

N° d'ordre :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU
FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE

FILIERE : CHIMIE

MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : CHIMIE PHARMACEUTIQUE

THEME

**ETUDE DE L'EXTRACTION DE LA PECTINE A PARTIR
DU CACTUS ET SON UTILISATION DANS
L'ELABORATION DES FILMS BIODEGRADABLES**

Présenté par : HADDADJ SAMIA

Soutenu publiquement, le 15 /07 /2019

Devant le Jury composé de :

Mr. ELIAS Abdelhamid	Professeur	Président	UMMTO
Mr. SAAL Amar	MCA	Examineur	UMMTO
Mr. MOUSSAOUI Ramdane	Professeur	Encadreur	UMMTO
Mme. SEBAOUI Ouiza	Docteur	Co-Encadreur	UMMTO

Remerciements

Je remercie tout d'abord Dieu le tout puissant, pour m` avoir donné la force et la patience, la santé et la volonté pour réaliser ce modeste travail, car l'homme propose mais Dieu dispose. Seigneur, veuille toujours à diriger nos pas.

A Monsieur le Professeur Abdelhamid ELIAS

Je vous remercie sincèrement d'avoir accepté d'être président de ce mémoire. Sensible à l'intérêt que vous avez bien voulu porter à ce travail, je vous prie de croire en mon respect

A Monsieur le Professeur Ramdane MOUSSAOUI et Madame Ouiza SEBAOUI
Je tiens à vous adresser mes plus vifs remerciements pour avoir accepté de codiriger ce travail. Que ce travail soit le témoignage de mon estime pour la confiance, les encouragements que vous avez manifestés à mon égard.

A Monsieur Amar SAAL

Je suis honoré que vous avez accepté d'être juge de mon mémoire. Vos compétences scientifiques ont été d'une valeur inestimable pour enrichir ce travail. Je vous remercie très chaleureusement.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements

A toute l'équipe du Laboratoire de chimie appliquée et génie chimique de l'université de Tizi-Ouzou, pour m` avoir accueillis à bras ouverts dans votre laboratoire ainsi que les ingénieurs des laboratoires de cinétique, électrochimie, et thermodynamie.

J'exprime ici toute ma reconnaissance, en particulier à monsieur BOUDINAR du laboratoire (LPCM) ainsi qu'à madame Zohra TOUATI du laboratoire central de Hesnaoua.

Je vous remercie très chaleureusement pour votre aide, vos compétences scientifiques m'ont été précieuses.

Mes sincères remerciements à mes amis

Kamilia BENSAFI, Nawal HAMMAMI, Fadhila KHALDI, Celia CHIKHI, Sonia BENNACER.

Un grand merci à tous ceux qui ont participé de près ou de loin à ce travail.

Dédicace

Du profond de mon Cœur je dédie ce travail à tous ceux qui me sont chères.

A mes chers parents

Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être.

Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours.

Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit innombrable de vos sacrifices. Puisse Dieu, le Très Haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie.

A mon frère « Aissa » et ma princesse « manal »

Merci énormément pour votre soutien plus que précieux, ma vie ne serait pas aussi magique sans votre présence et votre amour

A tous mes amis « Kamelia, Fadhila, Nawal et Celia »

Merci pour votre soutien, pour votre encouragement, je vous souhaite que de bonheur et de succès dans votre vie.

A mon petit chat « simour »

Table de matières

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction.....1

PARTIE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE 1.CACTUS

1.1. Classification	2
1.2. Espèces et variétés	3
1.3. Descriptions.....	4
1.3.1. Aspect botanique	4
a) Appareilracinaire.....	4
b) Raquette	4
c) Fruit.....	4
d) Fleur	4
1.3.2. Composition chimique.....	5
a) Raquettes	5
b) Fruits	6
c) Fleurs	8
1.4. Culture	8
1.5. Intérêts et utilisations	8
1.5.1. Intérêts nutritionnels	9
1.5.2. Intérêts médicinales.....	9
1.5.3. Intérêts cosmétologiques	9
1.5.4. Intérêts écologiques ...	10
1.5.5. Intérêts économiques	10

CHAPITRE 2. PECTINES

2.1. Structure chimique	11
2.2. Classification	12
2.3. Localisation.....	13
2.4. Propriétés physico- chimique des pectines	14
2.4.1. Propriétés gélifiantes.....	14
2.4.2. Propriétés viscosifiantes	15
2.4.3. Propriétés stabilisantes.....	15
2.4.4. Propriétés solubilisant.....	15
2.4.5. Propriétés émulsifiantes.....	15
2.5. Intérêts et domaines d’application des pectines	16
2.6. Méthodes d’extraction	16
2.6.1. Méthode conventionnelle	16
2.6.2. Méthodes non conventionnelles	16

CHAPITRE 3. FILMS BIODEGRADABLES

3.1. Polymères biodégradables.....	18
3.1.1. Matériaux biodégradables issue de la pétrochimie	18
3.1.2. Matériaux biodégradables issue des ressources renouvelables	19
3.1.2.1. Polymères d’origine bactérienne	19
3.1.2.2. Polymères synthétiques non issus de la pétrochimie	19
3.1.2.3. Polymères naturels	19
3.2. Types de films biodégradables	19
3.2.1. Films d’emballage alimentaire	19
3.2.2. Films comestibles.....	20
3.3. Qualités et mode d’obtentions des films biodégradables.....	21
3.4. Propriétés des films biodégradables à base des polyosides	21

PARTIE II: EXPERIMENTATION ET RESULTATS

CHAPITRE 4. MATERIELS ET METHODES

4.1. Matériels.....	22
4.1.1. Matériels végétales	22
4.1.2. Produits.....	22
4.2. Opérations de prétraitement des matières premières.....	22
4.2.1. Raquettes de cactus.....	22
4.2.2. Margine.....	23
4.3. Caractérisations des matières premières	24
4.3.1. Teneur en humidité	24
4.3.2. Teneur en cendres.....	24
4.3.3. Teneur en matière volatiles des margine.....	25
4.3.4. Teneur en composés phénoliques des margines.....	26
4.3.5. Potentiel d'hydrogène (pH) des margines.....	26
4.3.6. Conductivités des margines	26
4.4. Méthodes	26
4.4.1. Extraction de la pectine	26
4.4.2. Formulations des films à base de pectine.....	28
4.4.2.1. Préparations des films à base de pectine seule	28
4.4.2.2. Préparations des films à base de pectine et glycérol.....	28
4.5. Caractérisations	29
4.5.1. Caractérisations de la pectine	29
4.5.1.1. Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....	29

4.5.1.2. Spectrophotométrie infrarouge	30
4.5.2. Caractérisation des films élaborés	30
4.5.2.1. Aspect visuel.....	30
4.5.2.2. Solubilité.....	30
4.5.2.3. Teneur en composés phénoliques.....	30

CHAPITRE 5. RESULTATS ET DISCUSSIONS

5.1. Caractérisations du matériel utilisé.....	31
5.1.1. Caractérisations des cladodes	31
5.1.1.1. Teneurs en humidité des cladodes	31
5.1.1.2. Teneur en cendres de la Poudre des raquettes	31
5.1.2. Caractérisation de la margine	31
5.2. Extraction de la pectine	32
5.2.1. Aspect de la pectine extraite	32
5.2.2. Optimisation du rendement en pectine	33
5.2.2.1. Effet du pH	33
5.2.2.2. Effet du temps de contact.....	34
5.2.2.3. Effet de la température	35
5.3. Caractérisation de la pectine extraite.....	36
5.3.1. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	36
5.3.2. Spectrophotométrie infrarouge (IR)	36
5.4. Caractérisation des films élaborés	38
5.4.1. Films à base de pectine/eau et pectine/eau/glycérol.....	38
5.4.1.1. Aspect visuel	38

Table de matières

5.4.1.2. Solubilité.....	39
5.4.1.3. Teneur en composés phénoliques.....	39
5.4.2. Films à base de pectine/margine et pectine/margine/glycérol	39
5.4.2.1. Aspect visuel	39
5.4.2.2. Solubilité.....	40
5.4.2.3. Teneur en composés phénoliques.....	40
Conclusion	41
Références bibliographiques	42

Figure 1.1. Classification des cactus	2
Figure 1.2. Figuier de barbarie (a : cladodes, b : fleurs, c : fruits)	5
Figure 2.1. Acide polygalacturonique en zig-zag.....	11
Figure 2.2. Présentation schématique de la molécule de pectine	12
Figure 2.3. Pectines hautement méthylées	12
Figure 2.4. Pectines faiblement méthylées	12
Figure 2.5. "boîte à œufs" ou "Egg box"	14
Figure 4.1. Etape de la préparation de la poudre des raquettes de cactus	23
Figure 4.2. Etapes d'obtention de la poudre fine des raquettes du figuier de barbarie.....	23
Figure 4.3. Système d'extraction	27
Figure 4.4. Etapes de l'extraction.....	27
Figure 5.1. Etapes de l'extraction de la pectine.....	33
Figure 5.2. Effet du pH sur le rendement de l'extraction de la pectine.....	33
Figure 5.3. Effet du temps de contact sur le rendement de l'extraction de la pectine	34
Figure 5.4. Effet de la température sur le rendement de l'extraction de la pectine	35
Figure 5.5. Images en MEB des pectines (a. extraite, b. pectine)	36
Figure 5.6. Spectres infrarouge de la pectine commerciale	37
Figure 5.7. Spectres infrarouge de la pectine extraite.....	38
Figure 5.8. Films biodégradable à base pectine/eau et pectine/eau/glycérol	39
Figure 5.9. Films biodégradable à base de pectine/margineetpectine/margine/glycérol.....	39

Liste des tableaux

Tableau 1.1. Principaux composants des cladodes d'OFI.....	5
Tableau 1.2. Composition chimique en% poids des raquettes	6
Tableau 1.3. Composition de la figue de barbarie.....	7
Tableau 1.4. Composition des fibres du fruit du figuier de barbarie	7
Tableau 1.5. Composition chimique de la fleur de la figue de barbarie.....	8
Tableau 2.1. Teneur en pectine de quelques végétaux	13
Tableau 3.1. Caractéristiques des polymères biodégradables et synthétiques	20
Tableau 4.1. Différentes formulations des films de pectine	29
Tableau 5.1. Caractéristiques de la margine	32
Tableau 5.2. Valeurs du spectre IR de la pectine extraite.....	37

OFI: Oputia ficus indica

ADF: Teneur en Lignocellulose

DM : Degré de méthylation

HM : (High Methoxyl), hautement méthylées

LM : (Low Methoxyl), faiblement méthylées

DAc : Degré d'acétylation

Dp : Degré de polymérisation

PH : Potentiel d'hydrogène

H : Teneur en humidité

TE : teneur en eau

MS: teneur en matière sèche

TC : teneur en cendres

MV : teneur en matière volatile

Y : rendement d'extraction en pectine

MEB: microscopie électronique à balayage

IR : infrarouge

Ec : Extraction conventionnelle

INTRODUCTION

L'Opuntia ficus indica appartient à la famille des Cactaceae, connu communément sous le nom du figuier de Barbarie. C'est une plante originaire du Mexique, actuellement répandu dans d'autres régions dont notamment le pourtour méditerranéens, l'Afrique du sud et l'Afrique du nord. L'Algérie est parmi les pays méditerranés producteurs de ce cactus, en raison de sa résistance à la sècheresse et sa lutte contre la désertification.

L'Opuntia ficus indica est utilisé dans de nombreux domaines tels que : médical, cosmétiques, environnemental, alimentaire, pharmacologique, ...

Afin de répondre à la demande mondiale croissante en pectine, des études récentes ont été effectuées afin d'explorer divers produits et sous-produits végétaux, y compris les cladodes de cactus, en tant que sources de ce polysaccharide.

La pectine est très fréquemment utilisée comme agent gélifiant, stabilisant et émulsifiant dans les milieux riches en vue de sa grande variété de textures (de la solution visqueuse au gel) qu'elle permet d'obtenir, elle peut former une solution filmogène dans le but d'élaborer de nouveau films biodégradables, plus précisément les films actifs utilisés dans le domaine alimentaire.

L'application de ce polymère naturel dans l'élaboration des films biodégradables peut être une alternative très intéressante pour réduire l'utilisation des polymères synthétiques ainsi qu'améliorer la conservation des produits alimentaires.

L'objectif de ce travail consiste en la valorisation des raquettes de cactus, en procédant à l'extraction de leurs pectines ; Ce polysaccharide sera aussi utilisé pour l'élaboration des films biodégradables.

Cette étude est composée de deux parties :

- Etude bibliographique
- Etude expérimentale

Cette dernière est composée de matériels et méthodes et de résultats et discussions

Lors de cette étude, les points suivants ont été traités :

- Optimisation des paramètres (temps de contact, pH et température) de l'extraction de la pectine à partir des raquettes de cactus.
- Elaboration de films biodégradables à base de pectine et évaluation de l'influence de l'ajout d'un plastifiant (glycérol) sur les propriétés physico-chimiques et mécaniques des films homogènes. Dans cette étape, nous avons également étudié l'influence de l'incorporation des margines sur les propriétés antioxydantes de ces films.

PARTIE I
ÉTUDE
BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE 1. CACTUS

CHAPITRE 2. PECTINES

CHAPITRE 3. FILMS BIODEGRADABLES

CHAPITRE 1

CACTUS

Le Figuier de Barbarie, appelé aussi *Opuntia ficus-indica* est une espèce de la famille des Cactacées. C'est un cactus originaire des régions arides et semi arides du Mexique. Il a été introduit en Afrique du Nord au 17ème siècle par les espagnols [1], ensuite, il s'est diffusé rapidement dans le bassin méditerranéen [2].

De nos jours, on compte 1500 espèces de cactus appartenant au genre *Opuntia* qui sont cultivées dans de nombreux pays, notamment : le Mexique, les États-Unis, la Chine, l'Afrique et l'Italie ainsi que dans d'autres aires géographiques tel que la Sicile, le Chili, le Brésil, la Turquie, l'Australie, l'Argentine...etc. [3]. La culture de cette plante s'étend sur une surface de 300.000 ha au Mexique, elle est d'environ 120.000 ha au Maroc, 550.000 ha en Tunisie [4] et 28000 ha en Algérie [5].

1.1. Classification

Tous les cactus appartiennent à une seule famille, celle des **Cactacées (Cactaceae)** qui est constituée d'environ 2000 espèces divisées en 70 à 87 genres. Ces espèces sont réparties en 3 sous-familles : les *Pereskioideae*, les *Opuntioideae*, et les *Cactoideae*. Dans la figure 1 donnée ci-dessous, sont représentés les trois sous familles ainsi qu'une espèce de chacune d'elles [6].

