2019). Emballages actifs et intelligents-Partie 1 : Exigences générales. Genève: ISO, 20976-1 :2019. 26 p.
<https://www.iso.org/standard/70372.html>.

Ishii, T. (1995). Pectic polysaccharides from bamboo shoot cell-walls. *Journal of the Japan Wood Research Society*, 41, (7), 669-676.

ISO. (2021). ISO 6888-1:2021: Microbiology of the food chain - Horizontal method for the enumeration of *Staphylococcus aureus*-. <https://www.iso.org/standard/76672.html>.

ISO 4833-2, ISO 4833–2. (2013). Microbiology of the Food Chain — Horizontal Method for the Enumeration of Microorganisms — Part 2: Colony Count at 30 °C by the Surface Plating Technique, 2013. <https://www.iso.org/standard/59509.html>.

JORA N °38 (2014). Arrêté du 28 Rajab 1435 28 mai 2014 Rendant obligatoire la méthode de préparation des échantillons, de la suspension mère et des dilutions décimales en vue de l'examen microbiologique. Repéré à : <https://www.commerce.gov.dz/reglementation/arretedu-28-mai-2014>.

JORA N °39 (2017). Arrêté interministériel du 2 Moharram 1438 correspondant au 4 octobre 2016 fixant les critères microbiologiques des denrées alimentaires. <https://www.joradp.dz/FTP/JO-FRANCAIS/2017/F2017039.pdf>.

JORA N °48 (2015). Arrêté du 14 Chaàbane 1436 correspondant au 2 juin 2015 rendant obligatoire la méthode horizontale pour le dénombrement des levures et moisissures par comptage des colonies dans les produits, dont l'activité d'eau est supérieure à 0,95. <https://www.joradp.dz/FTP/jo-francais/2015/F2015048.pdf>.

Journal Officiel Algérien. (2012). Décret exécutif n°12-03 du 4 Janvier 2012 relatif aux critères microbiologiques des aliments. *Journal Officiel de la République Algérienne*. <https://www.joradp.dz/HAR/Index.htm>.

Kartel, M. T., Kupchik, L. A. et Veisov, B. K. (1999). Evaluation of pectin binding of heavy metal ions in aqueous solutions. *Chemosphere*, 38(11), 2591-2596. [https://doi.org/10.1016/S0045-6535\(98\)00466-4](https://doi.org/10.1016/S0045-6535(98)00466-4).

Khamsucharit, P., Laohaphatanalert, K., Gavinlertvatana, P., Ssiroth, K. et Sangseethong, K. (2017). Characterization of pectin extracted from banana peels of different varieties. *Food science and biotechnology*, 27, 623-629. <https://doi.org/10.1007/s10068-017-0302-0>.

Khotimchenko, M., Kovalev, V. et Khotimchenko, Y. (2007). Equilibrium studies of sorption of lead (II) ions by different pectin compounds. *Journal of hazardous materials*, 149(3), 693-699. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.04.030>.

Khubber, S., Kazemi, M., Amiri Samani, S., Lorenzo, J. M., Simal-Gandara, J. et Barba, F. J. (2023). Structural-functional variability in pectin and effect of innovative extraction methods: An integrated analysis for tailored applications. *Food Reviews International*, 39(4), 2352-2377. <https://doi.org/10.1080/87559129.2021.1952422>.

Kittisuban, P., Ritthiruangdej P. et Suphantharika, M. (2014). Optimization of hydroxypropylmethylcellulose, yeast β -glucan, and whey protein levels based on physical properties of gluten free rice bread using response surface methodology. *LWT-Food Science and Technology*, 57(2): 738-748. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2014.02.045>.

Koubala, B.B., Kansci, G., Mbome, L.I., Crépeau, M.-J., Thibault, J.F. et Ralet, M. C. (2008). Effect of extraction conditions on the yield and rheological properties of pectin from mango peels. *Food Hydrocolloids*, 22(7), 1345-1351. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2007.07.005>.

Kourou, F. et Idris, R. (2024). Écorces d'agrumes : compositions, bienfaits et valorisations en agroalimentaire (Doctoral dissertation), Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou.

Kratchanova, M., Pavlova, E. et 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. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2004.01.009>.

Lara-Espinoza, C., Carvajal-Millán, E., Balandrán-Quintana, R., López-Franco, Y. et Rascón-Chu, A. (2018). Pectine et matériaux composites à base de pectine : Au-delà de la texture des aliments. *Molécules*, 23 (4), 942. <https://doi.org/10.3390/molecules23040942>.

Li, W. J., Fan, Z. G., Wu, Y. Y., Jiang, Z. G. et Shi, R. C. (2019). Eco-friendly extraction and physicochemical properties of pectin from jackfruit peel waste with subcritical water. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 99(12), 5283-5292. <https://doi.org/10.1002/jsfa.9729>.

Linares-García, J.A., Ramos-Ramírez, E.G. et Salazar-Montoya, J. A. (2015). Viscoelastic properties and textural characterization of high methoxyl pectin of hawthorn

(*Crataegus pubescens*) in a gelling system. *International Journal of Food Science and Technology*, 50(6), 1484-1493. <https://doi.org/10.1111/ijfs.12792>.

Lorevice, M. V., Otoni, C. G., de Moura, M. R. et Mattoso, L. H. C. (2016). Chitosan nanoparticles on the improvement of thermal, barrier, and mechanical properties of high-and low-methyl pectin films. *Food Hydrocolloids*, 52, 732-740. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.08.003>

Ma, X., Chen, W., Yan, T., Wang, D., Hou, F., Miao, S. et Liu, D. (2020). Comparison of citrus pectin and apple pectin in conjugation with soy protein isolate (SPI) under controlled dry heating conditions. *Food Chemistry*, 309. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125501>.

