

Etude de la disponibilité de la pectine extraite à partir d'écorces d'oranges suite a un prétraitement thermomécanique

Sid-Ahmed Rezzoug, Zoulikha Maache-Rezzoug, Karim Allaf

► **To cite this version:**

Sid-Ahmed Rezzoug, Zoulikha Maache-Rezzoug, Karim Allaf. Etude de la disponibilité de la pectine extraite à partir d'écorces d'oranges suite a un prétraitement thermomécanique. Société Française de Génie des Procédés. 11ème Congrès de la Société Française de Génie des Procédés - SFGP 2007, Oct 2007, Sait-Etienne, France. 96, pp.CD-ROM, 2007, Récents Progrès en Génie des Procédés. <hal-00414542>

HAL Id: hal-00414542

<https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00414542>

Submitted on 9 Sep 2009

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Etude de la disponibilité de la pectine extraite à partir d'écorces d'oranges suite a un prétraitement thermomécanique

REZZOUG Sid-Ahmed*, MAACHE-REZZOUG Zoulikha, ALLAF Karim

Université de La Rochelle. Laboratoire "Maîtrise des Technologies Agro-Industrielles",
EA 3166, UFR Sciences Avenue M. Crepeau, 17042 La Rochelle, France

Résumé

Les écorces de citrus représentent le principal sous-produit de l'industrie des jus de fruits d'une part et de l'industrie liée à l'extraction des huiles essentielles de citrus d'autre part. Lors d'une étude sur l'extraction d'huile essentielle à partir de peaux d'oranges par un procédé développé au laboratoire (extraction par détente Instantanée contrôlée DIC), les écorces ont été récupérées afin d'évaluer l'impact du procédé sur la disponibilité de la pectine. Le traitement thermomécanique consiste à soumettre les écorces à une pression de vapeur d'eau pendant un temps déterminé. Intervient ensuite une détente instantanée vers le vide (~50 mbar). Cette détente met le système en déséquilibre thermodynamique. Il s'ensuit la création de microcavités dues à une évaporation rapide de l'eau contenue dans les écorces. Après séchage des écorces, ces microcavités vont faciliter la diffusion du réactif utilisé lors de l'hydrolyse acide. Ainsi, le rendement en pectine a été systématiquement supérieur pour des échantillons qui ont subi le traitement thermomécanique en comparaison avec des échantillons témoins, n'ayant subi aucun traitement ; de 20 à 22 % par rapport à la masse d'écorces pour les échantillons traités alors qu'il n'a pas dépassé 12 % pour les échantillons non traités. Trois paramètres ont été simultanément étudiés dans cette étude : le niveau de pression de vapeur d'eau lors du traitement thermomécanique DIC (de 100 à 700 kPa), le temps de séjour à cette pression (0,32 – 3,7 min) ainsi que l'humidité initiale des peaux d'oranges (0,1-0,6 g H₂O/ g M.S.). Un plan d'expériences a permis d'évaluer l'effet de ces paramètres sur le rendement en pectine après 6 minutes d'hydrolyse acide. Il est clairement apparu que la pression est le paramètre le plus significatif. Un effet quadratique a également été observé pour ce paramètre, indiquant une dégradation de la pectine à partir d'une certaine température

Mots-clés : Pectine, Traitement thermomécanique, écorces d'orange, hydrolyse

1. Introduction

La pectine est le principe gélatineux des végétaux. Elle est abondante dans les végétaux mais principalement extraite, à l'échelle industrielle, des du marc de pommes et des écorces de citrus. Des auteurs tels que Kar et Arslan (1999) et Yapo et al., (2007) citent la pulpe de betterave comme source potentiellement importante de pectine. Pour Schieber et al., (2003), la production de pectine est la voie la plus raisonnable d'utilisation des sous produits de l'industrie des jus d'agrumes, d'un point de vu économique mais également écologique. La pectine est utilisée dans de nombreuses préparations alimentaires en tant qu'agent gélifiant dans les confitures et gelées, comme épaississant et émulsifiant dans les produits lactés. La pectine est aussi utilisée en pharmacie et dans les produits cosmétiques pour ses capacités gélifiantes (Pagan et al., 2001). Le procédé d'extraction est basé sur l'hydrolyse en milieu acide suivi d'une filtration et précipitation dans de l'alcool tel que le 2-propanol (Kalapathy & Proctor, 2001). Cette extraction est généralement réalisée à 90 °C pendant un temps minimal d'une heure (Iglesias and Lozano, 2004). Ces conditions sont souvent préjudiciables pour la qualité de la pectine.

