

# ÉTUDE SUR L'EXTRACTION DE LA PECTINE D'AGRUMES

Si le principe même de l'extraction de la pectine d'agrumes est relativement simple, la préparation d'un concentré pectique à haut pouvoir gélifiant, incolore ou faiblement coloré et débarrassé de toute impureté, pose une série de problèmes liés les uns aux autres et qu'il faut concilier au mieux dans la pratique industrielle.

Nous savons en effet, que les pectines sont des molécules allongées à chaînons galacturoniques, dont un certain nombre est méthylé, et à poids moléculaire élevé. Or, si l'hydrolyse acide de la protopectine conduit bien aux molécules pectiques, celles-ci, dans des conditions déterminées d'acidité et de température, peuvent subir des modifications de deux ordres :

— un clivage progressif de leur longue chaîne en tronçons plus petits pouvant aller jusqu'à la formation d'acide galacturonique ;

— une déméthylation plus ou moins poussée des molécules aboutissant à l'acide pectique, insoluble.

Or la longueur des molécules conditionne le pouvoir gélifiant et le degré de méthylation influe sur la solubilité.

Nous voyons donc que, d'une part l'extraction de la pectine doit être réalisée dans des limites étroites de température et d'acidité, et d'autre part, étant donné la grosseur des molécules pectiques, la filtration des liqueurs d'extraction sera difficile.

Nous avons effectué, au laboratoire des Jus de Fruits à l'Institut National Agronomique (1), quelques essais d'extraction de pectine d'oranges et d'épuration des solutions pectiques, dont nous donnons, ci-après, les résultats.

## Extraction de la pectine.

Nous basant sur les travaux de MM. Pulley, Moore et Atkins (2) nous avons fait une première série d'essais avec des écorces fraîches d'oranges et des calottes conservées

dans une solution de  $\text{SO}_2$ , et nous avons employé des acides minéraux (chlorhydrique et sulfureux) et de l'acide citrique. Dans une seconde série, nous avons traité des écorces d'oranges par des résines échangeuses d'ions.

Les écorces d'oranges fraîches sont préparées, pour l'hydrolyse, de deux façons :

1° Broyage aussi fin que possible des calottes.

Mélange à un poids égal d'eau bouillante et agitation 5 minutes.

Drainage du liquide et addition du même volume d'eau froide, agitation 5 minutes.

Essorage des écorces.

2° Les écorces broyées sont versées dans de l'eau tiède à 40° C (une fois et demie leur poids) et maintenues à cette température, tout en agitant, pendant 10 minutes. Après drainage du liquide, on ajoute le même poids d'eau froide et l'on agite 5 minutes. Les écorces essorées sont alors prêtes pour l'hydrolyse.

Dans l'un et l'autre cas, les deux liqueurs de lavage sont colorées, faiblement acides et renferment de la pectine : la première en fortes traces, la seconde en quantité insignifiante. Pour diminuer ou éviter cette perte en pectine, lors du lavage à l'eau chaude, nous avons réduit à 3 minutes cette opération ; nous obtenions alors une solution moins riche en pectine et moins colorée. Nous avons également recherché à enrichir en pectine cette liqueur en l'employant au lavage à chaud de plusieurs lots d'écorces ; après 3 utilisations, la solution renferme 0,004 % de pectine (rapporté à 100 d'écorces fraîches).

Pour les calottes d'oranges conservées dans une solution d'anhydride sulfureux, celles-ci sont tout d'abord égouttées, puis lavées, à 3 reprises, avec leur poids d'eau froide, afin d'éliminer  $\text{SO}_2$ . Elles sont ensuite broyées, versées dans de l'eau bouillante, enfin lavées deux fois à l'eau froide. Les analyses des liqueurs de lavage donnent :

	Extrait sec soluble %	Acidité en milliéquiv. %	pH	Sucres totaux %	Pectine méth. Hinton %
Lavage eau chaude.....	1,38	5,00	3,35	1,41	0,031
1 <sup>er</sup> lavage eau froide.....	1,28	2,50	3,61	traces	0,019
2 <sup>e</sup> lavage eau froide.....	1,10	2,00	4,05	traces	0,011

(1) Ce laboratoire fait partie de la Division de Technologie de l'I. F. A. C.