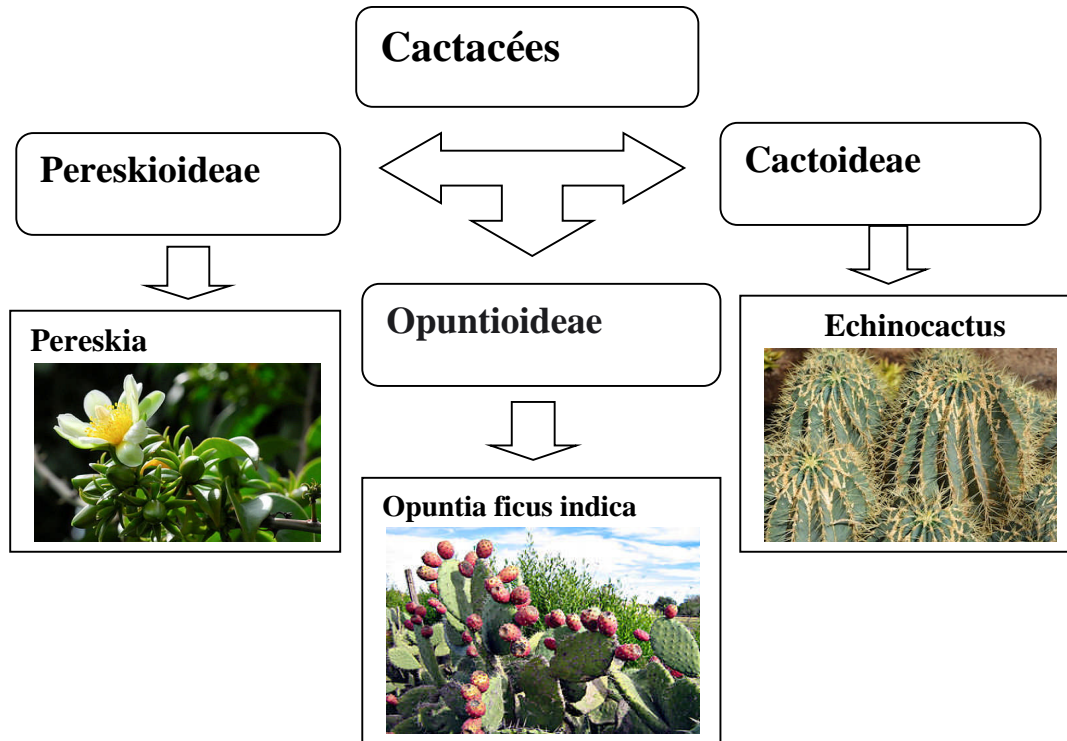


Figure 1.1. Classification des cactus [6].

L'*Opuntia ficus-indica* appartient à la sous-famille des Opuntioideae, tribu des Opuntieae [7]. Cette tribu comprend le genre *Opuntia* qui est subdivisé en quatre sous-genres : *Platyopuntia*, *Cylindropuntia*, *Tephrocactus* et *Brasiliopuntia*. Le sous genre *Platyopuntia* comprend 150 à 300 espèces, parmi lesquelles figure *Opuntia ficus-indica* [8].

La position systématique du figuier de barbarie est la suivante [9] :

Règne : Plantae

Sous règne : Tracheobionta

Embranchement : Phanérogames

Sous Embranchement : Magnoliophyta

Classe : Magnoliopsida

Sous classe : Caryophyllidae

Ordre : Opuntiales

Famille : Cactaceae

Sous-famille : Opuntioideae

Tribu : Opuntieae

Genre : *Opuntia*

Sous-genre : *Platyopuntia*

Espèce : *Opuntia ficus indica* (L.)

L'espèce *Opuntia ficus indica* est connue selon les dénominations suivantes :

- **Nom binominal** : *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill., 1768.
- **Noms vernaculaires** : figuier de Barbarie, figuier d'Inde, nopal, oponce, cactus raquette[7].

1.2. Espèces et variétés

Selon l'idiome local, le cactus peut porter différentes appellations. En Espagne, il est appelé familièrement « Tuna », dans les pays francophones du bassin méditerranéen, il est surnommé figuier de barbarie, en Angleterre et en Egypte, il est nommé respectivement « Prickly pear » (poire à épines) et « El-Tin-El-Choki » [10]. En Algérie, plus précisément en Kabylie, il est sous le nom de « Akermousse ».

Dans les pays du Maghreb, les espèces du cactus les plus largement répondues sont *Opuntia dillenil*, *Opuntia vulgaire*, *Opuntia compressa* et *Opuntia ficus indica*. Cette Dernière est la principale espèce qui produit les fruits comestibles (Figue de barbarie) [11].

La distinction entre les différents cultivars est basée sur la forme, la qualité et la maturité des fruits ainsi que sur la période de floraison. On distingue les variétés inertes les variétés épineuses.

- **Les variétés inertes** : elles sont souvent domestiquées et cultivées sur des surfaces limitées. Les plants sont épineux à la première année et les aiguillons disparaissent à partir de la deuxième année.

- **Les variétés épineuses** : elles sont caractérisées par des épines longues. Il paraît que ce sont des variétés qui entrent en production tardivement après la 6^{ème} ou la 7^{ème} année de plantation. [10].

1.3. Description

L'aspect du cactus s'explique principalement par son adaptation aux conditions de sécheresse, ainsi qu'au développement de sa fonction de stockage d'eau [12].

1.3.1. Aspect botanique

L'espèce *Opuntia ficus indica* comprend quatre compartiments :

a) Appareil racinaire : il est superficiel, il facilite l'absorption des eaux souterraines dans les sols de faibles consistances [13].

b) Raquette (cladode) : elle est considérée comme tige et feuille en même temps, sa forme est aplatie, elliptique ou ovoïde, de couleur verte, d'une taille variant entre 17 et 38 cm de long sur 12 à 26 cm de large et de 1,1 à 3,1 cm d'épaisseur. Elle est couverte de petites aréoles et d'épines. Parfois, la cladode ne comporte pas d'épines, dans ce cas, on parle de raquette inerme (Figure 2. a) [3].

c) Fleur : se trouvant sur la face la plus exposée au soleil, de couleur jaune ou orange. Devennent rougeâtres à l'approche de la sénescence de la plante. (Figure 2. b) [2].

d) Fruit : variabilité de couleur (vert, jaune, rouge, violet.), de forme (ovoïde, ronde, elliptique, allongée). Composé d'écorce, de jus pulpeux et de graines (Figure 2. c) [3].

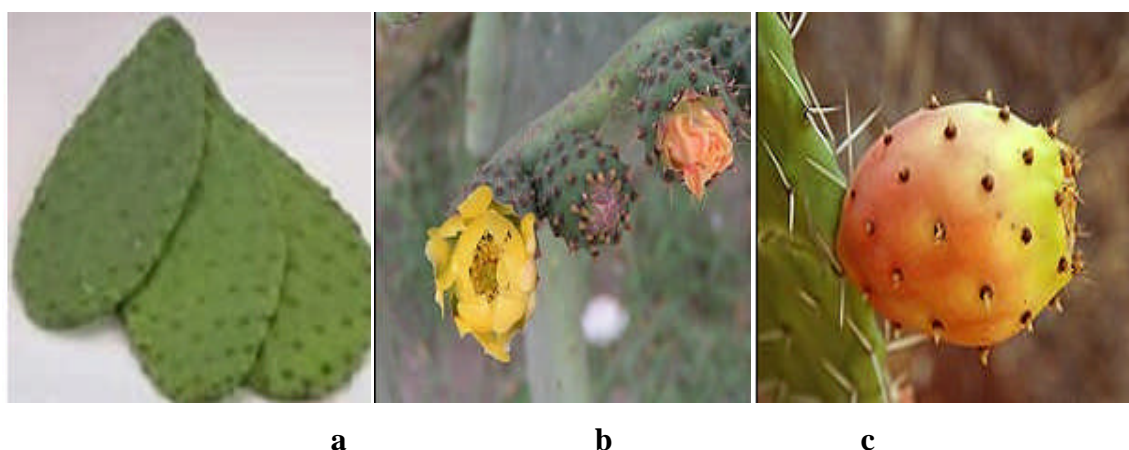


Figure 1.2. Figuier de barbarie (a : cladodes, b : fleurs, c : fruits) [2].

1.3.2. Composition chimique

La composition chimique des trois principaux compartiments (raquettes, fleurs et fruits) du figuier de barbarie est donnée comme suit :

a) Raquettes

D'après **Stintzing and Carle, 2005**, la composition chimique des cladodes (**tableau 1.1**) varie selon : l'endroit de la culture, la saison et l'âge de la plante. Par conséquent, les teneurs en éléments nutritifs respectifs varient à la fois entre les espèces et les variétés [14].

Tableau 1.1. Principaux composants des cladodes d'OFI [14].

Constituant	Matière fraîche (g/100g)	Matière sèche (g/100g)
Eau	88-95	/
Protéines	0,5-1	4-10
Matières grasses	0,2	1-4
Cendres	1-2	19-23
Fibres	1-2	18
Carbohydrates	37	64-71

Les raquettes sont réputées être riches en minéraux, essentiellement le calcium et les oxalates et en mucilage. La fraction majoritaire du mucilage du figuier de barbarie est constituée d'un polysaccharide neutre. Les analyses des sucres montrent une prédominance de l'acide D-galacturonique, qui a la capacité d'absorber de grandes quantités d'eau ou de solvants et se disperse en formant des colloïdes visqueux ou gélatineux [15].

La composition chimique en pourcentage poids par rapport à la masse sèche des raquettes est consignée dans le tableau 1.2.

a) Fruits

La figue de barbarie est un fruit succulent, peu acide et riche en sucres ; ce qui le rend délicieux et doux. En raison de sa grande teneur en eau, sa valeur calorique totale est faible, elle est de 50 Kcal/100g [3].

La composition de la figue de barbarie est résumée dans le tableau 1.3.

Tableau 1.2.Composition chimique en % poids par rapport à la masse sèche des raquettes [16].

Caractéristique	Valeurs(%)
Matière sèche	12-16
Cellulose	15
Matières azotées totales	5-7
Amidon	12
Matières grasses	2
Cendres	16-18
Oxalates	13
Calcium	2-4
Phosphore	0,2
Teneur en Lignocellulose (ADF)	17-20

Tableau 1.3. Composition de la figue de barbarie [17].

Paramètres	Valeur	Paramètres	Valeur
Pulpe (%)	43-57	Eau (%)	84-90
Graines (%)	2-10	Protéines (%)	0,2-1,6
Epluchure (%)	33-55	Lipides (%)	0,09-0,7
pH	5,3-7,1	Fibres(%)	0,02-3,1
Acidité (% ac.citrique)	0.05-0.18	Sucres totaux (%)	10-17

La composition des fibres du fruit du figuier de barbarie (% des fibres totales) est donnée dans le tableau 1.4.

Tableau 1. 4. Composition des fibres du fruit du figuier de barbarie
(% des fibres totales) [18].

Composition	Pulpe (%)	Grain (%)	Ecorce (%)
Hémicellulose	15,5	9,75	20,8
Cellulose	14,2	83,2	71,4
Pectine	70,3	6,96	7,71
Lignine	0,01	0,19	0,06

c) Fleurs

La composition chimique des fleurs est illustrée dans le tableau 1.5.

Tableau 1.5. Composition chimique de la fleur de la figue de barbarie [2].

Constituants	Valeurs (% en poids par rapport à la masse sèche)
Cires	9-11
Minéraux (cendres)	7-8
Lignine Klason	2-3
Cellulose	27
Protéines (N x 6,25)	8-10
Autres polysaccharides	40-45

1.4. Culture

La période de la plantation du cactus varie avec la latitude et les conditions environnementales. Deux époques sont considérées :

- **L'automne** : de septembre à novembre pour les régions à hivers doux et de septembre à octobre dans les régions à hivers frais.

- **Le printemps** : pendant les mois de février, mars et avril dans les zones à hivers doux et pendant le mois d'avril et mai dans les régions à hivers frais.

La plantation se fait soit par des raquettes simples (une seule raquette) ou doubles (raquette terminale fixée sur une raquette subterminale). L'avantage de cette dernière est l'entrée rapide en production de ces raquettes par rapport aux raquettes simples.

La multiplication du figuier de barbarie par bouturage est le mode le plus simple et le plus courant. La saison de récolte des figues de barbarie varie selon le cultivar et le lieu de production. Afin d'avoir l'optimum de la qualité du fruit, les fruits colorés nécessitent d'être récoltés quand ils atteignent au moins 50% de leur couleur finale [19].

1. 5. Intérêts et utilisations

Le figuier de Barbarie est une plante très utile, elle est connue pour ses nombreuses utilisations et ses divers intérêts :

1.5.1. Intérêts nutritionnels

L'opuntia ficus indica (OFI) est utilisé dans l'industrie pour améliorer la qualité de la nourriture en raison de sa teneur assez élevée en fibres. Les cladodes sont fortement employés dans l'industrie alimentaire, ceci en rapport de leurs propriétés gélifiantes. Leurs mucilages sont employés comme agents d'épaississement [20]. Ces cladodes sont aussi séchés, broyés et tamisés dont le but d'obtenir une farine qui sera utilisée dans la panification. Cette dernière peut remplacer la farine de blé dans la préparation des produits de boulangerie [21].

Le cactus est aussi cultivé comme espèce fourragère dans le but d'assurer un stock alimentaire pour le bétail dans les périodes de sécheresse vu la richesse en eau des cladodes.

L'incorporation des cladodes OFI dans la nourriture des brebis (ovins) à Tiaret (Algérie) a montré un effet bénéfique sur le plan énergétique. Dans ce cas, leur utilisation comme complément alimentaire peut être recommandée dans les zones sèches [22].

Concernant le fruit, sa principale importance nutritionnelle est sa richesse en acide ascorbique, en fibres et en acides aminés. Comme il contient aussi un pourcentage élevé en pectines et en fibres, ce fruit est utilisé, à la fois, pour l'alimentation humaine et du bétail [23].

1.5.2. Intérêts médicinales

L'opuntia ficus indica (OFI) est l'une des plantes les plus utilisées dans la médecine traditionnelle en raison de son rôle dans le traitement d'un certain nombre de maladies. Selon **Saenz Carmen, (2000)** les cladodes ont un bon potentiel médicinal. Leur suc est conseillé pour le traitement du foie, des reins et de l'ulcère [21].