Pour faciliter l'hydrolyse de la protopectine qui est fortement liée aux parois cellulaires et afin de libérer les acides pectiniques, certains travaux de recherche ont porté sur le prétraitement de la matière première

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : S.A.Rezzoug: sarezzou@univ-lr.fr

avant l'hydrolyse. Les techniques les plus utilisés sont les enzymes (Bonin et al., 2002) ou bien des prétraitements physiques (Panchev et al., 1988; Osterveld et al., 1996). En effet, Fishman et al., (2000) indiquent qu'un prétraitement par microondes de différents fruits augmente considérablement le rendement en pectine. Kratchanova et al. (1996) confirment d'une part que ceci est particulièrement marqué pour la pectine issue de peaux d'oranges et d'autre part que l'augmentation du rendement en pectine est due à la désintégration partielle des tissus cellulaires. La cuisson-extrusion est aussi été utilisée comme prétraitement physique avant l'extraction de la pectine avec comme conséquence une augmentation du rendement (Ralet et al., 1994)

L'objectif de ce travail est de proposer un procédé physique, efficace et économiquement valable, pour le prétraitement de la pectine à partir de peaux d'oranges ; il s'agit du procédé D.I.C (Détente Instantanée Contrôlée), développé puis breveté au sein de notre laboratoire (Allaf et al., 2000), initialement dans le domaine du séchage-texturation de différents produits alimentaires en morceaux (Rezzoug et al., 1998). Ce procédé est basé sur un traitement thermomécanique provoqué par une transition rapide du produit d'une pression de vapeur d'eau variant de 100 à 700 kPa au vide (5 kPa). Ce passage qui met le système en déséquilibre thermodynamique a deux effets principaux, d'une part une contrainte mécanique élevée qui conduit à l'éclatement des cellules et d'autre part un refroidissement rapide lié au vide qui permet de stopper toute réaction de dégradation thermique. Ce procédé, après séchage, permet d'obtenir des produits avec une texture beaucoup plus alvéolée que celle obtenus avec des produits séchés de façon classique (air chaud,...). La réhydratation ultérieure est donc facilitée. Ce résultat a été utilisé avec succès pour améliorer la vitesse et la capacité d'hydratation de la molécule de scléroglycane (Rezzoug et al., 2000a). La D.I.C a aussi été utilisée comme procédé d'extraction d'huiles essentielles à partir de différents substrats végétaux tels que le romarin (Rezzoug et al., 2005) ou les peaux d'oranges (Rezzoug et al., 2000b). Dans ce dernier cas, après extraction de l'huile essentielle, les peaux ont été récupérées et la pectine a été extraite par hydrolyse acide (figure 1). Trois paramètres du procédé ont été testés : le niveau de pression de vapeur d'eau, la teneur en eau de peaux avant le prétraitement D.I.C et le temps de prétraitement. Cette étude a été menée à l'aide d'un plan d'expérience, avec comme paramètre réponse le rendement d'extraction après 6 minutes d'hydrolyse acide de la protopectine. Par ailleurs, pour une partie des points du plan d'expériences, nous donnons les cinétiques d'extraction de la pectine

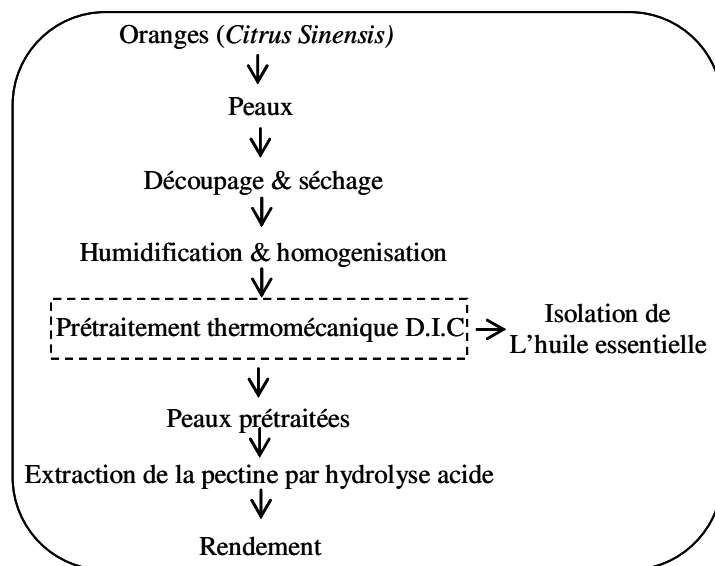


Figure 1. Les différentes étapes, à partir des oranges jusqu'au calcul final du rendement en pectine