Mada, T., Duraisamy, R. et Guesh, F. (2022). Optimization and characterization of pectin extracted from banana and papaya mixed peels using response surface methodology. *Food Science and Nutrition*. 10 (4), 1222-1238. <https://doi.org/10.1002/fsn3.2754>.

Mahé, J. (2019). *La Pectine : applications d'un polymère biodégradable dans le domaine de la santé* (Doctoral dissertation).

Matos, M. E. et Rosell, C. M. (2013). Quality indicators of rice-based gluten-free bread- like products: relationships between dough rheology and quality characteristics. *Food Bioprocess Technology*, 6, 2331-2341. <http://dx.doi.org/10.1007/s11947-012-0903-9>.

Mahmoud, M. H., Abu-Salem, F. M. et El-Sayed, H. A. D. (2022). A Comparative Study of Pectin Green Extraction Methods from Apple Waste: Characterization and Functional Properties. *International Journal of Food Science*, 1-9. <https://doi.org/10.1155/2022/2865921>.

Mesbahi, G., Jamalian, J. et Farahnaky, A. (2005). A comparative study on functional properties of beet and citrus pectins in food systems. *Food Hydrocolloids*, 19(4), 731-738. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2004.08.002>.

Miceli-Garcia L. (2014). Pectin from apple pomace: extraction, characterization, and utilization in encapsulating alpha-tocopherol acetate. (Thèse de doctorat). Université de Nebraska - Lincoln, États-Unis. [Http://digitalcommons.unl.edu/foodscidiss/40](http://digitalcommons.unl.edu/foodscidiss/40).

Mogol, B.A. et Gökmen, V. (2014). Mitigation of acrylamide and hydroxymethylfurfural in biscuits using a combined partial conventional baking and vacuum post-baking process: Preliminary study at the lab scale. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 26, 265-270. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2014.05.002>.

Mouawad, C. (2007). Transfert de matière dans un système solide/liquide "ions/eau/pectine" : interactions, partage ionique et simulation par dynamique moléculaire (Doctoral dissertation), Institut National Polytechnique de Lorraine.

Moussaoui, B., Rahali, A., Guemou, L. et Riazi, A. (2022). Development and characterization of edible biofilms based on mucilage of *Opuntia ficus-indica* and Locust Bean Gum from Tissemsilt region in Algeria. *South Asian Journal of Experimental Biology*, 12(1):117-127. [https://doi.org/10.38150/sajeb.12\(1\).p117-127](https://doi.org/10.38150/sajeb.12(1).p117-127).

Müller-Maatsch,

J., Bencivenni, M., Caligiani, A., Tedeschi, T., Bruggeman, G., Bosch, M., Petrusan, J., Van, B.D., Kathy, E. et Stefano, S. (2016). Pectin content and composition from food waste: Correlation with extraction conditions. *Carbohydrate Polymers*, 201, 37-45. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.01.012>.

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.

Nasrollahzadeh, M., Sajjadi, M., Irvani, S. et Varma, R. S. (2021). Starch, cellulose, pectin, gum, alginate, chitin and chitosan derived (nano) materials for sustainable water treatment: A review. *Carbohydrate polymers*, 251. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116986>.

Noreen, A., Akram, J., Rasul, I., Mansha, A., Yaqoob, N., Iqbal, R., Shazia, T., Zuber, M. et Zia, K. M. (2017). Pectins functionalized biomaterials; a new viable approach

for biomedical applications: A review. *International journal of biological macromolecules*, 101, 254-272. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.03.029>

Nsom, M. V., Etape, E. P., Tendo, J. F., Namond, B. V., Chongwain, P. T., Yufanyi, M. D. et William, N. (2019). A green and facile approach for synthesis of starch-pectin magnetite nanoparticles and application by removal of methylene blue from textile effluent. *Journal of Nanomaterials*, (1), 1-12. <https://doi.org/10.1155/2019/4576135>

Oakenfull, D. G. (1991). The chemistry of high-methoxyl pectins. *The chemistry and technology of pectin*, 87-108.

Øbro, J., Harholt, J., Scheller, H. V. et Orfila, C. (2004). Rhamnogalacturonan I in *Solanum tuberosum* tubers contains complex arabinogalactan structures. *Phytochemistry*, 65(10),1429-1438. <https://doi.org/10.1016/j.phytochem.2004.05.002>.

Organisation Mondiale de la Santé ‘OMS’. (2021). Specifications for pharmaceutical substances. WHO Technical Report Series, No. 1033, Annexe 2, 12p. <https://www.who.int/publications/m/item/trs-1033>

Otoni, C. G., de Moura, M. R., Aouada, F. A., Camilloto, G. P., Cruz, R. S., Lorevice, M.V., Soares, N.F.F. et Mattoso, L.H.C. (2014). Antimicrobial and physical-mechanical properties of pectin/papaya puree/cinnamaldehyde nanoemulsion edible composite films. *Food Hydrocolloids*, 41, 188-194. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.04.013>.

Palko-Łabuz, A., Maksymowicz, J., Sobieszcańska, B., Wikiera, A., Skonieczna, M., Wesolowska, O. et Środa-Pomianek, K. (2021). Newly obtained apple pectin as an adjunct to irinotecan therapy of colorectal cancer reducing *E. coli* adherence and β -glucuronidase activity. *Cancers*, 13(12). <https://doi.org/10.3390/cancers13122952>.