L'Opuntia possède aussi des propriétés antimicrobiennes, anti-oxydantes, anti-cancer et anti-inflammatoires [20], ainsi que des effets diurétiques et hypoglycémiques.

Concernant l'utilisation des cladodes dans le traitement de l'hypoglycémie, les Nopalitos sont utilisés dans le traitement du diabète type II en Australie et en Afrique du Sud. Leur mucilage isolé des raquettes permet de réduire le cholestérol total dans le sang [2].

1.5.3. Intérêts cosmétologiques

Le cactus aurait de nombreuses propriétés cicatrisantes et anti-âges. OFI est utilisée en crème de jour, antirides (contient la vitamine D), anti-vergetures.

En ce qui concerne les raquettes, leur jus est destiné à la fabrication de différents produits cosmétiques, tels que : les shampooings, les lotions, les savons, les crèmes solaires, les crèmes de lifting et les crèmes de soin [25].

Concernant le fruit, les industriels s'intéressent de plus en plus à la production de l'huile des graines d'OFI. 800 à 1000 kg de fruits permettent l'obtention de 25 à 30 kg de graines qui donneront après pressage 1 litre d'huile.

L'huile de pépins de figues de Barbarie est d'une richesse exceptionnelle en vitamine E et en minéraux, ainsi qu'en actifs réputés pour leurs propriétés anti-oxydantes, agissant contre le vieillissement cutané[26].

1.5.4. Intérêts écologiques

L'adaptation du figuier de barbarie aux conditions désertiques et semi désertiques lui permet de constituer un bouclier contre les incendies, contre la désertification et l'érosion des sols [2].

1.5.5. Intérêts économiques

La culture du figuier de barbarie ne nécessite pas de sources importantes en eau, ni de traitements antiparasitaires. De plus, le cactus présente de faibles coûts énergétiques lors de sa culture en implantation spécialisées [2].

CHAPITRE 2

PECTINES

De nos jours, les chercheurs réévaluent l'importance des polymères naturels et envisagent leurs applications dans divers domaines, grâce à leurs propriétés fonctionnelles et nutritionnelles. Parmi ces polymères, les pectines sont largement utilisées dans l'industrie pharmaceutique et agroalimentaire pour leurs propriétés gélifiantes et viscosifiantes.

Les pectines (du grec ancien $\pi\eta\kappa\tau\acute{o}\varsigma$ / *pêktós*, signifiant «figé ; rigide ») ou plus largement polysaccharides pectiques ont été isolées pour la première fois Par **Henri Braconnot** en **1825** à partir d'extraits végétaux [27]. Au début du XX^{ème} siècle, ces substances ont fait l'objet pour la première fois d'une extraction à l'échelle industrielle.

2.1. Structure chimique

Les pectines sont des hétéro polysaccharides caractérisés par une forte teneur en acide galacturonique (GalA), ces monomères sont liés entre eux par des liaisons α -(1-4) et partiellement acétylés ou estérifiés par des groupements méthyle (figure 2.1) [28].

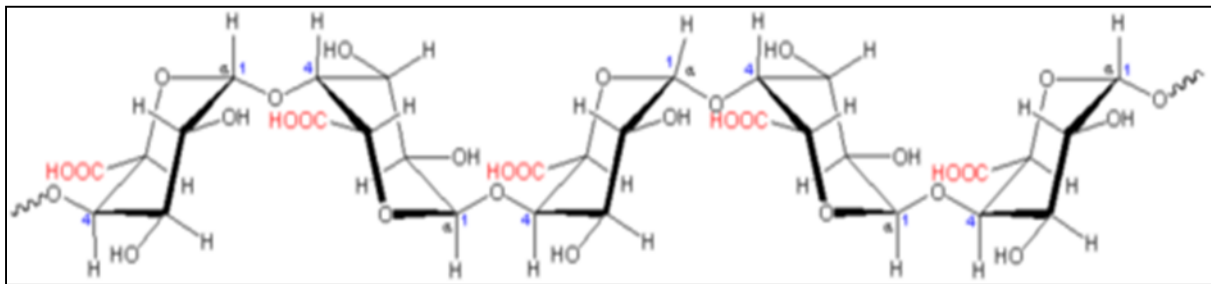


Figure 2.1. Acide polygalacturonique en zig-zag[28].

Les unités d'acide galacturonique peuvent être estérifiées en position C6 par méthylation simple ou ramifiée, le plus souvent par différentes chaînes latérales riches en sucres neutres. La chaîne d'acide galacturonique est interrompue par des unités de β -L-rhamnose, liée par ses carbones 1 et 2, qui provoquent une déviation de l'axe de la chaîne. Cette zone de flexibilité, appelée «coude pectique», facilitera la formation d'un réseau tridimensionnel lors du processus de gélification (figure 2.2) [29].

La structure fine des pectines peut varier en fonction de l'espèce végétale considérée, le stade de développement ainsi que la localisation pariétale ou tissulaire et la méthode d'extraction [31].

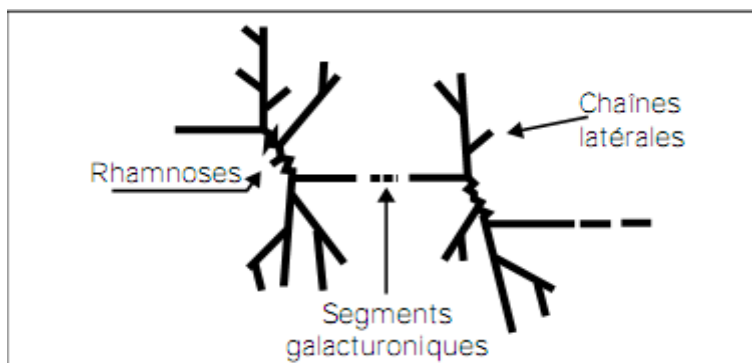


Figure 2.2. Présentation schématique de la molécule de pectine [30].

2.2. Classification

Généralement, les pectines sont identifiées à partir de leur degré de méthylation (DM) exprimé en %, ce dernier est défini comme étant le nombre de fonctions carboxyliques méthylées pour cent motifs d'acide galacturonique de la chaîne principale. Selon leur degré de méthylation, on distingue :

- les pectines hautement méthylées (HM pour High Methoxyl) ayant un DM supérieur à 50 % sont majoritairement présentes dans la nature (figure 2.3)[31].

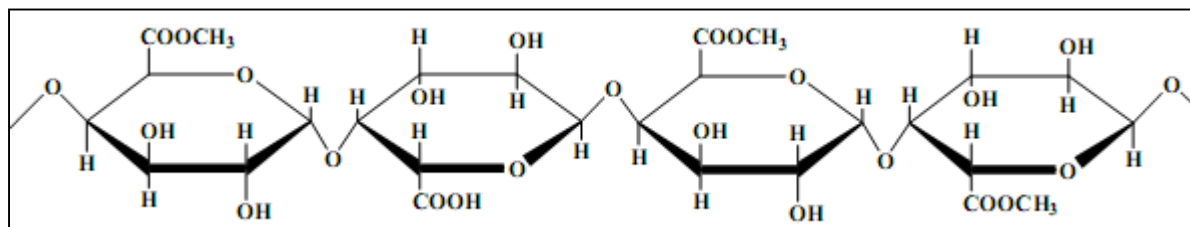


Figure 2.3. Pectines hautement méthylées[32].

- les pectines « faiblement méthylées » (LM pour Low Methoxyl) (figure 2.4) ayant un DM inférieur à 50 % sont obtenues à partir des pectines HM, soit par voie chimique (dé-estérification alcaline à basse température) ou par voie enzymatique [31].

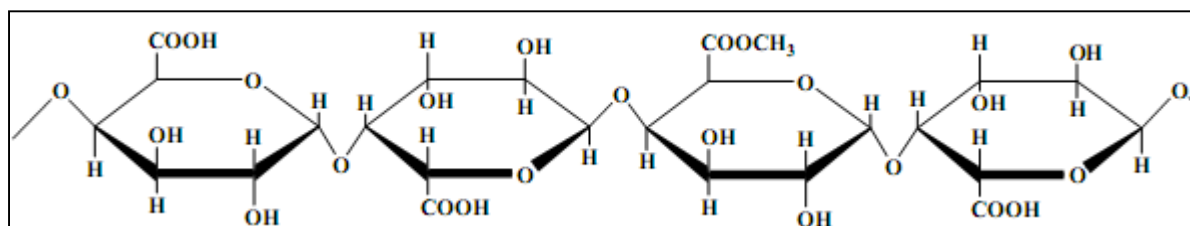


Figure 2.4. Pectines faiblement méthylées [32].

Les pectines peuvent être également caractérisées selon leur degré d'acétylation (DAc) qui est défini comme étant un pourcentage des résidus de galacturonosyl estérifiés avec un groupe acétyle. Généralement, ce DAc s'étend de 3% et 15%[33].

2.3. Localisation

La majorité des substances pectiques sont localisées dans la lamelle moyenne et la paroi primaire des cellules, où elles jouent le rôle de ciment intercellulaire responsable de la rigidité et de la cohésion. Elles sont associées à d'autres composants chimiques membranaires tels que cellulose, hémicellulose, par des liaisons physiques ou chimiques.

Selon l'âge des tissus, on peut distinguer deux formes de pectine : la protopectine insoluble et l'acide pectique [30]. La transformation progressive de la protopectine en pectine soluble, se fait au cours de la croissance cellulaire, selon des mécanismes enzymatiques complexes qui aboutissent au ramollissement des tissus végétaux[31].

Les pectines sont abondantes dans tous les végétaux mais principalement extraites du marc des pommes et des écorces d'agrumes, et aussi à partir des pulpes de betterave [34].

Les différentes teneurs en pectine de quelques végétaux sont représentées dans le tableau 2.1.

Tableau 2.1. Teneur en pectine de quelques végétaux[35].

Fruits	Teneur en pectine (% en poids frais)	Fruits	Teneurs en pectine (% en poids frais)
Ecores d'orange	3,60-5,50	Pomme	0,50-1,60
Ecores de citron	2,50-4,00	Pêche	0,10-0,90
Marc de pomme	1,50-2,50	Mangue	0,26-0,42
Banane	0,70-1,20	Tomate	0,20-0,60
Pulpe de betterave	1,00	Carotte	0,20-0,50

2.4. Propriétés physico-chimiques des pectines

Le caractère polymérique et poly électrolytique des pectines leur confèrent un certain nombre de propriétés physico-chimiques, dont nous citons:

2.4.1. Propriétés gélifiantes

Un gel est un réseau tridimensionnel de macromolécules incluant un solvant. Celui-ci est provoqué par des changements physiques ou chimiques qui tendent à diminuer la solubilité de la pectine. La gélification de la pectine consiste à former des zones de jonctions [36].

2.4.1.1. Gels des pectines hautement méthylées

Les pectines « HM » sont capables de former un gel à pH acide (pH=2) en présence d'un sucre. Ces deux éléments favorisent les interactions de la pectine-pectine, suite à la diminution des répulsions électrostatiques (pH acide) et l'activité de l'eau (présence de sucre) [37]. Au-delà d'un pH supérieur à 3,5; la pectine ne constitue pas un facteur de gélification, mais par contre un agent d'épaississement [38].

2.4.1.2. Gels des pectines faiblement méthylées

Les pectines faiblement méthylées « FM » expriment trop de charges négatives libres à un pH trop acide, ce dernier détruirait la structure des pectines. Suite à cela, la seule façon d'envisager la gélification est d'utiliser cet excès de charges négatives pour construire des pontages par l'intermédiaire d'interactions ioniques (utilisation des ions calcium ou baryum). [39]. Dans ce cas, le mécanisme de gélification nécessite de joindre les groupements carboxyliques des chaînes adjacentes par des cations divalents créant ainsi des zones de jonction disposées selon un modèle appelé « Boîte à œufs » (figure 2.5) [40].

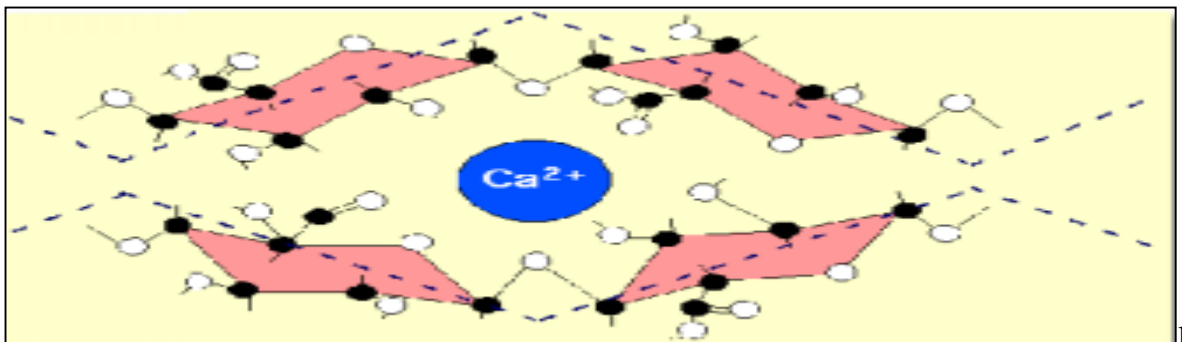


Figure 2.5. "boîte à œufs" ou "Egg box" [40].

2.4.2. Propriétés viscosifiantes

Cette propriété est obtenue, quand les molécules modifient le comportement et la structure de la phase continue, sans pouvoir créer des zones de jonctions. Les pectines HM dans les milieux non propices à la gélification présentent cette propriété. En ce qui concerne les pectines FM, on parlera de comportement viscoélastique, dont chacune des composantes peut être modifiée [30].

2.4.3. Propriétés stabilisantes

Les pectines sont stables en solution dans un milieu acide, par contre à d'autres valeurs de pH, la dégradation des groupements estérifiés et des chaînes latérales (oses neutres) intervient rapidement. A pH alcalin, le phénomène de β -élimination intervient au niveau des liaisons glycosidiques. Cette dégradation est amplifiée à haute température, la sensibilité à la β -élimination dépend du DM. Les pectines HM étant plus sensibles que les pectines FM, puisqu'elles portent plus de groupements méthyles [41].

L'étude de la stabilité des gels et des solutions de pectine a montré une diminution de la force du gel ou de sa viscosité. Ce phénomène s'amplifie avec l'augmentation de la température [42].