2. Matériels et méthodes

2.1 Matière première

La matière première utilisée dans cette étude est des oranges de variété *citrus sinensis* L., d'origine espagnole. Les peaux ont été séparées de l'endocarpe à l'aide d'un couteau ; elles représentent 17 % en masse par rapport au fruit. Dans un 1^{er} temps, les peaux sont séchées à 50 °C dans une étuve ventilée puis placées dans des sacs hermétiques jusqu'à leur prétraitement. La teneur en eau après cette phase, mesurée à l'aide d'une balance infrarouge de type Mettler LP16, est de 6,8 g d'eau/100 g m.s

2.2 Dispositif et protocole expérimental

L'appareillage utilisé dans cette étude a été largement décrit dans une précédente publication (Rezzoug et al 2005). Il se compose de trois parties principales : le réacteur d'une capacité de 12 litres (fig. 2-1), la cuve à vide d'une capacité de 360 litres (Fig.2-3) et une vanne reliant les deux (Fig 2-2). Après avoir disposé les peaux d'orange (~100 g M.S) à l'humidité désirée dans le réacteur (Fig 3-a), le traitement thermomécanique commence par l'instauration d'un vide d'environ 50 mbar (Fig 3-b) puis par une injection de vapeur d'eau saturante, sous pression, entre 100 et 700 kPa dans notre étude (Fig 3-c). Le vide initial permet d'améliorer le transfert de chaleur entre le fluide caloporteur et la matière. Après un temps de séjour fixé (Fig 3-d), une chute brutale de la pression (Fig 3-e) est induite suite à l'ouverture rapide (~200 msec) de la vanne qui relie l'autoclave et la cuve à vide. D'un côté, les condensats contenant l'huile essentielle sont récupérés dans un sas spécialement prévu à cet effet et de l'autre côté, les peaux ayant ainsi subi un prétraitement thermomécanique sont récupérées afin d'en extraire la pectine.

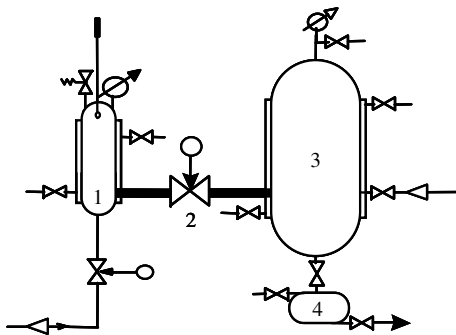


Figure 2. Appareillage utilisé. (1): enceinte de prétraitement avec double enveloppe. (2) Vanne. (3) cuve à vide avec double enveloppe. (4): sas de récupération des condensats

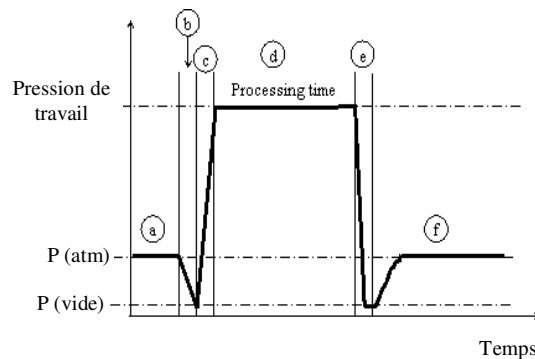


Figure 3. Evolution des profils pression-temps durant le prétraitement des peaux d'oranges. (a): échantillon à pression atmosphérique. (b): vide initial. (c): injection de vapeur d'eau saturante. (d): temps de prétraitement à pression fixée. (e): détente rapide vers le vide. (f): pression atmosphérique et récupération du produit

La détente rapide vers le vide induit des contraintes produit un déséquilibre thermodynamique et a pour effet une vaporisation de type "flash" de l'eau, ainsi que les molécules volatiles, contenues dans les peaux d'oranges. Cette vaporisation va créer des microcavités dont l'amplitude va dépendre des propriétés rhéologiques et de l'humidité de la matière première. De plus le fait que celle-ci soit effectuée dans des conditions adiabatiques fait que le refroidissement des peaux d'oranges se fait aussi rapidement, ce qui évite d'éventuelles dégradations thermiques.

2.3 Extraction de la pectine

La pectine est extraite des peaux d'orange dans une solution d'acide chaud. Les peaux d'oranges séchées après le prétraitement ont été broyées pendant 20 secondes dans un mixer de type Waringblebder. Le broyat d'écorces (10 g) est ajouté à une solution de 200 ml d'acide chlorhydrique 0,1 N puis porté à ébullition dans un système à reflux à 90 °C pendant 45 minutes. 10 ml du mélange obtenu ont été prélevés après 3, 6, 9, 15, 20, 30, 45, et 60 minutes puis plongés dans de la glace afin d'arrêter le processus d'hydrolyse. Le surnageant est récupéré après filtration sur une grille.