Phaviphu, K., Kamlai, L., Paiboolya, G., Klanarong, S. et Kunruedee, S. (2018). Characterization of pectin extracted from banana peels of different varieties. *Food Science and Biotechnology*, 27(3),623-629. <https://doi.org/10.1007/s10068-017-0302-0>

Picot-Allain, M.C.N., Ramasawmy, B. et Emmambux, M.N. (2022). Extraction, characterisation, and application of pectin from tropical and sub-tropical fruits: a

review. *Food Reviews International*, 38(3), 282-312.
<https://doi.org/10.1080/87559129.2020.1733008>

Raghav, S., Nehra, S. et Kumar, D. (2019). Biopolymer scaffold of pectin and alginate for the application of health hazardous fluoride removal studies by equilibrium adsorption, kinetics and thermodynamics. *Journal of Molecular Liquids*, 284, 203-214.
<https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.03.155>

Rahman, M.d.S., Khan, S. S., Ahmed, M.D.W., Jony, M.D.E., Das, P. C. et Uddin, M.D.B. (2023). Extraction of pectin from Elephant Apple and Pomelo fruit peels: Valorization of fruit waste towards circular economy. *Food Chemistry Advances*, 3, 1-7.
<https://doi.org/10.1016/j.focha.2023.100544>

Raji, Z., Khodaiyan, F., Rezaei, K., Kiani, H. et Hosseini, S.S. (2017). Extraction optimization and physicochemical properties of pectin from melon peel, 98,709-716.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.01.146>

Renard, C. M. et Thibault, J. F. (1993). Structure and properties of apple and sugar-beet pectins extracted by chelating agents. *Carbohydrate Research*, 244(1), 99-114.
[https://doi.org/10.1016/0008-6215\(93\)80007-2](https://doi.org/10.1016/0008-6215(93)80007-2)

Rojas-Graü, M.A., Soliva-Fortuny, R. et Martín-Belloso, O. (2009). Edible coatings to incorporate active ingredients to fresh-cut fruits: A review. *Trends in Food Science & Technology*, 20(10), 438-447. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2009.05.002>

Roman-Benn, A., Contador, C. A., Li, M. W., Lam, H. M., Ah-Hen, K., Ulloa, P. E. et Ravanal, M. C. (2023). Pectin: An overview of sources, extraction and applications in food products, biomedical, pharmaceutical and environmental issues. *Food Chemistry Advances*, 2, <https://doi.org/10.1016/j.focha.2023.100192>

Roy, S., Priyadarshi, R., Łopusiewicz, Ł., Biswas, D., Chandel, V. et Rhim, J. W. (2023). Recent progress in pectin extraction, characterization, and pectin-based films for active food packaging applications: A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 239. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.124248>

Santos, E.E., Amaro, R.C., Bustamante, C.C.C., Guerra, M.H.A., Soares, L.C. et Froes, R.E.S. (2020). Extraction of pectin from agroindustrial residue with an ecofriendly solvent: Use of FTIR and chemometrics to differentiate pectins according to degree of methyl esterification. *Food Hydrocolloids*, 107. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.105921>

Sebaoui, O. (2018). *Modélisation et optimisation de l'extraction de la pectine à partir du zeste de citron et de son utilisation dans l'encapsulation des composés phénoliques des margines de l'industrie oléicole* (Doctoral dissertation). Université Mouloud Mammeri, TIZI OUZOU.

Serguschenko, I., Kolenchenko, E. et Khotimchenko, M. (2007). Low esterified pectin accelerates removal of lead ions in rats. *Nutrition research*, 27(10), 633-639. <https://doi.org/10.1016/j.nutres.2007.06.005>

Sharma, P., Gautam, K., Pandey, A. K., Gaur, V. K., Farooqui, A. et Younis, K. (2021). Pectin. *Biomass, Biofuels, Biochemicals*. Elsevier, 101-128. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821888-4.00020-4>

Simurina, O.D., Ikonc, B.B., Jevtic-Mucibabic, R.C., Belovic, M.M., Koprivica, G.B. et Misljenovic, N.M. (2012). Application of response surface methodology in the development of specialty bread with sugar beet molasses, flax seed and v italwheatgluten. *Food and Feed Research*, 39(1), 11-21.

Sotanaphun, U., Chaidedgumjorn, A., Kitcharoen, N., Satiraphan, M., Asavapichayont, P. et Sriamornsak, P. (2012). Preparation of Pectin from Fruit Peel of *Citrus maxima*. *Silpakorn University Science & Technology Journal*, 6(1), 42-48. <https://doi.org/10.14456/sustj.2012.3>

Sothornvit, R. et Krochta, J.M. (2005). 23 - Plasticizers in edible films and coatings. *Food Science and Technology*, 403-433. <https://doi.org/10.1016/B978-012311632-1/50055-3>

Spinei, M. et Oroian, M. (2023). Structural, functional and physicochemical properties of pectin from grape pomace as affected by different extraction techniques. *International Journal of Biological Macromolecules*, 224, 739-753. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2022.10.162>

Spinei, M. et Oroian Mircea. (2022). The Influence of Extraction Conditions on the Yield and Physico-Chemical Parameters of Pectin from Grape Pomace. *Polymers*, 14(378), 1-18. <https://doi.org/10.3390/polym14071378>

Sriamornsak, P. (2003). Chemistry of pectin and its pharmaceutical uses: A review. *Silpakorn University International Journal*, 3(1-2), 206-228. <https://thaiscience.info/Journals/Article/SUIJ/10559523.pdf>

Srivastava, V., McKee, L. S. et Bulone, V. (2017). Plant Cell Walls. *eLSChester*, 1-17. <https://doi.org/10.1002/9780470015902.a0001682.pub3>

Thakur, B.R., Singh, R.K., Handa, A.K. et Rao M.A. (1997). Chemistry and Uses of pectin. A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 37(1), 47-73. <https://doi.org/10.1080/10408399709527767>

Thirugnanasambandham, K., Sivakumar, V. et Maran, J.P. (2014). Process optimization and analysis of microwave assisted extraction of pectin from dragon fruit peel. *Carbohydrate Polymers*, 112, 622-626. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.06.044>

Tilly Gérard. (2010). Pectines. *Techniques de l'ingénieur*. F5000 v1. <https://doi.org/10.51257/a-v1-f5000>. Consulté le 13/06/2025.

