

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITÉ SALAH BOUBNIDER, CONSTANTINE 03
FACULTÉ OF GÉNIE DES PROCÉDÉ
DEPARTEMENT DE GÉNIE DE L'ENVIRONNEMENT

N° d'ordre :.....

Série :....

Mémoire

PRESENTÉ POUR L'OBTENTION DU DIPLOME MASTER
EN GÉNIE DES PROCÉDÉ
OPTION : GÉNIE DES PROCÉDÉ DE L'ENVIRONNEMENT

ETUDE DE L'EXTRACTION ET ÉVALUATION DES
SUBSTANCES PECTIQUES VALORISABLES À PARTIR DES
RÉSIDUS VÉGÉTAUX ET LEURS APPLICATIONS

Présenté par :

KHALID Noussa.

DJEMAA Malak.

MIMOUN Maya.

Dirigé par :

Prof. ARRIS Sihem.

Année universitaire

2024-2025

Session : Juin.

Sommaire

Remerciements

Dédicace

Résumé

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction Générale.....1

CHAPITRE 1 : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIES.

I.1 Le figuier barbarie en Algérie.....3

I.1.1 Avantages écologiques du figuier barbarie.....3

I.2 Composition de la plante d'Opuntia ficus-indica.....4

I.2.1 Cladodes (raquettes ou feuilles modifiées).....4

I.2.2 Fruits (figues de Barbarie).....5

I.2.3 Graines.....5

I.2.4 Fleurs.....6

I.3 Importance agroéconomique du figuier de barbarie.....6

I.4 Généralité sur la pectine.....7

I.4.1 Définition.....7

I.4.2 Structure chimique.....7

I.4.3 Les homogalacturonanes (HG)7

I.4.4 Rhamnogalacturonane.....8

I.4.4.1 Les rhamnogalacturonanes I (RGs-I).....8

I.4.4.2 Les Rhamnogalacturonanes de type II (RGs-II).....9

I.4.5 Principales sources de la pectine.....	9
I.4.6 Propriétés physique-chimique de la pectine.....	10
I.4.6.1 Solubilité et formation de précipités.....	10
I.4.6.2 Stabilité et dégradation	10
I.4.6.3 Viscosité.....	11
I.4.6.4 Gélification.....	11
I.4.6.5 Masse moléculaire.....	11
I.5 Techniques d'extraction de la pectine.....	12
I.5.1 Extraction par hydrolyse acide.....	12
I.5.2 Avantages et inconvénients de l'hydrolyse acide dans l'extraction de la pectine...	13
I.5.3 Extraction par les agents complexant.....	13
I.5.4 Extraction enzymatique.....	13
I.5.5 Extraction par chauffage assisté par ultrasons.....	14
I.5.6 Avantages et inconvénients des méthodes d'extraction de la pectine.....	14
I.6 Valorisation des raquettes de cactus en pectine et développement durable.....	15
I.6.1 Lien entre l'étude et les principes de la chimie verte.....	16
I.7 La valorisation des pectines et leurs applications.....	16
I.7.1 La valorisation des pectines.....	16
I.7.2 L'application de pectine.....	17
I.7.2.1 Pectines dans la nutrition et l'industrie alimentaire.....	17
I.7.2.2 Pectines dans la médecine et l'industrie pharmaceutique.....	18
I.7.2.3 Précautions à prendre avec les pectines.....	19
I.8 La pectine et les biofilms.....	20
I.8.1 Applications principales des biofilms à base de la pectine.....	20

I.8.1.1 Microcapsules de probiotiques.....	20
I.8.1.2 Biofilms médicaux	20
I.8.1.3 Biofilms agroalimentaires.....	20

CHAPITRE 2 : MATÉRIELS ET MÉTHODES.

II.1 Matériaux utilisés.....	21
II.1.1 Matériau végétal.....	21
II.1.2 Matériaux chimiques.....	21
II.2 Méthode et protocoles expérimentaux.....	22
II.2.1 Préparation de la poudre de figues de barbarie.....	22
II.3 Extraction de la pectine.....	25
II.3.1 Extraction par traitement acide	25
II.3.2 Extraction par un agent complexe.....	27
II.3.3 Détermination du rendement.....	28
II.3.4 Extraction hydrodistillation assistée par micro-ondes.....	28
II.3.5 Extraction hybride avec ultrasons.....	29
II.4 Techniques de caractérisation.....	30
II.4.1 Taux d'humidité des raquettes du figuier barbarie.....	30
II.5 Caractérisation physico-chimique de la pectine.....	31
II.5.1 Teneur en humidité de la pectine.....	32
II.5.2 Détermination du poids équivalent de la pectine (PE)	32
II.5.3 Détermination du taux de méthoxyle (MeO%).....	33
II.5.4 Degré d'estérification (DE %).....	35
II.5.5 Teneur en acide galacturonique.....	35
II.5.6 Spectrophotométrie infrarouge.....	35

II.6 Optimisation de l'extraction par Plan d'expérience.....	37
II.6.1 Choix des facteurs et niveaux.....	37
II.6.2 Type de plan.....	38
II.6.3 Mesure de la réponse.....	38
II.6.4 Analyse statistique.....	39
II.7 Procédure expérimentale de préparation de plastique biodégradable à base de poudre de figue de Barbarie.....	39
II.7.1 Procédure expérimentale de formulation du bioplastique.....	39
II.7.2 Caractérisation du biofilm pastique formuler.....	40

CHAPITRE 3 : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS.