2.4.4. Propriétés solubilisantes

Les pectines se comportent comme des polyélectrolytes, grâce à la présence de groupements carboxyliques dans leur squelette. La solubilité des pectines dans l'eau dépend de l'état d'ionisation des groupes carboxyles et du degré de polymérisation. En effet, l'ionisation des fonctions carboxyliques permet la formation des chaînes individuelles grâce aux répulsions électrostatiques entre les charges, ainsi que la solubilisation du polymère.

Le pH, la température, la nature et la concentration des pectines jouent un rôle important sur la solubilité. L'augmentation de la force ionique ou l'empêchement des associations moléculaires, permet d'augmenter la solubilité de la pectine. Dans un milieu aqueux, il se produit un gonflement des chaînes, ce qui induit à la solubilisation proprement dite. Ce processus est traduit par une augmentation de la viscosité du milieu [43].

2.4.5. Propriétés émulsifiantes

La plupart des polysaccharides ne sont pas considérés comme des émulsifiants. Par contre, les pectines peuvent être utilisées comme agents émulsifiants, à condition de réduire leurs interactions avec les ions divalents. Le pouvoir émulsifiant des pectines est influencé par leurs caractéristiques structurales et les conditions extrinsèques, telles que la concentration en polymère et le pH de la solution [31].

2.5. Intérêts et domaines d'application des pectines

La pectine est utilisée dans divers domaines et intensivement dans les industries alimentaires dont surtout celle des confitures et des conserves. Elle est connue en tant qu'additif alimentaire sous le code E440, la pectine est exploitée aussi dans la formation, à faible coût, de films comestibles biodégradables respectant l'environnement [44].

Elle est présente aussi dans les aliments des régimes pauvres en glucides, grâce à sa forme gélifiée qui lui permet de capturer les graisses et les sucres dans l'intestin. Des études récentes ont montré qu'elle peut être utilisée comme stabilisateur d'émulsion et notamment pour les acides des produits laitiers [45].

Autres que les applications alimentaires, la pectine est utilisée aussi pour des applications pharmaceutiques, elle est utile dans le contrôle de l'hémorragie locale, car elle réduit le temps de coagulation du sang prélevé, ainsi que dans le traitement de diarrhée, particulièrement chez les nourissants. Cependant, elle a une action antimicrobienne *in vitro* à l'égard de quelques souches bactériennes. La pectine s'est révélée aussi d'une action prometteuse dans les colites ulcéreuses, la maladie de Crohn et du cancer du colon [46].

2.6. Méthodes d'extraction des pectines

Plusieurs modes d'extraction des pectines sont envisageables : méthodes conventionnelles et non conventionnelles.

2.6.1. Méthode conventionnelle

Sachant que les pectines sont des hydrocolloïdes, elles sont fréquemment isolées après extraction en solution aqueuse (à froid ou à chaud) suivie d'une coagulation dans l'alcool. Le coagulant ainsi obtenu est filtré, lavé, séché et broyé pour obtenir une poudre fine. Généralement, le système d'extraction utilisé dans ce cas est le reflux total [47].

- Selon Ralet et al. [48], l'extraction des pectines par la méthode conventionnelle qui est le système à reflux se fait généralement avec de l'eau chaude en milieu acide et à des temps allant de 30 minutes à 6 heures.

- D'après Wang et al. [49], les raquettes sont classées parmi les catégories des biomasses moyennement riches en pectines, avec un rendement de $(8.7 \pm 1.3\%)$, ce dernier varie en fonction des conditions opératoires et de l'espèce végétale utilisée.

2.6.2. Méthodes non conventionnelles

Des méthodes physiques telles que les micro-ondes et les ultrasons peuvent être utilisées pour activer les réactions chimiques de l'extraction des pectines.

a) L'extraction par micro-onde

L'extraction par micro-onde est une méthode alternative aux méthodes d'extraction classiques. Cette technique présente plusieurs avantages tels que : réduction du temps de l'extraction, économie de réactifs, préservation de la qualité des pectines et elle permet d'obtenir un meilleur rendement d'extraction par rapport à la méthode classique[50].

D'après l'étude effectuée par **Aitougueni.S et Ben Hamma.K**, l'extraction des pectines par micro-onde a révélé un rendement de 11.2% pour un temps d'irradiation de 1,2 mn.

b) L'extraction par l'ultrason

Cette méthode révèle non seulement une réduction de la durée de l'extraction des pectines et une amélioration du rendement de l'opération, mais préserve également leur structure et leurs propriétés physico-chimiques.

Une étude portant sur l'extraction du mucilage des raquettes assistée par ultrason a montré une amélioration de 6,21% du rendement, par rapport à la méthode conventionnelle[51].

CHAPITRE 3

FILMS

BIODEGRADABLES

Depuis le XII^{ème} siècle, les films et les enrobages sont utilisés pour améliorer l'apparence et la conservation des produits alimentaires. L'élaboration de nouveaux emballages biodégradables constitue une alternative très intéressante, pour réduire le volume des déchets issus des matériaux d'emballage synthétique. La biodégradabilité étant la propriété la plus importante des biopolymères. Les emballages biodégradables sont constitués des macromolécules et biopolymères renouvelables, tels que les polysaccharides [52].

3.1. Polymère biodégradable

Un polymère est un enchaînement de motifs simples appelés monomères qui peuvent être identiques ou non. Le nombre de motifs monomères constituant la macromolécule est appelé degré de polymérisation (dp). La biodégradabilité d'un matériel se définit par sa capacité intrinsèque à être dégradé par une attaque microbienne.

Selon l'origine des matières premières et des voies de synthèse, on distingue deux possibilités de production des matériaux biodégradables : la voie des polymères biodégradables issus de l'industrie pétrochimique et celle des polymères biodégradables issus des ressources renouvelables [53].

3.1.1. Matériaux biodégradables issus de la pétrochimie

Ce sont des matériaux qui ont la capacité de combinés les bonnes propriétés de l'usage des polymères conventionnels et les propriétés d'être dégradés par les micro-organismes. On distingue trois types de matériaux appartenant à cette catégorie :

- Les matériaux biofragmentables sont obtenus à partir de l'association de polymères Traditionnels d'origine pétrochimique, tels que le polyéthylène avec un composé naturel biodégradable qui peut être l'amidon ou la cellulose.
- Les matériaux fragmentables sont issus des polymères dits oxodégradables. Il s'agit d'un polyéthylène contenant un agent oxydant, ce dernière favorise leur dégradation. Par ailleurs, les additifs utilisés contiennent souvent des métaux lourds et/ou des constituants toxiques qui ne répondent pas aux normes ni aux labels sur la biodégradabilité des matériaux.
- Les matériaux obtenus à partir de polymères biodégradables de synthèse, tels que les polymères aliphatiques comme la polycaprolactone ou les polymères vinyliques. La plupart de ces matériaux répondent aux normes de la biodégradabilité [53].

3.1.2. Matériaux biodégradables issus des ressources renouvelables

Les biopolymères sont des substances synthétisées par des processus biologiques ou par voie chimique, à partir de monomères naturels ou identiques aux naturels. On distingue trois grandes familles de composés :

3.1.2.1. Les polymères d'origine bactérienne

Ils sont issus de la fermentation bactérienne (biotechnologie). A titre d'exemple, nous citons : les polyhydroxyalkanoates (PHA) qui sont produits par *Alcaligenes eutrophus* ou *Pseudomonas Oleovorans*. Ils présentent de bonnes propriétés filmogènes et ils sont non hydrosolubles [54].

3.1.2.2. Les polymères synthétiques non issus de la pétrochimie

Ils sont obtenus par voie fermentaire, leur mode de fabrication consiste en une polymérisation de monomères naturels ou identiques aux naturels. Ces polymères s'appellent synthétiques ou chimio-synthétiques, le plus connu est le polyacide lactique (PLA) provenant de la polymérisation de molécules d'acide lactique. Les films à base de PLA ont de bonnes propriétés mécaniques et thermoplastiques [54].

3.1.2.3. Les polymères naturels

Ils sont des matériaux synthétisés par les végétaux, les animaux et les micro-organismes. La famille la plus importante est celle des polysaccharides (glucides) comme l'amidon (pomme de terre, maïs, blé, etc.), la cellulose (paroi cellulaire végétales), la lignine (bois), la pectine ou le chitosan (chitine des crustacées) [54].

Les principales caractéristiques des polymères biodégradables et celles des polymères synthétiques sont résumées dans le tableau 3.1.

3.2. Type de films biodégradables

Il existe deux types de films biodégradables utilisés dans le domaine agro-alimentaire :

3.2.1. Films d'emballage alimentaire

Ils sont produits à partir des biopolymères et d'additifs alimentaires. Ils peuvent être soit des protéines, des polysaccharides ou bien des lipides. Ces emballages sont utilisés dont le but de protéger les aliments contre les détériorations physiques, chimiques et biologiques, ainsi que de prolonger la durée de vie des produits alimentaires [56].

A titre d'exemple, on cite l'emballage actif qui est l'un des emballages alimentaires les plus utilisés.

Tableau 3.1.Caractéristiques des polymères biodégradables et synthétiques[53].

	Polymères synthétiques	Polymères biodégradables
Exemples	Polyéthylène, Polystyrène Polypropylène, ...	polymères naturels à base de cellulose, d'amidon, ...
Biodégradabilité	très mauvaise	Excellente
Prix	Très bon marché pour les produits courants	Très chère actuellement
Propriétés physiques et mécaniques	Très bonnes et très variables	Bonnes et variables selon les applications
Matière première	Non renouvelable	Renouvelable

- ***L'emballage actif***

L'emballage actif fournit des fonctions actives, au-delà de la protection des produits alimentaires par la libération permanente des composés actifs tels que les antioxydants. Ces films actifs réduisent l'utilisation d'additifs et des conservateurs, tout en préservant la fraîcheur et la qualité des aliments.

Des études récentes ont permis de montrer qu'il est possible d'améliorer la fonctionnalité de ces emballages par ajout de substances naturelles, anti-oxydantes ou antimicrobiennes[56].

3.2.2. Films comestibles

Un emballage comestible est un film, ou une couche mince protectrice, qui possède des propriétés sélectives ou actives. Ces emballages se présentent principalement sous deux aspects :

- **Structures indépendantes de l'aliment** : films, sachets, enveloppes (peau de saucisson), barquettes (destinées à contenir des fruits ou de la viande) [53].
- **Produits directement appliqués à l'aliment** : enrobage tel que le sucre autour de l'amande dans la dragée, le chocolat autour du biscuit [53].

3.3. Mode d'obtentions des films biodégradables

L'obtention de films peut être réalisée soit par coulage ou par extrusion.

- **Coulage**

Le coulage consiste à dissoudre le polymère qui sera ensuite mélangé avec des plastifiants et/ou autres additifs, pour obtenir une solution permettant le dépôt d'un film sur une plaque. Le film obtenu subira un séchage afin d'évaporer le solvant [55].

- **Extrusion**

Le film obtenu par coulage est suivi d'un pressage à chaud à des températures supérieures à 80°C. Ce procédé peut affecter les propriétés du film mais a l'avantage d'être un procédé continu et contrôlable en ligne [55].

3.4. Propriétés des films biodégradables à base des polyosides

L'utilisation des films biodégradables doivent présenter des qualités requises, telles que : la résistance mécanique ainsi que l'efficacité élevée des barrières (eau, oxygène...).

Généralement, les polysaccharides utilisés pour la formulation de films sont les mêmes que ceux utilisés comme stabilisants, épaississants et gélifiants. Ils sont connus pour leurs propriétés filmogènes et ils peuvent être utilisés pour l'emballage alimentaire ou non alimentaire [53]. Parmi ces polysaccharides, on cite les pectines, le plus souvent extraites du citron ou de la pomme, ce sont des polyosides qui permettent la fabrication d'emballages transparents et inodores qui présentent cependant de médiocres propriétés mécaniques. En raison de leur nature hydrophile, les films à base de pectines constituent des barrières efficaces aux huiles et matières grasses, les propriétés barrières à l'eau et à l'oxygène étant souvent opposées [53].

PARTIE II
EXPERIMENTATION ET
RESULTATS

CHAPITRE 4. MATERIEL ET METHODES

CHAPITRE 5. RESULTATS ET DISCUSSION

CHAPITRE 4

MATERIELS ET METHODES

Cette étude expérimentale est composée de deux parties : la première consiste en l'extraction de la pectine à partir des raquettes de cactus et la deuxième porte sur l'utilisation de celle-ci pour élaborer des films biodégradables.

4.1. Matériels

Le matériel utilisé au cours de cette étude est constitué du matériel végétal et des produits chimiques.

4.1.1. Matériel végétal

Le matériel végétal utilisé est composé de raquettes de figuier de barbarie et des margines issues de l'industrie de l'huile d'olive.

- *Raquettes de figuier de barbarie*

Les raquettes ou cladodes d'*Opuntia ficus indica* ont été récoltées dans la wilaya de Tizi-Ouzou, région de Redjouana (située au nord-ouest, à 16,5 km de ville de Tizi-Ouzou), pendant le mois de mars 2019 à une température de 22°C.

- *Margines d'olives*

Les margines d'olive employées dans ce travail proviennent d'une huilerie moderne de Ain-El Hammam (wilaya de Tizi-Ouzou) durant la campagne oléicole 2019.

4.1.2. Produits

- *Pectine commerciale*

La pectine commerciale utilisée (Pectagel rose) est de marque Louis François, fabriquant d'ingrédients alimentaires (France). Elle est composée d'un gélifiant qui est une pectine amidée (E440ii) et des épaississants qui sont : la caroube, la guar E412 et le dextrose. Cette pectine a été utilisée lors du procédé de formulation des films.

- *Glycérol (propane-1, 2,3-triol)*

Le glycérol utilisé est un glycérol anhydre, sa masse molaire est 90,10 g.mol⁻¹, sa densité est 26 g/cm³, son point de fusion est 18,2°C et sa température de décomposition est de 290°C.

4.2. Opérations de prétraitement des matières premières

Les opérations de prétraitement concernent aussi bien les raquettes que les margines.

4.2.1. Raquettes de cactus

Les cladodes ont été d'abord nettoyés et lavés avec l'eau de robinet pour éliminer les épines et les poussières, ensuite découpés en petits morceaux (figure 4.1 a) puis séchés à l'étuve portée à une température de 40 ± 2°C pendant 24h (figure 4.1. b). Les raquettes séchées ont été broyées avec un broyeur de marque « samap » (figure 4.1.c). La poudre récupérée a été conservée dans des boîtes hermétiques jusqu'à utilisation.