Tsuru, C., Umada, A., Noma, S., Demura, M. et Hayashi, N. (2021). Extraction of pectin from Satsuma mandarin orange peels by combining pressurized carbon dioxide and deionized water: A green chemistry method. *Food and Bioprocess Technology*, 14, 1341-1348. <https://doi.org/10.1007/s11947-021-02644-9>

Vidal, N.P., Bai, W., Geng, M. et Martinez, M.M. (2022). Organocatalytic acetylation of pea starch: effect of alkanoyl and tartaryl groups on starch acetate performance. 294, 1-12. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2022.119780>

Virk, B. S. et Sogi, D. S. (2004). Extraction and Characterization of Pectin from Apple (*Malus Pumila*. Cv Amri) Peel Waste. *International Journal of Food Properties*, 7(3), 693-703. <https://doi.org/10.1081/JFP-200033095>

Voragen, A.G. J., Coenen, G.J., Verhoef, R.P. et Schols, H.A. (2009). Pectin, a versatile polysaccharide present in plant cell walls. *Structural Chemistry*, 20(2), 263-275. <https://doi.org/10.1007/s11224-009-9442-z>

Wai, W.W., Alkarkhi, A.F.M. et Mat, E.A. (2010). Effect of extraction conditions on yield and degree of esterification of durian rind pectin: An experimental design. *Food and Bioproducts Processing*, 88(2-3), 209-214. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2010.01.010>

Wandee, Y., Uttapap, D. et Mischnick, P. (2019). Yield and structural composition of pomelo peel pectins extracted under acidic and alkaline conditions. *Food Hydrocolloids*, 87, 237-244. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.08.017>

Wang, C., Qiu, W.Y., Chen, T.T. et Yan, J.K. (2021). Effects of structural and conformational characteristics of citrus pectin on its functional properties. *Food Chemistry*, 339. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.128064>

Wicker, L., Kim, Y., Kim, M. J., Thirkield, B., Lin, Z. et Jung, J. (2014). Pectin as a bioactive polysaccharide—Extracting tailored function from less. *Food Hydrocolloids*, 42(2), 251-259. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.01.002>

Willats, W.G.T., Knox, J.P. et Mikkelsen, J.D. (2006). Pectin: new insights into an old polymer are starting to gel. *Trends Food Sciences and Technology*, 17(3), 97-104. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2005.10.008>

Wong, D., (2008). Enzymatic deconstruction of backbone structures of the ramified regions in pectins. *The protein journal*, 27, 30-42. <https://doi.org/10.1007/s10930-007-9105-0>.

Wongkaew, M., Sommano, S., Tangpao, T., Rachtanapun, P., Jantanasakulwong, K. (2020). Mango peel pectin by microwave-assisted extraction and its use as a fat replacement in dried Chinese sausage. *Foods*, 9(4),1-17. <https://doi.org/10.3390/foods 9040450>

Yapo, B. M., Robert, C., Etienne, I., Wathelet, B. et Paquot, M. (2007). Effect of extraction conditions on the yield, purity and surface properties of sugar beet pulp pectin extracts. *Food chemistry*, 100(4), 1356-1364. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.12.012>

Yarligan, U.S. et Yildirim, E. (2014). Extraction and Characterization of Pectin from Red Hawthorn (*Crataegus* spp.) Using Citric Acid and Lemon Juice. *Asian Journal of Chemistry*, 26(19), 6674-6678. <http://dx.doi.org/10.14233/ajchem.2014.17590>

Yi, L., Cheng, L., Yang, Q., Shi, K., Han, F., Luo, W. et Duan, S. (2024). Source, Extraction, Properties, and Multifunctional Applications of Pectin: A Short Review. *Polymers*, 16(20), 1-18. <https://doi.org/10.3390/polym16202883>

Yilmaz-Turan, S., G'al, T., Lopez-Sanchez, P., Martinez, M.M., Menzel, C. et Vilaplana, F. (2023). Modulating temperature and pH during subcritical water extraction tunes the molecular properties of apple pomace pectin as food gels and emulsifiers. *Food Hydrocolloids*, 145, 1-13. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2023.109148>

Yu, M., Xia, Y., Zhou, M., Guo, Y., Zheng, J. et Zhang, Y. (2021). Effects of different extraction methods on structural and physicochemical properties of pectins from finger citron pomace. *Carbohydrate Polymers*, 285. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.117662>

Zhang, W., Song, J., He, Q., Wang, H., Lyu, W., Feng, H., Xiong, W., Guo, W., Wu, J. et Chen, L. (2020). Novel pectin based composite hydrogel derived from grapefruit peel for enhanced Cu (II) removal. *Journal of hazardous materials*, 384. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2019.121445>

Zhang, W., Sun, J., Li, Q., Liu, C., Yue, R., Zhang, Y., Niu, F., Zhu, H., Ma, C. et Deng, S. (2025). Effects of different extraction solvents on the compositions, primary structures, and anti-inflammatory activity of pectin from sweet potato processing by-products. *Carbohydrate Polymers*, 347, 1-10. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2024.122766>

Zhang, Y., Pandiselvam, R., Zhu, H., Su, D., Wang, H., Ai, Z., Kothakota, A., Khaneghah, M.A. et Liu, Y. (2022). Impact of radio frequency treatment on textural properties of food products: An updated review. *Trends in Food Science & Technology*, 124, 154-166. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2022.04.014>

Annexes

Annexes

Composition des milieux de culture utilisés en analyses microbiologiques

Plate Count Agar (PCA)

- Extrait de levure : **2.5 g**
- Peptone : **5.0 g**
- Glucose : **1.0 g**
- Agar : **15.0 g**

Utilisation : Dénombrement des bactéries aérobies mésophiles totales.