(2) MM. Pulley, Moore et Atkins — « Grapefruit cannery waste yields crude citrus pectin » Food Industries, avril 1944.

Nous avons également remarqué que la solution sulfureuse servant à conserver les calottes renfermait des quantités appréciables de pectine et des sucres.

Les écorces ainsi préparées sont traitées par une solu-

tion d'acide chlorhydrique à pH = 1,8 (3 parties pour 1 partie d'écorces) pendant 30 minutes à l'ébullition. On obtient alors 2,43 % de pectine (rapporté à 100 d'écorces fraîches). Ce rendement est faible, aussi avons-nous opéré différemment pour d'autres essais et nous avons fait une double hydrolyse. Nous avons eu les résultats suivants :

La solution d'extraction, séparée des écorces, a un pH de 3,32, et renferme 1 % de pectine.

Nous recommandons un essai, dans les mêmes conditions, avec 10 kg d'écorces et 2 kg de zéo-karb. Après une heure de traitement à 90° C, le pH de la solution est de 3,82 et renferme 0,37 % de pectine. Le rendement en pec-

*Écorces conservées dans SO<sub>2</sub>.*

	pH	Hydrolyse faite à T°	Durée	Pectine %	Pectine par kg écorces
A.					
1 <sup>re</sup> hydrolyse. ....	1,60	ébullition	30'	0,234	
2 <sup>e</sup> hydrolyse. ....	1,60	ébullition	30'	0,123	14,32 g
B.					
1 <sup>re</sup> hydrolyse. ....	1,90	90° C	60'	0,190	
2 <sup>e</sup> hydrolyse. ....	1,90	95° C	30'	0,154	5,31 g
C.					
1 <sup>re</sup> hydrolyse. ....	1,82	85° C	40'	0,168	
2 <sup>e</sup> hydrolyse. ....	1,58	85° C	30'	0,164	7,30 g

Rapporté à 100 d'écorces sèches, le dernier essai C indique un rendement en pectine de 6,95 %.

En utilisant l'anhydride sulfureux, comme agent d'hydrolyse, nous obtenons, dans les conditions indiquées, les résultats suivants :

tine, rapporté à un kg d'écorces fraîches, est de 9,99 g.

Le zéo-karb est récupéré, régénéré avec une solution d'acide sulfurique à 2 % et les écorces sont pressées. Le jus de presse ainsi obtenu renferme encore 0,31 % de pectine, soit un rendement pour un kg d'écorces pressées

	pH	Température d'hydrolyse	Durée	Pectine %	Pectine par kg d'écorces
A.					
1 <sup>re</sup> hydrolyse. ....	2,00	80° C	70'	0,094	
2 <sup>e</sup> hydrolyse. ....	1,90	80° C	60'	0,120	7,62 g
B.					
1 <sup>re</sup> hydrolyse. ....	1,90	90° C	60'	0,190	
2 <sup>e</sup> hydrolyse. ....	1,90	95° C	30'	0,154	6,17 g

Enfin, avec de l'acide citrique, à pH = 2,80, chauffé à 70° C au bain-marie pendant 30 minutes, nous obtenons très peu de pectine.

Pour l'étude de l'extraction de la pectine, avec des résines échangeuses d'ions, nous avons employé du zéo-karb.

A un kilogramme d'écorces broyées, ébouillantées et lavées, nous ajoutons 200 g de résine et nous chauffons une heure à 90° C. Les variations du pH en fonction du temps sont :

Mesures faites après ... minutes	pH
0	3,23
15	2,92
30	2,43
45	2,84
60	2,88

(mesures effectuées sur des échantillons ramenés à 20°).