La pectine est alors précipitée avec deux volumes d'alcool (éthanol) pour un volume de surnageant. Le précipité obtenu est lavé par un volume d'alcool à 6,6 % puis centrifugé à 10000 tours par minute pendant 20 minutes. Le culot est ensuite recueilli, une portion de celui-ci est analysée dans une balance infrarouge pour la détermination de la quantité de pectine extraite des 10 g de broyat. Le rendement en pectine est exprimé en g/100 g de peaux d'oranges séchées.

2.4 Le plan d'expériences réalisé

Les trois paramètres indépendants cités plus haut ont été modifiés simultanément selon un plan d'expériences composite centré (tableau 2). Celui-ci permet d'évaluer non seulement les effets linéaires mais aussi d'éventuels effets quadratiques ainsi que les effets d'interaction entre les différentes variables opératoires. Après avoir réalisé les essais (8 essais correspondant au plan orthogonal, 6 essais pour les points axiaux et 8 essais au point central "0,0,0" pour vérifier la répétabilité), les résultats sont exploités par le logiciel statistique *Statgraphics* (version 5.1). Ainsi, nous avons pu déterminer pour le rendement de pectine après 6 minutes (temps minimum pour avoir des rendements convenables ; sachant qu'industriellement, ce temps est d'au moins 15 minutes) d'hydrolyse acide, un modèle polynomial empirique traduisant la réponse (η) en fonction des conditions opératoires de la forme :

$$\eta = \beta_0 + \sum_{i=1}^3 \beta_i x_i + \sum_{i=1}^3 \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^2 \sum_{j=i+1}^3 \beta_{ij} x_j$$

β_0 , β_i , β_{ii} and β_{ij} sont les coefficients de régression des modèles et x_i les variables codées (x_1 = pression de vapeur d'eau dans le réacteur ; x_2 = teneur en eau des peaux d'oranges avant le prétraitement ; x_3 = temps de traitement à pression fixée).

Tableau 1 : Domaine de variation des paramètres opératoires

| Paramètre\niveau | -1,68 | -1 | 0 | +1 | +1,68 |
|--|-------|-----|-----|-----|-------|
| P = Pression (kPa) | 97 | 220 | 400 | 580 | 702 |
| W = Teneur en eau (g H ₂ O/ 100g M.S) | 9,8 | 20 | 35 | 50 | 60,2 |
| t = Temps de traitement (min) | 0,32 | 1 | 2 | 3 | 3,7 |

Tableau 2. Réponses expérimentales en fonction des différentes combinaisons de la pression de vapeur d'eau (x_1), de la teneur en eau initiale des peaux d'oranges (x_2) et du temps de traitement (x_3).

| Expérience | Variables codées | | | Valeurs observées | Valeurs prédites |
|------------|------------------|-----------|-----------|-------------------|------------------|
| | x_1 | x_2 | x_3 | | |
| 1 | 1 | 1 | 1 | 16.7 | 16.4 |
| 2 | 1 | -1 | 1 | 17.5 | 17.8 |
| 3 | 1 | 1 | -1 | 13.1 | 13.8 |
| 4 | 1 | -1 | -1 | 18.4 | 18.7 |
| 5 | -1 | 1 | 1 | 17.3 | 17.2 |
| 6 | -1 | -1 | 1 | 12.1 | 11.5 |
| 7 | -1 | 1 | -1 | 14.6 | 14.5 |
| 8 | -1 | -1 | -1 | 12.0 | 12.5 |
| 9 | $-\alpha$ | 0 | 0 | 13.2 | 13.4 |
| 10 | $+\alpha$ | 0 | 0 | 18.4 | 17.9 |
| 11 | 0 | $-\alpha$ | 0 | 14.8 | 14.6 |
| 12 | 0 | $+\alpha$ | 0 | 15.5 | 15.3 |
| 13 | 0 | 0 | $-\alpha$ | 15.6 | 14.8 |
| 14 | 0 | 0 | $+\alpha$ | 15.7 | 16.2 |
| 15 | 0 | 0 | 0 | 16.8 | 16.3 |
| 16 | 0 | 0 | 0 | 15.9 | 16.3 |
| 17 | 0 | 0 | 0 | 16.6 | 16.3 |
| 18 | 0 | 0 | 0 | 14.9 | 16.3 |
| 19 | 0 | 0 | 0 | 15.7 | 16.3 |
| 20 | 0 | 0 | 0 | 16.9 | 16.3 |
| 21 | 0 | 0 | 0 | 16.4 | 16.3 |
| 22 | 0 | 0 | 0 | 17.0 | 16.3 |