Oxytetracycline Glucose Agar (OGA)

- Extrait de levure : **5.0 g**
- Peptone : **5.0 g**
- Glucose : **10.0 g**
- Agar : **15.0 g**
- Oxytétracycline : **0.01 g** (ajout après autoclavage)

Utilisation : Isolement des levures et moisissures

Violet Red Bile Lactose Agar (VRBL)

- **Peptone: 7.0 g**
- **Extrait de levure: 3.0 g**
- **Lactose: 10.0 g**
- **Sels biliaires: 1.5 g**
- **Rouge de méthyle: 0.03 g**
- **Violet de cristal: 0.002 g**
- **Agar: 15.0 g**

Utilisation : Détection et dénombrement des coliformes.

Étude statistiques ANOVA

Report

1: pectine1, 2: pectine2, 3: pectine3, 4: pectine4, 5: pectine5, 6: pectine6, 7: pectine7, 8: pectine8, 9: pectine9		Rendement d'extraction (%)	Degré d'estérification (%)	Teneur en Méthoxy (%)	Teneur en cendre (%)	Capacité de rétention d'eau (g/g)	Capacité de rétention d'huile (g/g)
1	Mean	6.8000	18.7667	5.9267	.7300	4.0800	1.5000
	N	3	3	3	3	3	3
	Std. Deviation	.20000	.25166	.12503	.02000	.08000	.10000
2	Mean	7.6900	21.9667	6.9433	.8800	4.7500	2.7500
	N	3	3	3	3	3	3
	Std. Deviation	.19000	.45092	.19502	.03000	.15000	.15000
3	Mean	8.4300	37.6333	11.9000	1.2700	4.2600	2.1600
	N	3	3	3	3	3	3
	Std. Deviation	.18000	.60277	.20000	.03000	.16000	.16000
4	Mean	5.2900	39.2667	12.4167	1.0000	6.5700	2.3200
	N	3	3	3	3	3	3
	Std. Deviation	.19000	.45092	.21502	.03000	.17000	.12000
5	Mean	6.9500	42.7333	13.5033	1.2700	8.1300	4.4100
	N	3	3	3	3	3	3
	Std. Deviation	.20000	.55076	.20008	.02000	.13000	.21000
6	Mean	7.0400	43.4667	13.7367	1.3300	7.2733	3.1200
	N	3	3	3	3	3	3
	Std. Deviation	.19000	.45092	.18502	.03000	.17010	.12000
7	Mean	4.1300	46.4333	14.6767	1.1500	9.1000	4.4100
	N	3	3	3	3	3	3
	Std. Deviation	.18000	.40415	.17502	.03000	.20000	.16000
8	Mean	5.8500	50.7667	16.0467	1.4200	10.0800	4.6800
	N	3	3	3	3	3	3
	Std. Deviation	.20000	.45092	.20008	.03000	.18000	.18000
9	Mean	6.4600	67.0000	21.1767	1.4900	8.5000	4.2200
	N	3	3	3	3	3	3
	Std. Deviation	.21000	.60000	.22502	.03000	1.56205	.17000
Total	Mean	6.5156	40.8926	12.9252	1.1711	6.9715	3.2856
	N	27	27	27	27	27	27
	Std. Deviation	1.24589	13.93198	4.40523	.24547	2.16262	1.13646

ANOVA

			Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
pectine1	Between Groups	(Combined)	644.401	5	128.880	5695.666	.000
		Linear Term Contrast	245.960	1	245.960	10869.837	.000
		Deviation	398.441	4	99.610	4402.124	.000
	Within Groups		.272	12	.023		
Total			644.673	17			
pectine2	Between Groups	(Combined)	850.739	5	170.148	3157.057	.000
		Linear Term Contrast	291.084	1	291.084	5401.000	.000
		Deviation	559.655	4	139.914	2596.072	.000
	Within Groups						

	Within Groups		.647	12	.054		
	Total		851.386	17			
pectine3	Between	(Combined)	2804.926	5	560.985	6899.716	.000
	Groups	Linear Term Contrast	865.389	1	865.389	10643.664	.000
		Deviatio n	1939.537	4	484.884	5963.729	.000
	Within Groups		.976	12	.081		
	Total		2805.902	17			
pectine4	Between	(Combined)	3085.376	5	617.075	11224.083	.000
	Groups	Linear Term Contrast	662.768	1	662.768	12055.193	.000
		Deviatio n	2422.608	4	605.652	11016.305	.000
	Within Groups		.660	12	.055		
	Total		3086.035	17			
pectine5	Between	(Combined)	3467.571	5	693.514	9355.659	.000
	Groups	Linear Term Contrast	710.351	1	710.351	9582.785	.000
		Deviatio n	2757.221	4	689.305	9298.878	.000
	Within Groups		.890	12	.074		
	Total		3468.461	17			
pectine6	Between	(Combined)	3690.573	5	738.115	13931.071	.000
	Groups	Linear Term Contrast	847.055	1	847.055	15987.193	.000
		Deviatio n	2843.518	4	710.880	13417.041	.000
	Within Groups		.636	12	.053		
	Total		3691.209	17			
pectine7	Between	(Combined)	4284.284	5	856.857	17554.546	.000
	Groups	Linear Term Contrast	660.318	1	660.318	13528.035	.000
		Deviatio n	3623.966	4	905.992	18561.174	.000
	Within Groups		.586	12	.049		
	Total		4284.870	17			
pectine8	Between	(Combined)	5036.924	5	1007.385	17315.629	.000
	Groups	Linear Term Contrast	870.716	1	870.716	14966.467	.000
		Deviatio n	4166.208	4	1041.552	17902.919	.000
	Within Groups		.698	12	.058		
	Total		5037.622	17			

pectine9	Between	(Combined)	9290.586	5	1858.117	3812.130	.000
	Groups	Linear Term Contrast	1825.520	1	1825.520	3745.253	.000
		Deviatio n	7465.066	4	1866.266	3828.850	.000
	Within Groups		5.849	12	.487		
	Total		9296.435	17			