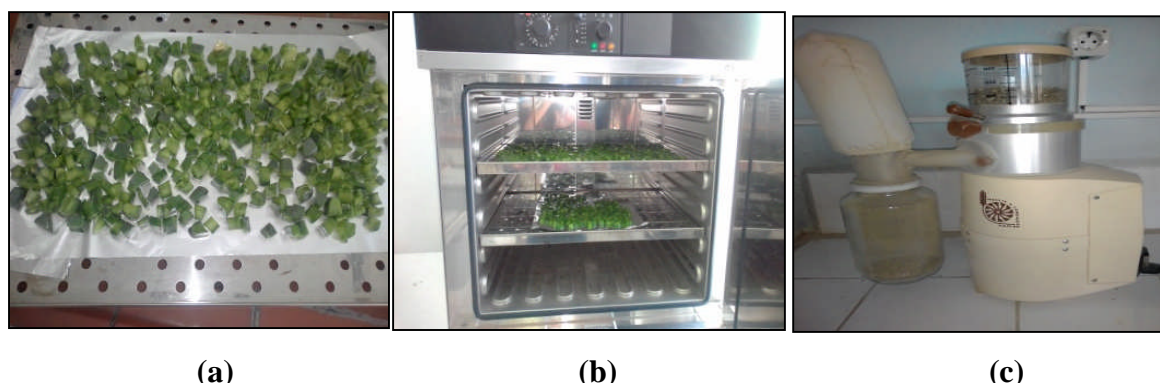


Figure 4.1.Étape de la préparation de la poudre des raquettes de cactus

Le protocole de la préparation de l'échantillon est illustré par la figure suivante :

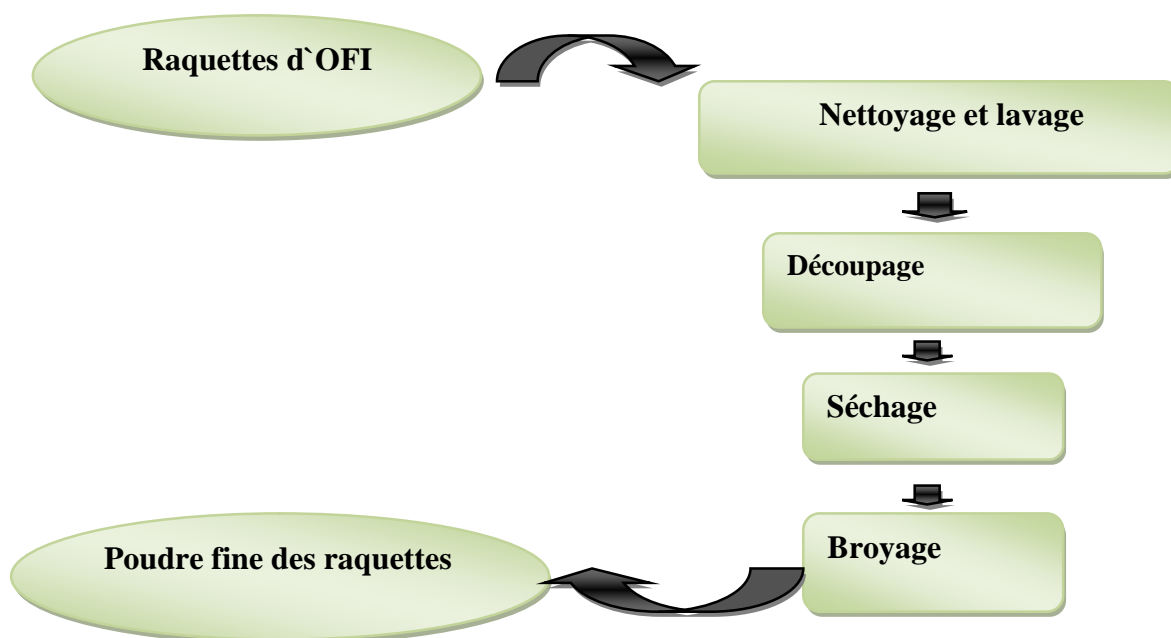


Figure 4.2. Etapes d'obtention de la poudre fine des raquettes du figuier de barbarie.

4.2.2. Margine

Dans le but d'éliminer toute matière grasse ou matières en suspension, la margine a été d'abord dilipidée ensuite soumise à une centrifugation à 3000 tours/min pendant 15min, suivie d'une filtration à l'aide d'une pompe à vide. La margine prétraitée a été stockée dans des flacons à une température de -10°C pour une utilisation ultérieure.

4.3. Caractérisations des matières premières

4.3.1. Teneur en humidité

a) raquettes

La teneur en humidité des raquettes a été déterminée de la manière suivante :

Une masse de 20g des raquettes a été introduite dans une étuve portée à une température de (100 ± 1) °C. Ce matériel végétal reste soumis au séchage jusqu'à ce que son poids devienne constant. Cette opération a été répétée trois fois.

La teneur en humidité est donnée par la relation suivante :

$$H(\%) = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100$$

m_0 : masse de la prise d'essai avant le séchage (20g).

m_1 : masse de la prise d'essai après le séchage.

b) Poudre des raquettes

Le taux d'humidité de la poudre des raquettes a été déterminé par la même méthode que celle utilisée dans le cas des raquettes fraîches.

c) Margine

Pour déterminer la teneur en eau des margines, une quantité de 20 ml de cette solution est soumise à une dessiccation à l'étuve portée à une température de 100 ± 3 °C jusqu'à obtention d'une masse constante. Cette teneur est calculée comme suit :

$$TE(g/l) = \frac{m_1 - m}{V} \times 1000$$

V : représente la prise d'essai (20ml)

m_1 : la masse du creuset contenant 20ml de margine avant séchage ;

m : représente la masse du creuset et des margine après séchage.

4.3.2. Teneur en cendres

a) poudre des raquettes

La poudre sèche des cladodes (PS) précédemment préparée a été incinérée dans un four à moufle à 600°C, jusqu'à obtention d'une masse constante. La teneur en cendres (TC) est donnée par :

$$TC(\%) = \frac{W - t}{P} \times 1000$$

W : est la masse de creuset+ cendres après calcination ;

t : est la tare de creuset ;

P:est la pris d'essai (2g).

b) margines

- *Teneur en matière sèche*

La détermination de la teneur en matière sèche (MS) des margines consiste à évaporer un échantillon de 20 ml de celle- ci dans un creuset en porcelaine à une température de 100 °C jusqu'à obtention d'un poids constant. Cette teneur est calculée par la relation suivant :

$$MS(g/l) = \frac{m - m_0}{20} \times 1000$$

m_0 : la masse du creuset vide ;

m : est la masse du creuset et des margines après séchage.

- *Teneur en cendres*

La matière sèche des margines (MS) précédemment préparée a été incinérée à 600°C pendant 4h dans un four à moufle. La teneur en cendres (TC), est donnée par la loi suivant :

$$TC(g/l) = \frac{m_2 - m_0}{V} \times 1000$$

m_0 : est la masse de creuset vide ;

m_2 : est la masse de la matière sèche calcinée ;

V est le volume de la prise d'essai (20 ml).

4.3.3. Teneur en matière volatile des margines

La teneur en matière volatile (MV) est déterminée en faisant la différence entre la teneur en matière sèche obtenue par évaporation à (100 ± 3) °C et celle en résidus de cendres issus de la calcination à 600°C pendant 4 heures. Elle est exprimée en g/l.

$$MV(g/l) = MS - TC$$

4.3.4. Teneur en composés phénoliques des margines

La concentration en composés phénoliques a été déterminée sur 0.5 ml d'échantillon dilué dans 10 ml d'eau distillée, auquel sont ajoutés 0.5 ml du réactif de Folin. Après trois minutes, on ajoute 1mL d'une solution de carbonate de sodium saturée. La lecture des absorbances contre un blanc (0.5 ml d'eau distillée à la place de l'échantillon) se fait après une heure d'incubation à température ambiante et à l'obscurité, à l'aide d'un spectrophotomètre UV (Shimadzu UV-1601PC) à 750 nm. La concentration en composés phénoliques est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage qui a été réalisée dans les mêmes conditions en utilisant l'acide gallique.

4.3.5. potentiel d'hydrogène (pH) des margines

La mesure du pH des margines a été réalisée à l'aide d'un pH-mètre de marque Hanna muni d'une électrode combinée. L'étalonnage de l'appareil a été obtenu avec des solutions tampons de pH 4.0 - 7.0 Le procédé consiste à introduire la sonde du pH-mètre dans un bécher contenant 50 ml de margines et lire ensuite le pH.

4.3.6. Conductivité des margines

La conductivité caractérise la résistance au passage du courant ou de la chaleur dans un matériau. La conductivité électrique de la margine a été mesurée à l'aide d'un conductimètre de type W T W 82362 Weinheim, elle est exprimée en $\text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$.

4.4. Méthodes

4.4.1. Extraction de la pectine

Le système d'extraction utilisé est composé d'un réacteur cylindrique de capacité 600 ml qui contient le mélange réactionnel (raquettes en poudre + solvant), muni d'un réfrigérant afin d'obtenir un reflux total. Ce réacteur baigne dans un cristalliseur rempli d'huile de silicone déposé sur une plaque chauffante munie d'une agitation magnétique (300 tours/mn). Un mélange constitué d'un volume de 150 ml d'eau distillée et 5 g de poudre de raquette a été soumis à l'étude. L'ajustement du pH de ce mélange a été effectué en utilisant l'acide chlorhydrique (HCl) ou la soude caustique (NaOH).

Après extraction, le mélange subit un refroidissement immédiat, suivi d'une filtration à pression atmosphérique. Le filtrat obtenu est coagulé en lui ajoutant un volume équivalent d'éthanol 96 %.

La pectine ainsi coagulée a été séparée par filtration sous vide, lavée avec de l'éthanol et de l'acétone pour se débarrasser des impuretés. Le gel récupéré a été séché à l'étuve sous une température de 40 °C jusqu'à obtention d'une masse constante. La pectine obtenue sous

forme d'un film a été broyée avec un Moulinex à café afin d'obtenir une poudre fine, cette dernière a été conditionnée dans des boites hermétiquement.

L'influence des paramètres : pH, Température (C°), temps de contact sur le rendement de l'extraction de la pectine a été examinée.

Les valeurs des paramètres étudiés afin de déterminer le rendement optimum en pectines sont:

- pH : 3,6, 8 et 10.
- Température : 23, 40, 60, 80, et 90 °C.
- Temps d'extraction : 20, 40, 60,80 et 100 minutes.



Figure 4.3. Système d'extraction.

Les différentes étapes de l'extraction de la pectine sont résumées dans le flow sheet suivant (figure 4.4).

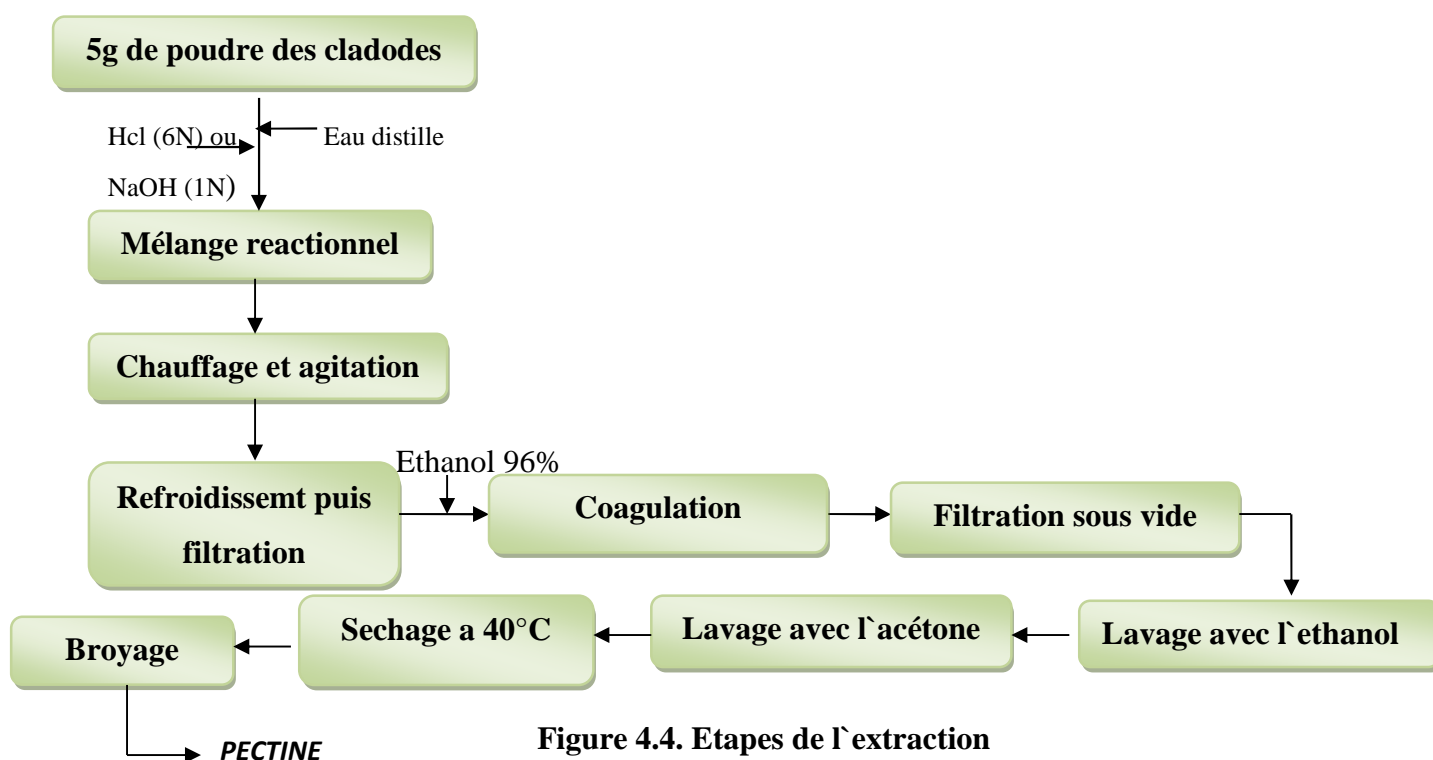


Figure 4.4. Etapes de l'extraction

- **Rendement en pectine**

Le rendement en pectine Y est déterminé comme suit:

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

m_2 : la masse de la pectine après séchage.

m_1 : la masse de la poudre de cladodes introduite dans le réacteur (5g).