3. Résultats et discussion

3.1 Analyse du modèle empirique

Les coefficients de régression du modèle permettent d'aboutir à l'équation donnant le rendement en pectine prévu en fonction des trois paramètres étudiés :

$$\eta = 16,31 + 2,72x_1 + 0,41x_2 + 0,83x_3 - 0,46x_1^2 - 3,51x_1x_2 - 0,02x_1x_3 - 0,94x_2^2 + 1,83x_2x_3 - 0,53x_3^2 \quad (1)$$

Où x_1 , x_2 , et x_3 sont respectivement les valeurs codées de la pression de prétraitement, de la teneur en eau des peaux d'oranges avant le prétraitement et du temps de prétraitement. Aussi, à part les effets linéaires, le modèle prend en compte les effets quadratiques x_i^2 et les effets d'interaction $x_i x_j$

Tableau 3. Régressions estimées du modèle liant la réponse (rendement en pectine) aux variables indépendantes (x_1 , x_2 , x_3)

| Variables | DF | SS | MS | F | p |
|-----------|----|--------|--------|-------|--------|
| x_1 | 1 | 25.402 | 25.402 | 51.90 | 0.0002 |
| x_2 | 1 | 0.580 | 0.580 | 1.19 | 0.3123 |
| x_3 | 1 | 2.392 | 2.392 | 4.89 | 0.0451 |
| x_1^2 | 1 | 0.820 | 0.820 | 1.68 | 0.2366 |
| x_2^2 | 1 | 3.426 | 3.426 | 7.00 | 0.0331 |
| x_3^2 | 1 | 1.099 | 1.099 | 2.25 | 0.1775 |
| $x_1 x_2$ | 1 | 24.655 | 24.655 | 50.37 | 0.0002 |
| $x_2 x_3$ | 1 | 6.704 | 6.704 | 13.70 | 0.0076 |
| $x_1 x_3$ | 1 | 0.001 | 0.001 | 0.00 | 0.9653 |

Les coefficients ont été déterminés en utilisant le test de Fisher (F) et la probabilité (p). La variable est d'autant plus significative que la valeur de F est élevée et la valeur de p est faible ($p < 0,05$). Il est clair que les effets les plus significatifs correspondent aux termes linéaires sont le niveau de pression et le temps de prétraitement. Trois autres effets sont également significatifs : l'effet quadratique de la teneur en eau ainsi que deux interactions : niveau de pression/teneur en eau et temps de prétraitement/teneur en eau. Notons aussi que le coefficient de détermination du modèle proposé est de 0.9186, indiquant que les rendements en pectine obtenus sont expliqués de façon satisfaisante par le modèle.

Le modèle proposé peut aussi être utilisé avec des variables réelles X_i ; il suffit de remplacer les équations suivantes :

$$x_1 = \frac{2(X_1 - 400)}{360} \quad (2) \quad x_2 = \frac{2(X_2 - 35)}{30} \quad (3) \quad x_3 = (X_3 - 2) \quad (4)$$

Dans l'équation (1) pour obtenir l'équation suivante :

$$\eta = 2,3206 + 0,0361X_1 + 0,2980X_2 + 0,6269X_3 - 0,7101 \cdot 10^{-4} X_1^2 - 0,0007X_1X_2 - 0,6223 \cdot 10^{-3} X_1X_3 - 0,0210X_2^2 + 0,0610X_2X_3 - 0,2664X_3^2 \quad (5)$$

3.2 Analyse des surfaces de réponses

La relation entre les différentes variables opératoires et la réponse étudiée est illustrée dans les représentations tridimensionnelles des surfaces de réponses (Figures 4, a,b et c). La figure 4a montre ainsi la surface de réponse correspondant au couple pression lors du prétraitement thermomécanique/temps de prétraitement. Les deux paramètres ont un effet linéaire sur le rendement, avec un effet beaucoup plus visible pour la pression. La sévérité du prétraitement D.I.C a donc une influence sur l'extractibilité de la pectine.