ANOVA

Rendement d'extraction

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	38.204	8	4.776	1423.164	.000
Within Groups	.060	18	.003		
Total	38.264	26			

Multiple Comparisons

Dependent Variable: Rendement d'rxtraction

	(I) pectine	(J) pectine	Mean Difference		Sig.	95% Confidence Interval	
			(I-J)	Std. Error		Lower Bound	Upper Bound
LSD	1	2	.94000*	.04730	.000	.8406	1.0394
		3	.53667*	.04730	.000	.4373	.6360
		4	3.43333*	.04730	.000	3.3340	3.5327
		5	.62000*	.04730	.000	.5206	.7194
		6	-.82333*	.04730	.000	-.9227	-.7240
		7	2.29333*	.04730	.000	2.1940	2.3927
		8	1.09667*	.04730	.000	.9973	1.1960
		9	1.72000*	.04730	.000	1.6206	1.8194
		2	1	3	-.94000*	.04730	.000
4	-.40333*			.04730	.000	-.5027	-.3040
5	2.49333*			.04730	.000	2.3940	2.5927
6	-.32000*			.04730	.000	-.4194	-.2206
7	-1.76333*			.04730	.000	-1.8627	-1.6640
8	1.35333*			.04730	.000	1.2540	1.4527
9	.15667*			.04730	.004	.0573	.2560
9	.78000*			.04730	.000	.6806	.8794
3	1	-.53667*	.04730	.000	-.6360	-.4373	

	2	.40333*	.04730	.000	.3040	.5027
	4	2.89667*	.04730	.000	2.7973	2.9960
	5	.08333	.04730	.095	-.0160	.1827
	6	-1.36000*	.04730	.000	-1.4594	-1.2606
	7	1.75667*	.04730	.000	1.6573	1.8560
	8	.56000*	.04730	.000	.4606	.6594
	9	1.18333*	.04730	.000	1.0840	1.2827
4	1	-3.43333*	.04730	.000	-3.5327	-3.3340
	2	-2.49333*	.04730	.000	-2.5927	-2.3940
	3	-2.89667*	.04730	.000	-2.9960	-2.7973
	5	-2.81333*	.04730	.000	-2.9127	-2.7140
	6	-4.25667*	.04730	.000	-4.3560	-4.1573
	7	-1.14000*	.04730	.000	-1.2394	-1.0406
	8	-2.33667*	.04730	.000	-2.4360	-2.2373
	9	-1.71333*	.04730	.000	-1.8127	-1.6140
5	1	-.62000*	.04730	.000	-.7194	-.5206
	2	.32000*	.04730	.000	.2206	.4194
	3	-.08333	.04730	.095	-.1827	.0160
	4	2.81333*	.04730	.000	2.7140	2.9127
	6	-1.44333*	.04730	.000	-1.5427	-1.3440
	7	1.67333*	.04730	.000	1.5740	1.7727
	8	.47667*	.04730	.000	.3773	.5760
	9	1.10000*	.04730	.000	1.0006	1.1994
6	1	.82333*	.04730	.000	.7240	.9227
	2	1.76333*	.04730	.000	1.6640	1.8627
	3	1.36000*	.04730	.000	1.2606	1.4594
	4	4.25667*	.04730	.000	4.1573	4.3560
	5	1.44333*	.04730	.000	1.3440	1.5427
	7	3.11667*	.04730	.000	3.0173	3.2160
	8	1.92000*	.04730	.000	1.8206	2.0194
	9	2.54333*	.04730	.000	2.4440	2.6427
7	1	-2.29333*	.04730	.000	-2.3927	-2.1940
	2	-1.35333*	.04730	.000	-1.4527	-1.2540
	3	-1.75667*	.04730	.000	-1.8560	-1.6573
	4	1.14000*	.04730	.000	1.0406	1.2394
	5	-1.67333*	.04730	.000	-1.7727	-1.5740
	6	-3.11667*	.04730	.000	-3.2160	-3.0173
	8	-1.19667*	.04730	.000	-1.2960	-1.0973
	9	-.57333*	.04730	.000	-.6727	-.4740