III.1 Introduction.....	42
III.2 Taux d'humidité des feuilles de figuier de Barbarie.....	42
III.3 Extraction de la pectine.....	43
III.4 Modélisation de l'extraction acide de la pectine par plan d'expérience.....	45
III.4.1 Modèle Mathématique.....	45
III.4.2 Analyse Statistique des Résultats – ANOVA.....	46
III.4.3 Signification statistique.....	48
III.4.4 Validation du modèle.....	49
III.4.5 Interprétation du graphique d'interaction.....	49
III.4.6 Analyse graphique.....	50
III.4.7 Résultats d'optimisation des conditions opératoires.....	52
III.5 Analyses physico-chimiques.....	52
III.5.1 Taux de l'humidité de la pectine.....	53
III.5.2 Poids équivalent.....	54
III.5.3 Teneur En Méthoxyle.....	56

III.5.4 La teneur en acide galacturonique.....	57
III.5.5 Degré d'estérification (DE %).....	59
III.5.6 Spectres Infrarouges de la Pectine.....	60
III.5.6.1 Pour la pectine commerciale (PC)	61
III.5.6.2 Pour la pectine extraite par hydrolyse acide (PHA)	61
III.5.6.3 Pour la pectine extraite par hydrolyse acide assiste par ultrason (PHAU).....	62
III.6 Les Caractéristiques visuelles et macroscopique du bioplastique.....	64
III.7 Analyse du spectre FTIR du bioplastique préparé à partir de poudre de figuier de barbarie.....	66
Conclusion Générale.....	69
Références.....	71
Les Annexes.....	81

Résumé :

Le présent travail s'inscrit dans une démarche de valorisation des ressources végétales locales à travers l'étude du figuier de Barbarie (*Opuntia ficus-indica*), une plante xérophYTE largement répandue dans les zones arides et semi-arides d'Algérie. Reconnu pour sa richesse en composés bioactifs (pectines, flavonoïdes, mucilages, acides phénoliques, vitamines et minéraux), qui représente une source prometteuse pour le développement de produits à haute valeur ajoutée dans les secteurs agroalimentaire, cosmétique et pharmaceutique.

L'objectif principal de ce travail a été d'optimiser les conditions d'extraction de la pectine à partir des raquettes du figuier barbarie, en considérant différentes méthodes d'extraction (chimique acide, agents complexants, etc.) Il a été confirmé que la méthode d'extraction influence significativement la quantité et la qualité de la pectine extraite. L'extraction avec hydrolyse acide a donné un rendement de 1.2 %, contre l'extraction par ' ultrasons et par agent complexant, qui ont montré des rendements différents selon les conditions expérimentales.

L'extraction par hydrolyse acide, qui a montré le meilleur rendement, a été optimisée par un plan d'expérience afin d'établir un modèle mathématique. Les conditions optimales d'extraction sont : une température de 90 °C, une concentration d'acide de 0,10 et un temps d'extraction de 45 minutes, avec un rendement optimal de 1,2 %. Les extraits obtenus à partir des raquettes du figuier de Barbarie ont fait l'objet d'une caractérisation approfondie. Le taux d'humidité initial des raquettes a révélé une teneur en eau significative, reflétant la nature succulente du tissu végétal. La pectine extraite a été analysée pour sa teneur en humidité, son poids équivalent, ainsi que son taux de méthoxyle (MeO 4.71 %), permettant d'évaluer sa capacité de gélification. La teneur en acide galacturonique, constituant principal de la pectine, a été déterminé (46.11%), de même que le degré d'estérification (DE 84,6 %.), indicateur clé de sa fonctionnalité technologique. En complément, une analyse par spectroscopie infrarouge (IR) a permis d'identifier les groupes fonctionnels caractéristiques, confirmant la nature polysaccharidique du produit obtenu et la présence de groupements esters et hydroxyles.

Ces données confirment le potentiel du figuier de Barbarie en tant que matière première stratégique pour des applications industrielles durables, tout en contribuant à la valorisation économique des régions défavorisées et à la lutte contre la désertification.

Mots clés : pectine, cladodes, cactus, extraction, ultrason, hydrolyse acide, plan factoriels complet, optimisation.

Abstract:

This work is part of an approach to valorizing local plant resources through the study of the prickly pear cactus (*Opuntia ficus-indica*), a xerophytic plant widely distributed in arid and semi-arid areas of Algeria. Recognized for its richness in bioactive compounds (pectins, flavonoids, mucilages, phenolic acids, vitamins and minerals), which represents a promising source for the development of high value-added products in the agri-food, cosmetic and pharmaceutical sectors.