4.4.2. Formulation des films a base de pectine

Dans cette partie, deux séries de films à base de pectine ont été préparées :

- la première en utilisant l'eau comme solvant
- la deuxième en utilisant à la place de l'eau, la margine d'olive.

A chacune de ces deux séries de films est ajouté le glycérol à différentes proportions, ceci dont le but d'améliorer les propriétés mécaniques. Les différentes étapes de la préparation de ces films sont :

4.4.2.1. Préparations des films à base de pectine seule (films homogènes)

- En utilisant l'eau comme solvant

Le procédé consiste à préparer deux solutions distinctes de pectine (2 et 3% m/v). La solubilisation de la pectine a été effectuée sous chauffage (75°C) et agitation (300 tr/mn) pendant 30 mn. La solution filmogène obtenue a été refroidie, ensuite filtrée et introduite dans des les moules. Après moulage, les films ont été séchés dans une étuve portée à 40°C jusqu'à obtention d'une masse constante.

- En utilisant la margine comme solvant

Le procédé de préparations des films à base de pectine en utilisant la margine comme solvant est le même que celui décrit précédemment.

4.4.2.2. Préparations des films à base de pectine et glycérol (films plastifiés)

Le procédé de formulation des films plastifiés est le même que celui utilisé pour l'obtention des films homogènes sauf que dans ce cas, une quantité de glycérol à différentes proportions a été incorporée à la solution filmogène de pectine obtenue en utilisant l'eau ou la margine comme solvant. Les différentes formulations réalisées dans les deux cas précédents (films homogènes et plastifiés) sont récapitulées dans le tableau 4.1.

Tableau 4.1. Différentes formulations des films de pectine.

Composition	Pectine	glycérol
Solution filmogène (pectine / eau)	100%	/
	80%	20%
	70%	30%
	60%	40%
Solution filmogène (pectine / margine)	100%	/
	80%	20%
	70%	30%
	60%	40%

4.5. Caractérisations

4.5.1. Caractérisations de la pectine extraite

Afin d'identifier les groupements fonctionnels et de comparer la morphologie de la pectine commerciale à celle extraite dans les conditions optimales, deux types d'analyse ont été utilisés : la spectrophotométrie infrarouge (IR) et la microscopie électronique à balayage (MEB).

4.5.1.1. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

La morphologie de la pectine a été observée à l'aide d'un microscope électronique à balayage de type ESEM XL 30 marque Philips (Germany). Cette technique permet d'obtenir des images de surfaces de pratiquement tous les matériaux solides, à des échelles allant de celle de la loupe (x 10) à celle du microscope électronique en transmission (x 500.000 ou plus).

4.5.1.2. Spectrophotométrie infrarouge

La spectroscopie infrarouge est l'une des méthodes efficaces et répandues qui permet l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. Le spectrophotomètre utilisé est de marque Shimadzu modèle IRAffinity-1S.

4.5.2. Caractérisations des films biodégradables

Les films biodégradables obtenus sont caractérisés par les analyses suivantes :

4.5.2.1. Aspect visuel

Il consiste à déterminer à l'œil nu, les propriétés macroscopiques tel que la forme, la couleur et le comportement des films biodégradables.

4.5.2.2. Solubilité

La solubilité à température ambiante des films biodégradables consiste à faire dissoudre ces films dans un solvant approprié sans aucune agitation. Des échantillons de 0,15g de ces films ont été introduits dans 30ml d'eau distillée à une température ambiante pendant 12h.

4.5.2.3. Teneur en composés phénoliques

La détermination de la teneur en composés phénoliques de films homogènes a été effectuée selon le même protocole que décrit dans le cas de la margine.

CHAPITRE 5

RESULTANTS

ET DISCUSSIONS

Ce chapitre consiste en la présentation des différents résultats expérimentaux. Il est constitué des parties suivantes :

- Caractérisation du matériel utilisé
- Extraction de la pectine à partir des raquettes de figuier de barbarie
- Caractérisation des films biodégradables élaborés.

5.1. Caractérisations du matériel utilisé

Le matériel utilisé dans notre étude est composé des cladodes et des margines.

5.1.1. Caractérisations des cladodes

Les caractéristiques étudiées concernent aussi bien les cladodes fraîches que celles en poudre.

5.1.1.1. Teneurs en humidité des cladodes

- **Cladodes fraîches**

La teneur en humidité des cladodes fraîches d'OFI est de $94,07 \pm 0,13\%$. Cette valeur représente la moyenne de trois déterminations. Ce résultat est proche de celui obtenu par les chercheurs : **Hadj Sadok et al. (2009)** et **Valente et al. (2010)**. Les résultats respectifs obtenus par ces auteurs sont : 93 % et 95 %. La légère différence observée entre notre résultat et ceux de ces auteurs est probablement due à la variété des cladodes et aux conditions pédoclimatiques.

- **Cladodes en poudre**

La teneur en humidité de la poudre des raquettes d'OFI que nous avons trouvée est de $5,47 \pm 0,5\%$. Ce résultat montre que cette poudre possède un taux d'humidités qui n'est pas négligeable. Cette valeur peut s'expliquer par la présence de l'eau de constitution au niveau de cette poudre sous forme d'humidité résiduelle.

5.1.1.2. Teneur en cendres de la Poudre des raquettes

La teneur en cendres de la poudre des cladodes d'OFI est de $18,1 \pm 5,2\%$. Cette valeur est très proche de celle trouvée par **Stintzing and Carle, (2005)** qui est de 19%. Le faible écart observé peut s'expliquer par l'endroit de la culture, la saison ainsi que l'âge de la plante[14].

5.1.2. Caractérisation de la margine

Les caractéristiques physico-chimiques des margines, utilisées dans notre étude, sont résumés dans le tableau 5.1.

Tableau 5.1. Caractéristiques de la margine utilisée.

Paramètres	Valeurs
pH	4,84
Conductivité	4,45mS/cm
Humidité	96%
Matières sèches	14,5 g/l
Matières volatiles	8,0g/l
Cendres	6,5g/l
Composés phénoliques	2,04g/L

D'après les résultats donnés dans le tableau 5.1., nous pouvons faire les remarques suivantes :

Cette margine a un caractère acide (pH = 4.85) qui est du en grande partie à la présence des acides organiques (acides phénoliques, acides gras,...). Ceci pourrait être expliqué par les conditions de stockage, le procédé d'extraction des olives utilisé,... Cette valeur du pH que nous avons obtenue est comparable à celle rapportée par **Sebaoui (2018)** [31].

La conductivité électrique de cette margine est de 4,45 mS/cm. Ceci, signifie la présence des sels dans l'effluent.

Les teneurs en matières sèches et volatiles que nous avons obtenues sont respectivement 14,5 g/l et 8,0 g/l. Ceci, montre la prédominance de la matière organique de cette margine. Ces valeurs sont proches de celles observées par **Akretch(2014)**.

La forte teneur en humidité de cet effluent (96%) peut s'expliquer par l'eau existant habituellement dans les olives.

La teneur en composés phénoliques est de 2,04 g/L. Cette valeur est proche de celle rapportée par **Moussaoui et al. (2010)** et **Mekki et al. (2008)**. La présence non négligeable de ces composés confère un pouvoir antimicrobien et antioxydant à la margine utilisée[31].

5.2. Extraction de la pectine

5.2.1. Aspect de la pectine extraite

La pectine extraite est schématisée par la figure 5.1. (a, b et c).

La figure 5.1. a. représente l'état de la pectine après coagulation, celle 5.1. b. montre l'aspect de la pectine obtenue après filtration et 5.1. c. correspond à la pectine après broyage.



5.1. (a)

5.1. (b)

5.1. (c)

Figure 5.1. Etapes de l'extraction de la pectine.

5.2.2. Optimisation du rendement en pectine

L'effet du pH, du temps de contact et de la température sur le rendement de l'extraction de la pectine à partir des cladodes du figuier de barbarie a été étudié. Les autres facteurs (vitesse d'agitation et le rapport liquide/solide) ont été fixés.

5.2.2.1. Effet du pH

L'effet du pH sur le rendement de la pectine est déterminé en fixant la température (80°C) et le temps de contact (60min). Les valeurs de rendement de l'extraction de la pectine en fonctions du PH sont données dans la figure 5.2.

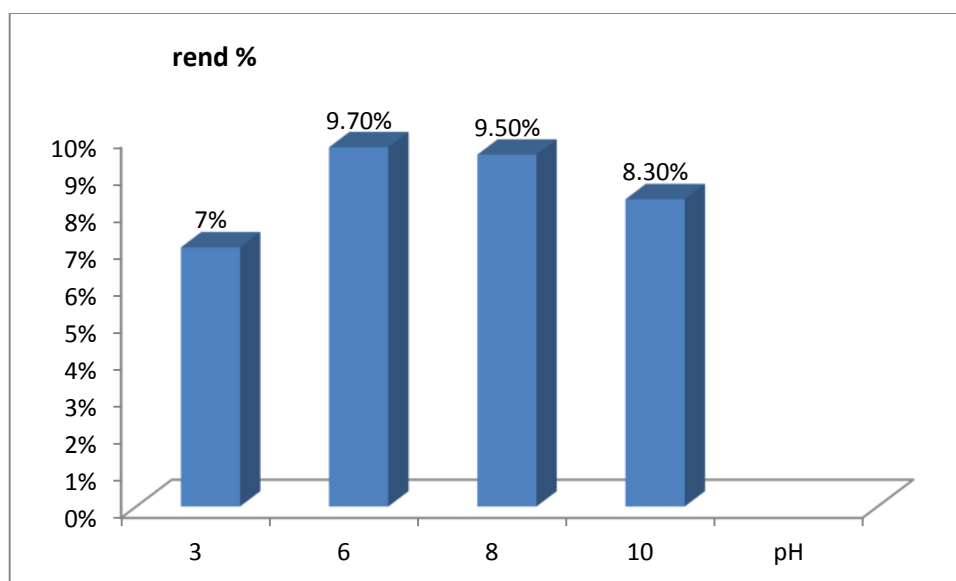


Figure 5.2. Effet du pH sur le rendement de l'extraction de la pectine.

D'après les résultats donnés dans la figure 5.2., nous remarquons une évolution du rendement de l'extraction de la pectine en fonction du pH. Le plus grand rendement en pectine (9,70%) est observé à pH = 6. A partir de cette valeur de pH, le rendement de l'extraction diminue jusqu'à atteindre une valeur de 8,30 %. En passant du pH = 3 au pH = 6, nous observons une augmentation du rendement de 39 %. Le résultat correspondant au rendement maximum obtenu au cours de cette étude est comparable à celui trouvé par **Ait Ougueni et al. (2015)** (10.25% à un pH=2).

5.2.2.2. Effet du temps de contact

L'étude de l'influence du temps de contact sur le rendement de l'extraction à été réalisée en maintenant constants le pH = 6 (valeur optimale) et la température = 80°C. Les valeurs du rendement de l'extraction de la pectine en fonctions du temps de contact, sont illustrées dans la figure 5.3.

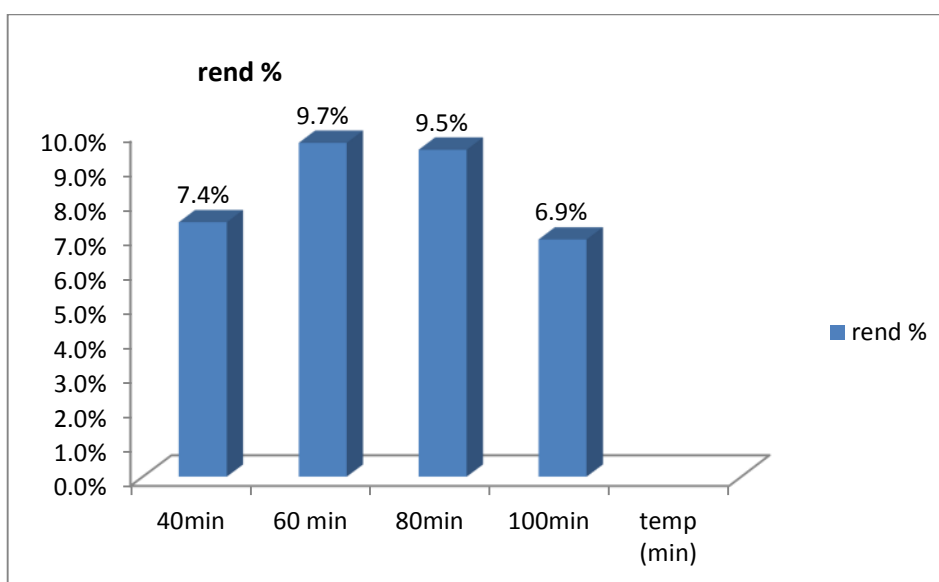


Figure 5.3. Effet du temps de contact sur le rendement de l'extraction.

Les résultats consignés dans la figure 5.3. Montrent une augmentation du rendement de l'extraction de la pectine en fonction du temps de contact jusqu'à atteindre une valeur maximale qui est de 9,70%. Cette valeur est obtenue pour un temps de 60 mn. A partir de cette valeur, le rendement diminue pour atteindre 6,90 % pour un temps de contact de 100 mn. Cette diminution peut être due à la dégradation de la pectine au cours du temps. La variation maximale du rendement observée par rapport à la valeur initiale (7,40%) est de 31 %. Ce résultat est très proche de celui obtenu par **Ait Ougueni et al. (2015)** qui est de 10.25% à un temps 60min.

5.2.2.3. Effet de la température

L'étude de l'influence de la température sur le rendement de l'extraction a été effectuée en fixant le pH = 6 (valeur optimale) et le temps de contact (60 mn). Les valeurs du rendement de l'extraction de la pectine en fonctions de la température sont données dans la figure la figure 5.4.