8	1	-1.09667*	.04730	.000	-1.1960	-.9973	
	2	-.15667*	.04730	.004	-.2560	-.0573	
	3	-.56000*	.04730	.000	-.6594	-.4606	
	4	2.33667*	.04730	.000	2.2373	2.4360	
	5	-.47667*	.04730	.000	-.5760	-.3773	
	6	-1.92000*	.04730	.000	-2.0194	-1.8206	
	7	1.19667*	.04730	.000	1.0973	1.2960	
	9	.62333*	.04730	.000	.5240	.7227	
	9	1	-1.72000*	.04730	.000	-1.8194	-1.6206
2		-.78000*	.04730	.000	-.8794	-.6806	
3		-1.18333*	.04730	.000	-1.2827	-1.0840	
4		1.71333*	.04730	.000	1.6140	1.8127	
5		-1.10000*	.04730	.000	-1.1994	-1.0006	
6		-2.54333*	.04730	.000	-2.6427	-2.4440	
7		.57333*	.04730	.000	.4740	.6727	
8		-.62333*	.04730	.000	-.7227	-.5240	
Tamhane	1	2	.94000*	.09068	.025	.1701	1.7099
		3	.53667	.05840	.017	-.3732	1.4466
		4	3.43333*	.05764	.003	2.4477	4.4190
		5	.62000	.05676	.010	-.4742	1.7142
		6	-.82333	.05578	.018	-2.0785	.4319
		7	2.29333*	.05558	.015	.9993	3.5874
		8	1.09667*	.05954	.024	.2738	1.9195
		9	1.72000*	.05676	.018	.6258	2.8142
		2	1	-.94000*	.09068	.025	-1.7099
3	-.40333		.07491	.015	-1.8111	1.0044	
4	2.49333*		.07431	.016	1.0007	3.9860	
5	-.32000		.07364	.019	-1.9238	1.2838	
6	-1.76333*		.07288	.039	-3.5147	-.0120	
7	1.35333		.07272	.017	-.4311	3.1378	
8	.15667		.07579	.027	-1.1436	1.4570	
9	.78000		.07364	.014	-.8238	2.3838	
3	1		-.53667	.05840	.044	-1.4466	.3732
	2	.40333	.07491	.018	-1.0044	1.8111	
	4	2.89667*	.02667	.000	2.6838	3.1095	
	5	.08333	.02472	.022	-.1322	.2989	
	6	-1.36000*	.02236	.000	-1.6246	-1.0954	
	7	1.75667*	.02186	.000	1.4668	2.0466	
	8	.56000*	.03055	.002	.3148	.8052	

	9	1.18333*	.02472	.000	.9678	1.3989
4	1	-3.43333*	.05764	.003	-4.4190	-2.4477
	2	-2.49333*	.07431	.016	-3.9860	-1.0007
	3	-2.89667*	.02667	.000	-3.1095	-2.6838
	5	-2.81333*	.02285	.000	-3.0000	-2.6266
	6	-4.25667*	.02028	.000	-4.4709	-4.0424
	7	-1.14000*	.01972	.000	-1.3734	-.9066
	8	-2.33667*	.02906	.000	-2.5828	-2.0906
	9	-1.71333*	.02285	.000	-1.9000	-1.5266
5	1	-.62000	.05676	.019	-1.7142	.4742
	2	.32000	.07364	.007	-1.2838	1.9238
	3	-.08333	.02472	.012	-.2989	.1322
	4	2.81333*	.02285	.000	2.6266	3.0000
	6	-1.44333*	.01764	.000	-1.6028	-1.2839
	7	1.67333*	.01700	.000	1.5040	1.8427
	8	.47667*	.02728	.007	.2127	.7406
	9	1.10000*	.02055	.000	.9387	1.2613
6	1	.82333	.05578	.011	-.4319	2.0785
	2	1.76333*	.07288	.039	.0120	3.5147
	3	1.36000*	.02236	.000	1.0954	1.6246
	4	4.25667*	.02028	.000	4.0424	4.4709
	5	1.44333*	.01764	.000	1.2839	1.6028
	7	3.11667*	.01333	.000	3.0102	3.2231
	8	1.92000*	.02517	.000	1.5808	2.2592
	9	2.54333*	.01764	.000	2.3839	2.7028
7	1	-2.29333*	.05558	.015	-3.5874	-.9993
	2	-1.35333	.07272	.017	-3.1378	.4311
	3	-1.75667*	.02186	.000	-2.0466	-1.4668
	4	1.14000*	.01972	.000	.9066	1.3734
	5	-1.67333*	.01700	.000	-1.8427	-1.5040
	6	-3.11667*	.01333	.000	-3.2231	-3.0102
	8	-1.19667*	.02472	.003	-1.5676	-.8257
	9	-.57333*	.01700	.001	-.7427	-.4040
8	1	-1.09667*	.05954	.024	-1.9195	-.2738
	2	-.15667	.07579	.007	-1.4570	1.1436
	3	-.56000*	.03055	.002	-.8052	-.3148
	4	2.33667*	.02906	.000	2.0906	2.5828
	5	-.47667*	.02728	.007	-.7406	-.2127
	6	-1.92000*	.02517	.000	-2.2592	-1.5808

	7	1.19667*	.02472	.003	.8257	1.5676
	9	.62333*	.02728	.003	.3594	.8873
9	1	-1.72000*	.05676	.018	-2.8142	-.6258
	2	-.78000	.07364	.014	-2.3838	.8238
	3	-1.18333*	.02472	.000	-1.3989	-.9678
	4	1.71333*	.02285	.000	1.5266	1.9000
	5	-1.10000*	.02055	.000	-1.2613	-.9387
	6	-2.54333*	.01764	.000	-2.7028	-2.3839
	7	.57333*	.01700	.001	.4040	.7427
	8	-.62333*	.02728	.003	-.8873	-.3594

*. The mean difference is significant at the 0.05 level.