The main objective of this work was to optimize the conditions for extracting pectin from prickly pear cacti, considering different extraction methods (acid chemical, complexing agents, etc.). It was confirmed that the extraction method significantly influences the quantity and quality of extracted pectin. Extraction with acid hydrolysis gave a yield of 1.2%, compared to extraction by ultrasound and complexing agent, which showed different yields depending on the experimental conditions.

The acid hydrolysis extraction, which showed the best yield, was optimized by an experimental design to establish a mathematical model. The optimal extraction conditions are: a temperature of 90°C, an acid concentration of 0.10 and an extraction time of 45 minutes, with an optimal yield of 1.2%. The extracts obtained from the prickly pear cactus pads were thoroughly characterized. The initial moisture content of the pads revealed a significant water content, reflecting the succulent nature of the plant tissue. The extracted pectin was analyzed for its moisture content, equivalent weight, as well as its methoxyl content (MeO 4.71%), allowing its gelling capacity to be evaluated. The content of galacturonic acid, the main constituent of pectin, was determined (46.11%), as was the degree of esterification (DE 84.6%), a key indicator of its technological functionality. In addition, an infrared spectroscopy (IR) analysis made it possible to identify the characteristic functional groups, confirming the polysaccharide nature of the product obtained and the presence of ester and hydroxyl groups.

These data confirm the potential of the prickly pear as a strategic raw material for sustainable industrial applications, while contributing to the economic development of disadvantaged regions and the fight against desertification.

Keywords: pectin, cladodes, cactus, extraction, ultrasound, acid hydrolysis, full factorial design, optimization.

الملخص:

يندرج هذا العمل في إطار نهج لتثمين الموارد النباتية المحلية من خلال دراسة صبار التين الشوكي (Opuntia ficus-indica)، وهو نبات جافّ ينتشر على نطاقٍ واسعٍ في المناطق القاحلة وشبه القاحلة في الجزائر. يُعرف بغناه بالمركبات النشطة بيولوجيًا (البكتين، والفلافونويد، والصمغ، والأحماض الفينولية، والفيتامينات، والمعادن)، مما يُمثل مصدرًا واعدًا لتطوير منتجات ذات قيمة مضافة عالية في قطاعات الزراعة والأغذية، ومستحضرات التجميل، والأدوية.

كان الهدف الرئيسي من هذا العمل هو تحسين ظروف استخلاص البكتين من صبار التين الشوكي، مع مراعاة طرق استخلاص مختلفة (الكيمياء الحمضية، عوامل التكديس، إلخ). وقد تأكد أن طريقة الاستخلاص تؤثر بشكل كبير على كمية وجودة البكتين المستخرج. وقد أعطى الاستخلاص بالتحلل المائي الحمضي نسبة إنتاج بلغت 1.2%، مقارنةً بالاستخلاص بالموجات فوق الصوتية وعامل التكديس، والتي أظهرت نسب إنتاج مختلفة تبعًا للظروف التجريبية.

تم تحسين عملية الاستخلاص بالتحلل المائي الحمضي، والتي أظهرت أفضل عائد، من خلال تصميم تجريبي لإنشاء نموذج رياضي. ظروف الاستخلاص المثلى هي: درجة حرارة 90 درجة مئوية، وتركيز حمض 0.10 ووقت استخلاص 45 دقيقة، مع عائد مثالي بنسبة 1.2%. تم توصيف المستخلصات التي تم الحصول عليها من منصات الصبار الشوكي بدقة. كشف محتوى الرطوبة الأولي للوسادات عن محتوى مائي كبير، مما يعكس الطبيعة العصارية لأنسجة النبات. تم تحليل البكتين المستخرج من حيث محتواه من الرطوبة والوزن المكافئ، بالإضافة إلى محتواه من الميثوكسيل (MeO 4.71%)، مما يسمح بتقييم قدرته على التبلور. تم تحديد محتوى حمض الجلاكتورونيك، المكون الرئيسي للبكتين، (46.11%)، وكذلك درجة الأسترة (DE 84.6%)، وهي مؤشر رئيسي على وظيفته التكنولوجية. بالإضافة إلى ذلك، أتاح تحليل مطيافية الأشعة تحت الحمراء (IR) تحديد المجموعات الوظيفية المميزة، مما يؤكد طبيعة السكريات المتعددة للمنتج الذي تم الحصول عليه ووجود مجموعات الإستر والهيدروكسيل.

وتؤكد هذه البيانات إمكانات الصبار الشائك باعتباره مادة خام استراتيجية للتطبيقات الصناعية المستدامة، مع المساهمة في التنمية الاقتصادية للمناطق المحرومة ومكافحة التصحر.

الكلمات المفتاحية: البكتين، المجموعات، الصبار، الاستخلاص، الموجات فوق الصوتية، التحلل المائي الحمضي، التصميم العامل الكامل، التحسين.