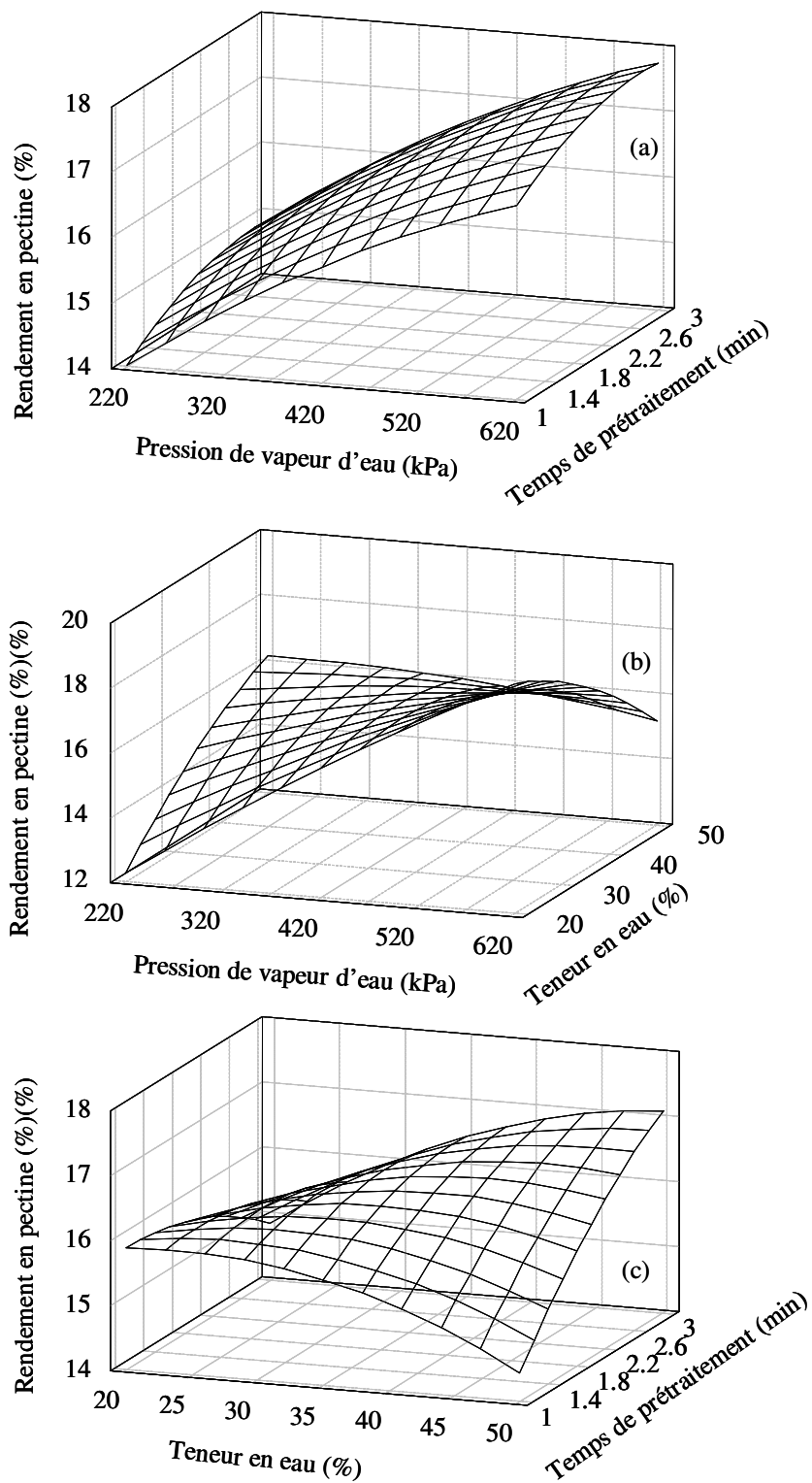


Figure 4. Surfaces de réponses en fonction des trois couples de paramètres. Lors de chaque variation le 3^{ème} paramètre est maintenu à son niveau central "0"

Pour des conditions identiques de temps de traitement et de teneur initiale en eau, plus le niveau de pression est important, plus l'impact mécanique sur les cellules est important et plus l'évaporation de l'eau qui va créer des microcapillarités est importante. Il s'en suit une meilleure accessibilité des réactifs. Ces observations sont corroborées par celles de Zhongdong et al., (2006) qui ont confirmé que le largage de la pectine suis un processus de désintégration des parois cellulaires. Par ailleurs, Kratchanova et al., (2004) ont montré que l'augmentation du rendement en pectine est due à une augmentation des espaces intercellulaires induite par le traitement des peaux d'oranges par micro-ondes. Dans le prétraitement proposé, l'augmentation de la température due à la vapeur d'eau saturante conduit à une formation intensive de vapeur dans la microstructure et la détente rapide vers le vide permet de fixer cette microstructure.