ANOVA

		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Teneur en eau des biofilms (%)	Between Groups	77.040	8	9.630	226.588	.000
	Within Groups	.765	18	.042		
	Total	77.805	26			
Épaisseur des biofilms (mm)	Between Groups	.001	8	.000	28.386	.000
	Within Groups	.000	18	.000		
	Total	.001	26			

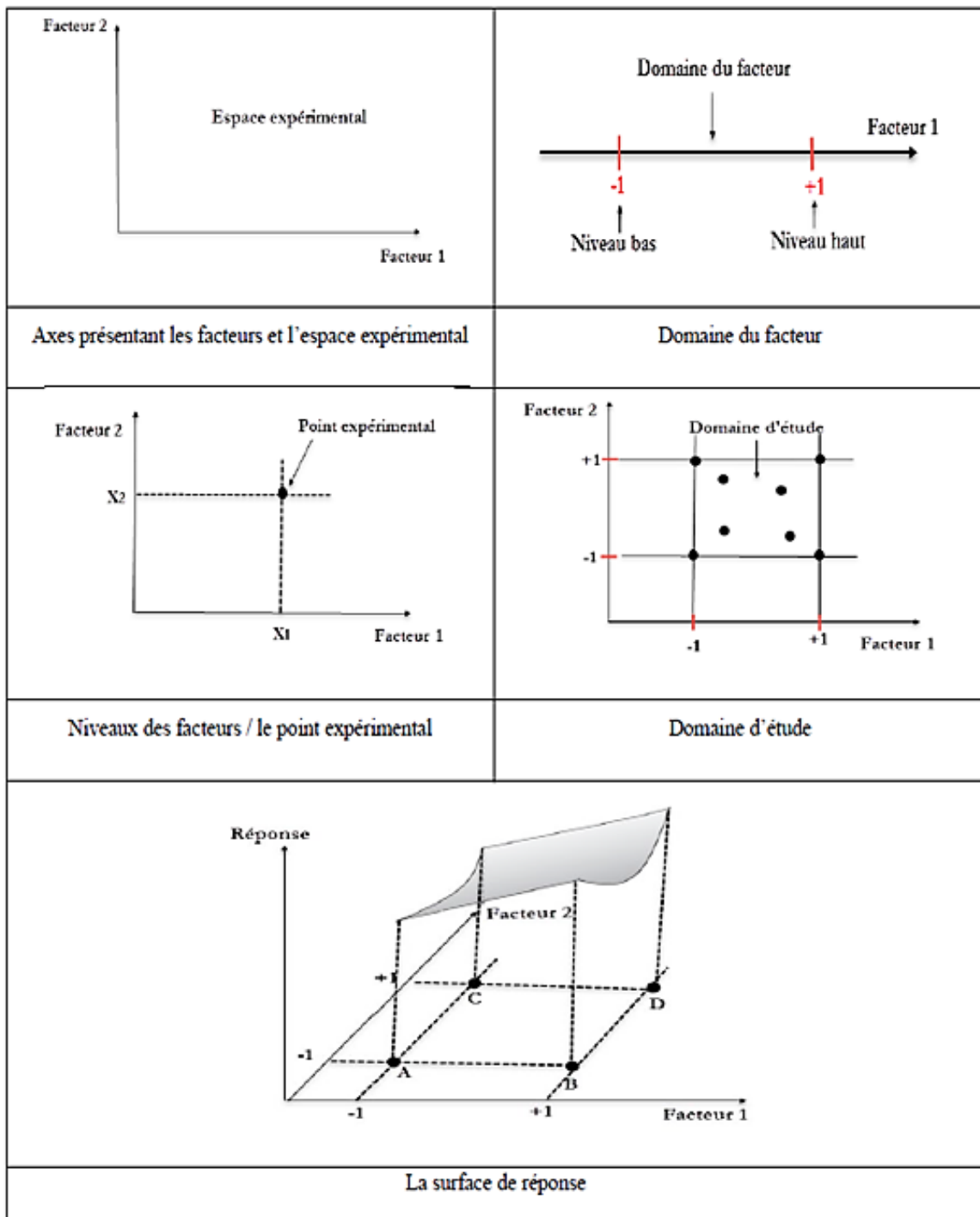


Figure : Représentation schématique des différents termes du RSM (Ben Tahar et Serrayh, 2021).

Tableau : Matériels de laboratoire utilisés pour l'extraction de la pectine et l'analyse de ses propriétés ainsi que celles des films préparés.

Équipement / Verrerie	Utilisation
Ballon bicole, bécher, erlenmeyer	Extraction, précipitation
Hotte aspirante	Manipulation des solvants organiques volatils
Agitateur magnétique + plaque chauffante	Maintien de la température et homogénéité des mélanges
pH-mètre	Suivi du pH pendant l'extraction
Centrifugeuse	Séparation des phases
Papier Filtre	Filtration de la pectine
Balance analytique	Pesée précise des réactifs
Etuve	Séchage des films ou résidus
Autoclave	Stérilisation des milieux microbiologiques
Boîtes de Petri	Culture bactérienne et coulage des biofilms
Incubateur microbiologique	Croissance des germes à 37 °C

Les réactifs chimiques et les solvants utilisés pour les différentes étapes expérimentales sont détaillés dans le tableau ci-dessus.

Tableau: Réactifs et solvants utilisés dans la partie expérimentale.

Nom	Formule chimique	Pureté	Masse molaire (g/mol)	Usage principal
Acide chlorhydrique	HCl	37–38 %	36.46	Extraction acide de la pectine
Acide citrique	C ₆ H ₈ O ₇	≥99 %	192.12	Préparation des biofilms
Éthanol	C ₂ H ₅ OH	≥99.8 %	46.07	Solvant organique polaire, précipitation de la pectine, désinfection
Acétone	C ₃ H ₆ O	≥99.5 %	58.08	Solvant organique moyennement polaire, test de solubilité
Chloroforme	CHCl ₃	≥99 %	119.38	Solvant organique non polaire, test de solubilité
Hexane	C ₆ H ₁₄	≥95 %	86.18	Solvant organique polaire, test de solubilité
Eau distillée	H ₂ O	—	—	Solvant

Hydroxyde de sodium	NaOH	≥98 %	40.00	Neutralisation, ajustement de pH
Agar-agar	—	Qualité bactériologique	—	Milieu de culture pour analyse microbiologique
Eau physiologique stérile	—	Préparée (8.5 g/L)	—	Diluant pour les analyses microbiologiques