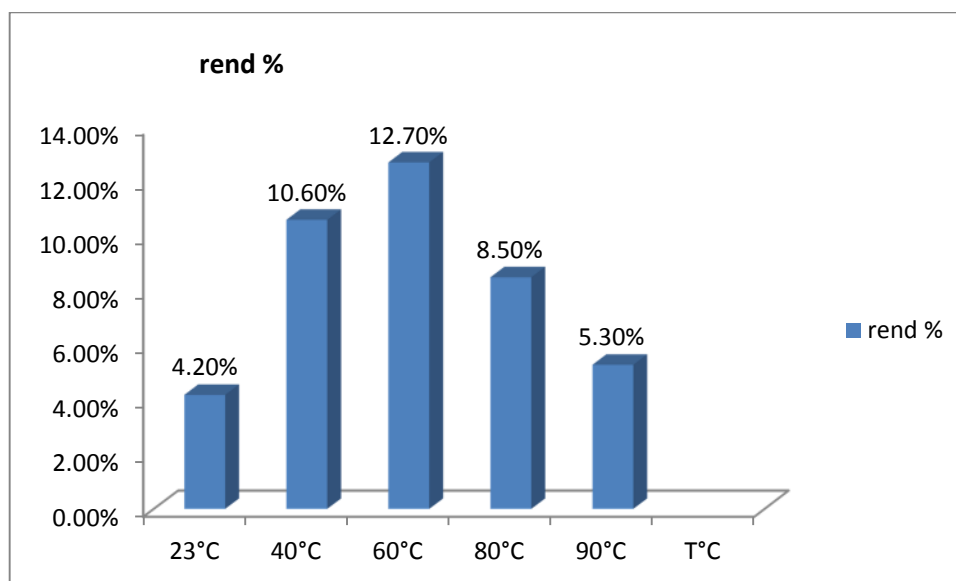


Figure 5.4. Effet de la température sur le rendement de l'extraction

Selon la figure 5.4, le rendement de l'extraction de la pectine augmente de manière significative avec la température, jusqu'à l'obtention d'un maximum qui correspond à la valeur de 12,70 %. Ce résultat est obtenu à une température de 60°C. A partir de 60°C, le rendement décroît jusqu'à atteindre 5,30 %, pour une température de 90 °C. Cette variation est due à la dégradation de la pectine à des températures supérieures. L'écart relatif observé entre le rendement maximum et celui initial (4,20 % à T = 23 °C) est de 200 %.

Cette valeur maximale du rendement est comparable à celle trouvée par **Ait Ougueniet al. (2015)**.

D'après cette étude paramétrique, les conditions optimales obtenues lors de l'extraction de la pectine à partir des cladodes sont :

- ✓ pH = 6
- ✓ Temps de contact : 60min
- ✓ Température : 60°C

5.3. Caractérisation de la pectine extraite

Les techniques expérimentales utilisées pour caractériser la pectine extraite et celle provenant du commerce sont : la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et l'infrarouge (IR).

5.3.1. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Les résultats enregistrés lors l'observation des deux poudres (pectine extraite (a) et pectine commerciale (b)) à 100 μ m à l'aide d'un Microscopie Electronique à Balayage, sont représentés respectivement dans la figures 5.5.

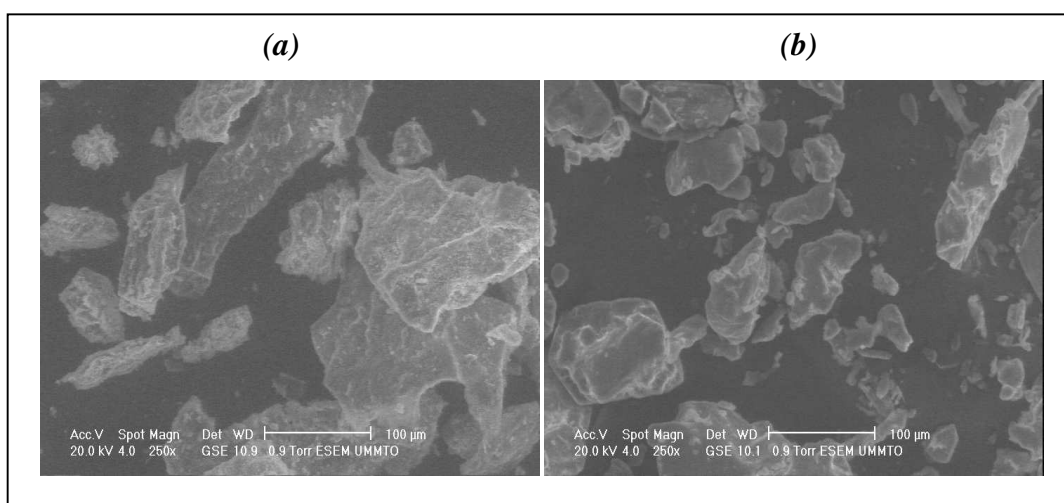


Figure 5.5. Images en MEB des pectines (a. extraite, b. commerciale).

Selon les images MEB de la pectine extraite (a) et celle commerciale (b) représentées dans la figure 5.5, nous constatons que l'aspect morphologique de la pectine extraite est comparable à celle de la pectine commercialisée. Les deux sortes de pectines présentent des formes laminaires. La taille des granulés composant la pectine extraite est supérieure à celle des granulés de la pectine issue du commerce.

5.3.2. Spectrophotométrie infrarouge (IR)

Les pics du spectre IR de la pectine extraite sont interprétés par comparaison aux tables infrarouge et les résultats sont présentés par le tableau 5.2.

Chapitre 5. Résultats et discussions

Tableau 5.2. Valeurs du spectre IR de la pectine extraite.

Groupement	Valeur observée (cm ⁻¹)	Valeur standard (cm ⁻¹)	Vibrations
Hydroxyle (OH)	3298,45	3400-3200	Elongation
Alcane (C-H)	2931,64	3000-2810	Elongation asymétrique
Amide (N-H)	1563.83	1570-1510	Déformation
Phénol (C-O)	1020,48	1250-1000	Elongation

Les spectres IR de la pectine commerciale et de la pectine extraite, sont représentés respectivement dans la figure 5.6 et la figure 5.7.

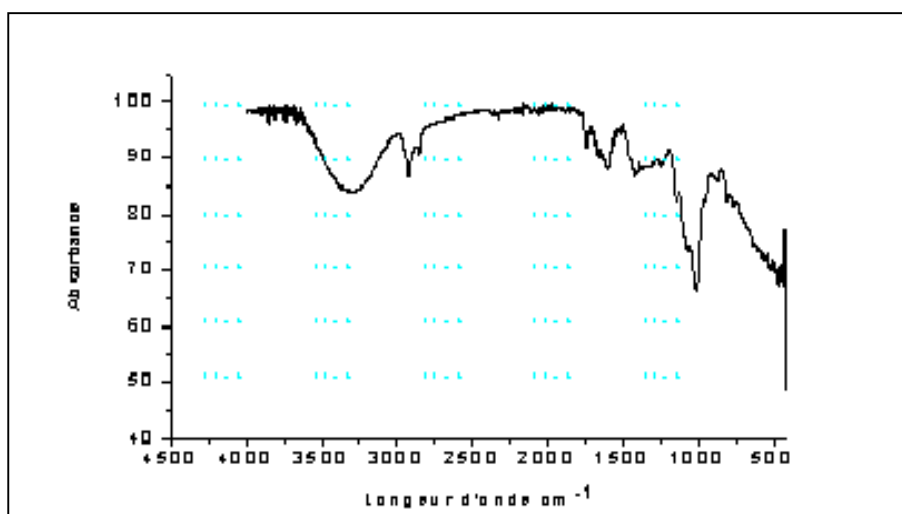


Figure 5.6. Spectres infrarouge de la pectine commerciale.

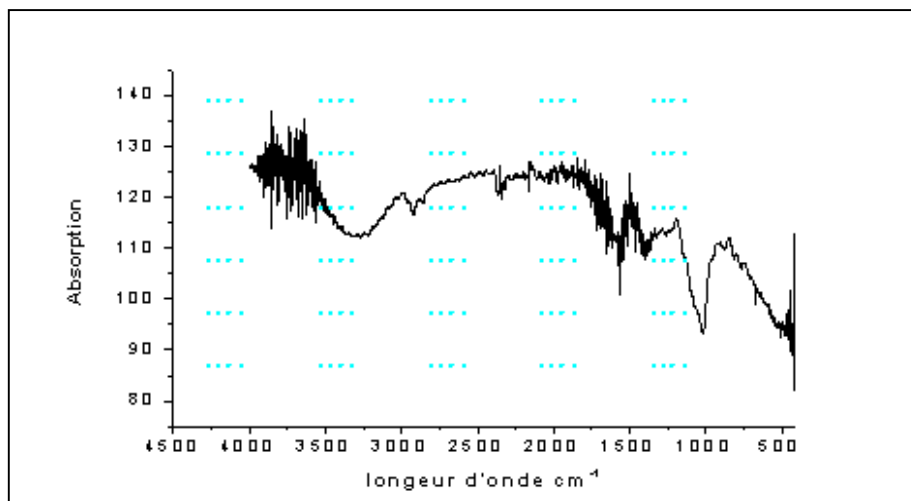


Figure 5.7. Spectres infrarouge de la pectine extraite.

D'après les figures (5.6) et (5.7), les spectres IR font apparaître des pics larges qui sont observés à un domaine compris $3400-3200\text{ cm}^{-1}$ ces pics correspondent à des élongations du groupement hydroxyle (O-H). D'autres pics intenses à 1020 cm^{-1} indiquent la présence de groupement (C-O), tandis que les bandes observées autour de 1570 cm^{-1} contribuent à une déformation de groupement amide (N-H). Pour cela nous pouvons dire que la structure de la pectine extraite et celle commerciale sont semblables.

5.4. Caractérisation des films élaborés

5.4.1. Films à base de pectine/eau et pectine/eau/glycérol

5.4.1.1. Aspect visuel

Les films à base de pectine seule (films homogènes) ont un aspect lisse, transparent et sont inodores. Ils sont fragiles (cassables). (Figure 5.8.)

Dans la même figure 5.8., sont représentés les films à base de pectine, d'eau et de glycérol (films plastifiants). En plus des propriétés lisse et transparente, ces films sont malléables et plus résistants que ceux constitués à base de pectine seule.

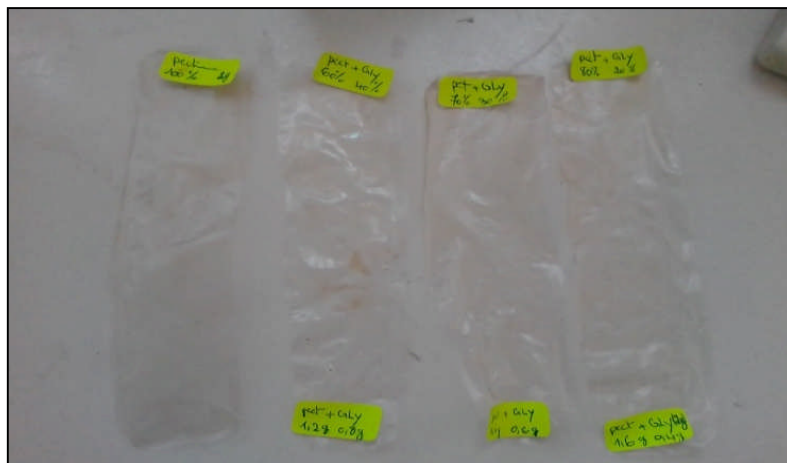


Figure 5.8.Films à base de pectine/eau etpectine/eau/glycérol.

5.4.1.2. Solubilité

Les deux types de films (films homogènes et plastifiants) sont très solubles dans un milieu aqueux.

5.4.1.3. Teneur en composés phénoliques

La teneur en composés phénoliques des films obtenus à base de la pectine seule est de 0,067g/L.Cette faible valeur montre que ces films ne possèdent pas de pouvoir anti-oxydant.

5.4.2.Films à base de pectine/margine et pectine/margine/glycérol

5.4.2.1. Aspect visuel

Les films à base de pectine/margine ont un aspect lisse, une couleur marron et une odeur semblable à celle des margines (figure 5.9.). Ils sont plus résistants que les films confectionnés en utilisant de l'eau comme solvant. Dans la même figure 5.9, sont représentés également les films plastifiants (ajout de glycérol) ; ces films possèdent des propriétés mécaniques plus intéressantes que les films homogènes (élasticité).



Figure 5.9. Films à base de pectine/margine etpectine/margine/glycérol.

5.4.2.2. Solubilité

Les deux types de films (homogènes et plastifiants) obtenus en utilisant de la margine comme solvant sont peu solubles dans un milieu aqueux, ceci par rapport à ceux préparés à base de l'eau. Cette différence de solubilité pourrait être due à la présence dans la margine de plusieurs types de composants, tel que : les sels, les minéraux,....

5.4.2.3. Teneur en composés phénoliques

La teneur en composés phénoliques des films obtenus à base de la pectine/ margine est de 1.71 g/L. Cette valeur montre que ces films sont doués d'un pouvoir antioxydant. Comparativement aux films élaborés à base de pectine/eau, ceux obtenus à base de pectine/margine ont un pouvoir anti oxydant supérieur. Ceci serait du à la richesse des margines utilisées en composés phénoliques.

CONCLUSION

Les cladodes d'*Opuntia ficus indica*, considérées comme sous-produits du figuier de Barbarie, ont été utilisées dans notre travail pour leur richesse moyenne en pectine. La demande de ce dernier est très fort à l'échelle industrielle, plus précisément dans le domaine alimentaire (gélifiants, émulsifiant, et stabilisant) ;

L'objectif de notre travail a été de valoriser les cladodes d'OFI en réalisant l'optimisation de trois paramètres d'extraction de la pectine qui sont le pH, le temps de contact et la température. La méthode d'extraction utilisée est celle dite conventionnelle.

Tous les paramètres étudiés ont présenté une influence positive sur le rendement de l'extraction de la pectine. A cet effet, les conditions optimales de l'extraction ayant permis l'obtention d'un rendement maximale de 12,70 % sont : pH = 6, temps de contact = 60 min et une température de 60°C.

La caractérisation par l'analyse spectrophotométrie infra rouge (IR) de la pectine extraite a révélé la présence de groupements fonctionnels comparable à celle commerciale. Les images MEB de la pectine extraite et celle commerciale ont une morphologie semblables

L'élaboration de films biodégradables à base de pectine a été réalisée par le procédé du coulage (casting) dont le but d'avoir des films homogènes (pectine/eau) ou (pectine/margine). La solubilisation de la pectine dans la margine a permis d'obtenir des films possédant une bonne activité antioxydante. L'ajout de nouveaux additifs tel que le glycérol dans la solution filmogène a permis d'améliorer le comportement ainsi que les propriétés mécaniques des films obtenus.