La figure 4b montre aussi un effet linéaire de la teneur initiale en eau, notamment entre 220 et 420 kPa. Ceci indique que l'évaporation "flash" de l'eau contenue dans le produit permet de créer une microporosité, qui en augmentant permet d'augmenter l'accessibilité des solvants. Dans une publication récemment soumise à un journal spécialisé (Rezzoug et al, 2007), nous avons montré la présence de cette microporosité par microscope électronique à balayage (MEB). Au-delà de 420 kPa, on observe une distorsion de la surface de réponse traduisant l'effet d'interaction important entre les deux paramètres avec une diminution du rendement en pectine. Cette diminution est probablement due à un état rhéologique de la matière qui ne permet plus de créer une microporosité suffisante. Sur la figure 4c, l'importance de la présence d'eau en quantité suffisante est clairement établie. Le rendement en pectine est quasiment stable pour des teneurs en eau initiales variant de 20 à 35 %. Au-delà, on observe une évolution toujours linéaire.

3.3 Conclusion

L'objectif de ce travail était de monter la faisabilité du traitement thermomécanique de type D.I.C en tant que prétraitement permettant d'augmenter la disponibilité de la pectine lors de l'hydrolyse acide des peaux d'oranges. Le modèle déterminé par le plan expérimental est satisfaisant ; il a permis une optimisation des paramètres expérimentaux : 700 kPa pour le niveau de pression de vapeur ; 9,8 % pour la teneur initiale en eau et 0,9 minutes pour le temps de prétraitement.

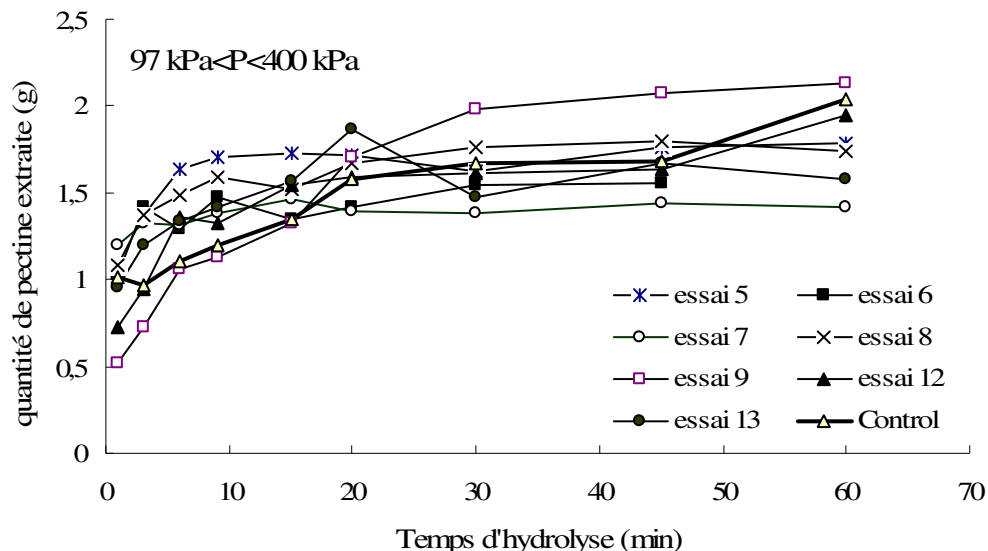


Figure 5. Cinétiques d'hydrolyse de certains échantillons du plan d'expériences réalisé dans cette étude

Les résultats obtenus indiquent bien qu'il est possible d'augmenter la disponibilité de la pectine pour les réactifs chimiques. Dans la figure 5, nous avons regroupé les cinétiques d'hydrolyse pour les échantillons dont la pression a varié entre 97 et 400 kPa et comparé ceux-ci avec un échantillon de contrôle qui n'a

subit aucun prétraitement. Dans les premières minutes d'extraction, il est clair que les échantillons qui ont subi un prétraitement donnent un rendement beaucoup plus élevé en pectine.

Par ailleurs, cette étude n'est pas une fin en soi, il faudra la compléter par des investigations sur la qualité de la pectine issue de ce procédé de prétraitement comme la viscosité ou la vitesse de dissolution.

References

- Allaf, K., Rezzoug, S.-A., Cioffi F. and Contento, M.-P. (2000). Thermomechanical treatment method by controlled instant expansion for fruit, juice and citrus peels. French patent n° 2782899 published as European patent under n° WO 00/13532.
- Kar, F. and Arslan, N. (1999) Effect of temperature and concentration on viscosity of orange peel pectin solutions and intrinsic viscosity-molecular weight relationship. *Carbohydrate polymers*, 40, 277-284
- Bonin, E., Dolo, E., Le Goff, A., Thibault, J.-F. (2002). Characterisation of pectin subunits released by an optimised combinations of enzymes. *Carbohydrate Research*, 337, 1687-1696
- Fishman, M.L., Chau, H.K., Hoagland, P., Ayyad, K. (2000). Characterisation of pectin, flash extracted from orange albedo by microwave heating under pressure. *Carbohydrate Research*, 323, 126-138
- Iglesias, M.T., and Lozano J.E. (2004). Extraction and characterization of sun flower pectin. *Journal of Food Engineering*, 62, 215-223
- Kalapathy, U. and Proctor., A. (2001). Effect of acid extraction and alcohol precipitation conditions on the yield and purity of soy hull pectin. *Food Chemistry*, 73, 393-396.
- Kratchanova, M., Pavlova, E., Panchev, I. (2004). The effect of microwave heating of fresh orange peels on the fruit tissue and quality of extracted pectin. *Carbohydrate Polymers*, 56, 181-185.
- Kratchanova, M., Pavlova, E., Panchev, I., Kratchanov, C. (1996) Influence of microwave pretreatment of fresh orange peels on pectin extraction. In J. Visser & A.G.J. Voragen (Eds.), *Pectin and pectinases, progress in biotechnology*, Elsevier, vol 14, 941-946
- Osterveld, A., Beldman, G., Schols, A., Voragen, A.G.J. (1996). Arabinose and ferulic acid rich pectic polysaccharides extracted from sugar beet pulp. *Carbohydrate Research*, 288, 143-153
- Pagan, J., Ibarz, A., Llorca, M., Pagan, A., Barbosas-Canovas, G.V. (2001). Extraction and Characterization of pectin from stored peach pomace. *Food Research international*, 34, 605-612.
- Panchev, I., Kirshev, N., Kratchanov, C. (1988). Improving pectin technology: II extraction using ultrasonic treatment. *International Journal of Food Science and Technology*, 23, 331-341
- Ralet, M.-C., Axelos, M.A.V., Thibault, F. (1994). Gelation properties of extruded lemon cell walls and their water-soluble. *Carbohydrate research*, 260, 271-282.
- Rezzoug, S -A., Boutekedjiret, C., Allaf, K. (2005). Optimization of operating conditions of rosemary essential oil extraction by a fast controlled pressure drop process using response surface methodology. *Journal of Food Engineering*, 71, 9-17
- Rezzoug, S. A., Maache-Rezzoug, Z., Mazoyer, J, Jeannin, M., Allaf K. (2000a) Effect of instantaneous controlled pressure drop process on hydration capacity of scleroglucan. *Optimisation of operating conditions by response surface methodology. Carbohydrate polymers*, 42 (1), 73-84
- Rezzoug, S.-A, Maache-Rezzoug, Z., Sannier, F. & Allaf, K. (2007). A thermomechanical preprocessing for pectin extraction from orange peel. *Optimisation by response surface methodology. Publication soumise à : "International Journal of Food Engineering"*
- Rezzoug, S.A., Cioffi, F., K. Allaf. (2000b). Mise au point d'une procédé thermomécanique d'extraction d'huiles essentielles : Application aux peaux d'oranges. *Proceedings of 12^{èmes} Rencontres Scientifiques et technologiques des Industries Alimentaires. AGORAL. Lavoisier Eds., Paris, 205-210.*
- Rezzoug, S.A., Louka, N., Maache-Rezzoug, Z., Nouviaire, A., Allaf, K. (1998) présentation du séchage couple a la texturation par détente instantanée contrôlée. application aux produits agro-alimentaires en morceaux. *Proceedings of the 10^{èmes} Rencontres Scientifiques et technologiques des Industries Alimentaires. AGORAL. Lavoisier Eds., Paris, 319-324.*
- Schieber, A., Hilt, P., Steker, P., EndreB, H-U., Rentschler, C. (2003). A new process for the combined recovery of pectin and phenolic compounds from apple pomace. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 4, 99-107
- Yapo, B.M., Robert, C., Etienne, I., Wathelet, B., Paquot, M. (2007). Effect of extraction conditions on the yield, purity and surface properties of sugar beet pulp pectin extracts. *Food Chemistry*, 100, 1356-1364.
- Zhongdong, L., Guoha, W., Yunchang, G., Kennedy, J.-F. (2006). Image study of pectin extraction from orange skin assisted by microwave. *Carbohydrate polymers*, 64 (4), 73-84