REFERENCES

BIBLIOGRAPHIES

- [1] Malainine, A., Dufresne, D., Dupeyre, M., Mahrouz, R., Vuong, I., M.R., Vignon, I. « Structure et morphologie des raquettes et des épines du figuier de barbarie » p 126-130. Phys. Chem News 4. (2001).
- [2] Habibi. Y. Contribution à l'étude morphologique, ultrastructurale et chimique de la figue de barbarie. Les polysaccharides pariétaux : caractérisation et modification chimique. Thèse de doctorat. Autre. Université Joseph-Fourier – Grenoble. (2004).
- [3] Feugang, J. M., Konarski, P., Zou, D., Stintzing, F. C., and Zou, C .Nutritional and medicinal use of cactus pear (*Opuntia* spp.) cladodes and fruits. 11, 2574-2589. Frontiers in Bioscience (2006).
- [4] Arba, M. Dellahia. A cactus pear cultivar from the Mediterranean coast of northern Morocco. 728; 37-41. Actahorti culturae. (2006).
- [5] Felkai-Haddache, L., Dahmoune, F., Remini, H., Lefsih, K., Mouni, L., Madani, K. Microwave optimization of mucilage extraction from *Opuntia ficus indica* Cladodes. 84, 24-30 International journal of biological macromolecules. (2016).
- [6] Kirkpatrick R., Moore A., Knoll B., Garcia V., Larsen A., Murdock A., Park M. Cladistics of the Cacti. p1-18. Lab manual. Department of Integrative Biology, University of California-Berkeley. (2009).
- [7] Benkaddouri, A. Etude des huiles essentielles de (*Opuntia ficus-indica*) région de mascara, Mémoire de magister. Université d'Oran. (2011).
- [8] Dubeux JR, Ferreira dos Santos MV, de Andrade Lira M, Cordeiro dos Santos D, Farias I, Lima LE, Ferreira RLC. Productivity of *Opuntia ficus-indica* under different N and P fertilization and plant population in north-east Brazil. 67: 357- 372 J. Arid .Envir. (2006).
- [9] Wallace RS, Gileson AC. Evolution and systematic. pp 1-21. Biology and Uses P.S. Nobel Ed. (1997).
- [10] Schweizer, M. "Docteur Nopal, le médecin du Bon Dieu," Aloe Plantes et Beauté. Science et magie. Ouvrage ISBN 2-912978-07.p1-81. (1997).
- [11] Araba, A., El Aich, A., Sarti, B., Belbahri, L., Boubekraoui, A., Ait Hammou, A., Zemmouri, A., and Sbaa, A. Valorisation du figuier de barbarie en élevage. , p 1-4. Transfert de technologie en agriculture, (2000).
- [12] Abid., A. Zouhir., A. Ider et S. Kholtei. Revue des Energies Renouvelables Vol. 12 N°2 p321-330. Laboratoire des Procédés de Valorisation des Ressources Naturelles, des Matériaux et Environnement Faculté des Sciences et Techniques, Université Hassan 1er B.P. 577. (2009).

Références bibliographiques

- [13] Chougui, N., Djerroud, N., Naraoui, F., Hadjal, S., Aliane, K., Zeroual, B., Larbat, R., .Physicochemical properties and storage stability of margarine containing *Opuntia ficus-indica* peel extract as antioxidant. 173, 382-390. Food chemistry. (2015)
- [14] Stintzing, F. C., and Carle, R..Cactus stems (*Opuntia* spp.): 49, 175-194 A review on their chemistry, technology, and uses. Molecular nutrition & food research, (2005).
- [15] Nouveaux aliments pour les ruminants à base de fruits de cactus, ministère de l'agriculture et de la pêche maritime, royaume du Maroc, N°176/MAI. (2009)
- [16] Nicola S.J.P. Plantes médicinales des Mayas Kiché du Guatemala Ibis Press, Paris, p310. N° de réf. du libraire 40527. (1999)
- [17] Piga, A. Cactus pear : a fruit of nutraceutical and functional importance. 6, 9-22 Journal of the Professional Association for Cactus Development, (2004).
- [18] Lamghari El Kossori, R., Villaume, C., El Boustani, E., Sauvaire, Y., Méjean, L. Composition of pulp, skin and seeds of prickly pear fruit (*Opuntia ficus-indica* sp.), 52, 263-270 Plant Foods for Human Nutrition, ,(1998).
- [19] Helmuth, G.Z; Granata. Insect Pests and diseases. 235-254. Journal Cacti Biology and use. (1997).
- [20] Ammar, I., Ennouri M., Khemakhem B., Yangui T. et Attia H. Variation in chemical composition and biological activities of two species of *Opuntia* flowers at four stages of flowering. 37:34-40 Industrial crops and products. (2012).
- [21] Saenz, C. Processing technologies: An alternative for cactus pear (*Opuntia* spp.) fruits and cladodes, 46: 209-225 Journal of Arid Environments (2000).
- [22] Louacini, B., Dellal, A., Halbouche, M., Ghazi, K. Effect of incorporation of the spineless *Opuntia ficus-indica* in diets on biochemical parameters and its impact on the average weight of ewes during the maintenance. Global Veterinaria 8 (4): 352-359, ISSN 1992-6197 © IDOSI Publications. (2012).
- [23] Saleem, M., Kim, H.J., Han, C.K., Jin, C., Lee, Y.S.,. Secondary metabolites from *Opuntia ficus-indica* var. 67, 1390-1394. saboten. Phytochemistry. (2006).
- [24] Welegerima, G., Zemene, A., Tilahun, Y. Phytochemical composition and antibacterial activity of *Opuntia Ficus Indica* cladodes extracts. 6, 243-246. Journal of Medicinal Plants. (2018).
- [25] Expertise mademoiselle bio.
(<http://expertise.mademoisellebio.com/index/2009/06/11/1141>).
- [26] Chérif, E. la figue de barbarie, un cactus source de richesses. Page 10. .Journal agroligne5 n° 100 - mai / juin (2016)

- [27] Aarti, A., Choudhary., Abhijeet, A., Patil., Jitendra, R., Shedge., Bhagyashree, M., Kansar. Extraction of Pectin from Citrus Fruits and Comparing Its Amount Yield with Different Cosmetic Chemical Face Wash. Vol. 7 (1): 574-583. Human Journals (2006).
- [28] Marie Michel, C. Mario Aguedo, Michel Paquot . Les oligosaccharides pectiques : production et applications possibles .15(1),153-164. Univ. Liège - Gembloux Agro-Bio Tech. Unité de Chimie biologique industrielle.2. B-5030 Gembloux (Belgique) Biotechnol. Agron. Soc. (2011).
- [29] Mukhiddinov, Z.K., et al. Isolation and structural characterization of a pectin homo and ramnoglacturonan. Talanta, 53, pp. 171-176. (2000).
- [30] Aubree, E. Mécanismes de gélification des pectines. p33-37. La texture des produits sucrés Systems Industries (SBI), Centre de Développement Alimentaire Bauppte, Carentan.
- [31] Sebaoui, O. Modélisation et optimisation de l'extraction de la pectine à partir du zeste de citron et de son utilisation dans l'encapsulation des composé phénoliques des margines de l'industrie oléicole Thèse de doctorat LMD Université Mouloud Mammeri Tiziouzou. (2018)
- [32] Serguschenko, I., Kolenchenko, E., Khotimchenko, M. Low esterified pectin accelerates removal of lead ions in rats. 27 (10), 633 – 639. Nutrition Research. (2007).
- [33] Voragen, A.G.J., Pilnik, W., Thibault, J.-F., Axelos, M.A.V. and Renard, C.M.G.C. Pectins. In: Food Polysaccharides and their Applications. Stephen, 292- 310. A.M. New York, Marcel Dekker. (1995).
- [34] Rezzoug, S.D., MAACHE-Rezzoug, Z., Allaf, K. Etude de la disponibilité de la pectine extraite à partir d'écorces d'oranges suite à un prétraitement thermomécanique Hal-00414542> page 2. Université de La Rochelle. Laboratoire "Maîtrise des Technologies Agro-industrielles », Paris, France. (2007).
- [35] Thibault, J.F., Ralet, M.C. Pectins: Their origin, structure and functions. Dans: Advanced Dietary Fibres. Mc Cleary, B.V. and Prosky L., Eds. 32, 369 – 378. Oxford Blackwell Science.(2001).
- [36] May, C.D. Industrial Pectins: Sources, Productions and applications. Carbohydrate Polymens. 12, 79-99. (1990).
- [37] Sato, Y., Miyawaki, O. Analysis of Intermolecular Interaction among Pectin Molecules in Aqueous Sugar Solutions. 14 (3), 232 - 238. Food Science and Technology Research. (2008).
- [38] Holfer .A.C. Pectin chemistry, et application. Herculesin corporated food gums group, p1-26. (1999).

[39] Bouquelet, S. - Professeur, Université des Sciences et Technologies de Lille- lille1 Polysaccharides alimentaires.

http://biochim-agro.univ-lille1.fr/polysaccharides/co/Contenu_2_1.html

[40] Axelos, M.A.V., Thibault, J.F. The chemistry of low-methoxyl pectin gelation.109 - 118. The Chemistry and Technology of Pectin. Editeur: Walter, R.H., New York, Academic Press. (1991).

[41] Foster, T. J., & Harding, Morris, G. S. E. A hydrodynamic study of the depolymerisation of high methoxy pectin at elevated temperatures. Carbohydrate Polymers, 48(4), 361-367. (2002).

[42] Morris, G. A., Castile, J., Smith, A., Adams, G. G., & Harding, S. E. The effect of different storage temperatures on the physical properties of pectin solutions and gels. PolymerDégredation and Stability, 95(12), 2672-2673. (2010).

[43] Mouawad, C. Transfert de matière dans un système solide/liquide « ions/eau/pectine » : Interactions, partage ionique et simulation par dynamique moléculaire. Thèse doctorat. L'institut National Polytechnique de Lorraine. (2007).

[44] Akretche, H. Evaluation des propriétés anti oxydantes des films obtenus par couplage de pectine et de composés phénoliques issus des coproduits oléicoles Mémoire master. Axe GePEB de l'Institut Pascal - UMR CNRS 6602. (2014).

[45] Chetouani, S. Elaboration et Bio évaluation de nouvelles classes d'hydrogels à base de pectine avant et après son oxydation et étude de leurs effets sur les comportements physico-chimiques et biologiques de la gélatine et du chitosane. Thèse de doctorat universite ferhat abbas –setif.(2015).

[46] Pranati S., Rishabha M. «Sources of pectin, extraction and its applications in pharmaceutical industry– an overview». 2(1), pp. 10-18. ». Indian Journal of Natural Products and Resources. (2011).

[47] Yeoh, S., Shi, J., Langrish, T.A.G. Comparisons between different techniques for water-based extraction of pectin from orange peels. Desalination. 218, 229 - 237. (2008).

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

[49] Wang Y.-C., Chuang Y.-C. & Hsu H.-W. The flavonoid and pectin content in peels of citrus cultivated in Taiwan. 106 (1) : 277-284. Food Chemistry. (2008).

[50] Aitougueni, S & Ben Hamma, K. Optimisation de l'extraction et Comportement de gélification des pectines hydrosolubles issues des raquettes de la figue de barbarie. Mémoire de master. Université A. MIRA – Bejaia. (2015).

- [51] Agab, S & Choulak, F. Optimisation d'extraction par sonication d'un coagulant naturel mucilage des raquettes de Figuier de Barbarie Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie. Mémoire de master. Université A. MIRA – Béjaia. (2018).
- [52] Aoufi, D., Serier, A. Étude de comportement d'un film biodégradables à base de polysaccharides plastifié par le mélange glycérol /acide lactique. p 1088-1092. Université M'hamed Bougara Boumerdes, 35000- Algérie. Centre de Recherche en Technologies Industrielles. (2016).
- [53] Al mahdi, R. Mise au Point et Caractérisation de Films Comestibles à Base de Polysaccharides et de Matières Grasses. Thèse de doctorat. Ecole Nationale d'Agronomie et des Industries Alimentaires (2016).
- [54] Viljanmaa, M., Södergrad, A., Törmälä, P. Lactic acid based polymers as hot adhesives for packaging applications. *of Adhesion and adhesives*, 22, 219-226.(2002).
- [55] Gómez—Guillén*M.C., PérezGuillén* M.C., Pérez--Mateos M., Gómez Mateos.La gélatine de poisson : une matière renouvelable pour développer des films actifs biodégradables. 20 (1), p. 3-16. Instituto del Frio , Madrid, Spain.(2009).
- [56] Siripatrawan, U et Noiphar, S. Active film from chitosan incorporating green tea extract for shelf life extension of pork sausages.27, 102-108 *Food Hydrocolloids*. (2012).
- [57] HadjSadok, T., Aid, F., Bellal, M., ABDUL HUSSAIN, M.S. Composition chimique des jeunes cladodes d'opuntia ficus indica et possibilités de valorisation alimentaire. *Agricultura, agricultural practice and science journal* 65. (2009).
- [58] Valente, L.M., da Paixão, D., Do Nascimento, A.C., dos Santos, P.F., Scheinvar, L.A., Moura, M.R., Tinoco, L.W., Gomes, L.N.F., da Silva, J.F., Antiradical activity, nutritional potential and flavonoids of the cladodes of *Opuntia monacantha* (Cactaceae).123, 1127-1131. *Food chemistry*. (2010).

Résumé

Opuntia ficus indica est une espèce mondiale de cactus connue pour ses nombreux avantages pour la santé humaine et pour son intérêt croissant dans plusieurs domaines. Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à l'utilisation des raquettes de cette plante comme source de pectine en vue de son utilisation dans l'élaboration des films biodégradables. L'extraction a été effectuée en procédant à la recherche des meilleures conditions de travail. A cet effet, une étude paramétrique portant sur l'effet de la température, du temps résultats de contact et du pH sur le rendement de l'extraction a été examinée. Les de l'optimisation du ce procédé ont montré qu'un rendement maximal de 12.70 % est obtenu en assurant comme conditions optimales un : pH = 6.00, T = 80 °C et t = 60 min.

Concernant l'élaboration des films à base de pectine, les résultats ont montré que l'association du glycérol au gel de pectine n'a pas d'effet significatif sur les propriétés physico chimiques de ces films, mais améliore leurs propriétés mécaniques.

Abstract

Opuntia ficus indica is a global cactus species known for its many benefits to human health and growing interest in many areas. In this study, we are interested in the use of this plant's rackets as a source of pectin for the production of biodegradable films. The extraction was carried out by searching for the best working conditions, for this purpose, a parametric study on the effect of temperature, contact time and pH on the extraction yield was examined. The optimization of this process has shown that a maximum yield of 12.70% is obtained by ensuring as optimal conditions: pH = 6.00, T = 80 °C and t = 60 min.

Regarding the production of films from pectin, the results showed that the combination of glycerol with pectin gel has no significant effect on the physicochemical properties of these films, but improves their mechanical properties.