à 69,07 % d'humidité de 1,6 g de pectine. En définitive, le procédé d'extraction par résines échangeurs d'ions, permet d'obtenir 11,59 g de pectine par kg d'écorces fraîches d'oranges.

#### Épuration des solutions pectiques.

Les liqueurs d'extraction étant plus ou moins fortement colorées, doivent être décolorées et filtrées avant concentration.

En ajoutant 1 % de noir végétal à la liqueur et en maintenant, quelques minutes, l'ensemble à 40-50° C tout en agitant on obtient une bonne décoloration. Nous avons remarqué, à cette occasion, que le pH de la liqueur qui était de 2,23 avant traitement au charbon, passait à 4,25 après décoloration et filtration. Pour la filtration, faite à 45°-50° C, nous ajoutons un adjuvant : 0,5 % de poudre filtrante à base d'amiante, ou 1 % de terre d'infusoires,

ou de la pâte à papier humide. Dans tous les cas, le filtrat est incolore mais beaucoup moins riche en pectine.

Enfin, nous avons recherché, dans notre dernière série d'essais, à éliminer l'excès chlorhydrique quand on extrait la pectine avec cet acide. Pour cela, nous avons fait passer une solution pectique sur une colonne d'échangeurs de cations, puis sur une colonne d'échangeurs d'anions. Nous avons obtenu les résultats suivants :

pectine (pour 100 d'écorces sèches). Si nous reportons à 100 d'écorces sèches les rendements que nous avons obtenus, nous n'arrivons qu'à 5,5-6,5 % de pectine pour les hydrolyses acides et à 3,8 % pour le procédé zéo-karb. Comme nous avons employé des oranges dont l'épaisseur de l'albédo était très faible, il nous semble difficile de dire si nous sommes très en dessous des chiffres indiqués par ces auteurs. *(quelques autres?)*

	Avant %	Après échangeurs cations %	Après échangeurs anions %
Extrait sec soluble . . . . .	2,00	1,30	1,10
Acidité totale (milliéquivalents) . . . . .	2,90	6,70	0,80
pH . . . . .	1,90	1,30	5,33
Chlorures (en ClNa) . . . . .	0,24	0,22	0,092
Pectine . . . . .	0,168	0,112	0,120

### Conclusion.

Bien que n'ayant aucun renseignement sur la qualité des pectines obtenues, nous n'en avons pas déterminé les différents grades, nous pouvons tout de même tirer quelques conclusions de cet ensemble d'essais.

Tout d'abord, la préparation des écorces d'oranges dont les opérations successives visent à inactiver les enzymes dégradant la pectine et à éliminer le maximum d'impuretés des écorces, peut être obtenue de façon satisfaisante en employant la même eau au traitement de plusieurs lots d'écorces. Le premier lavage se fera à une température comprise entre 85° et 90° C et les écorces seront versées dans de l'eau froide de façon à avoir un mélange à 40°-45° C. Ces opérations pourraient se faire en continu comme l'est une batterie de diffusion en sucrerie.

Les écorces d'agrumes renferment entre 9 et 18 % de

Si l'on recommençait ces essais il serait indispensable de mesurer les grades des pectines et modifier dans le sens voulu soit la durée de l'hydrolyse, soit la température.

Nous avons vu également, que la solution de pectine, après passage sur des échangeurs d'anions et de cations, se débarrassait de la quasi-totalité des ions H et Cl, mais qu'il y avait une légère perte en pectine qui passait ensuite dans l'éluant. D'autre part, nous avons vu que la décoloration et la filtration des liqueurs d'extraction entraînaient toujours une perte en pectine.

En résumé, avant de tirer des conclusions pratiques de ces essais, nous pensons qu'il faudrait reprendre le problème en y ajoutant la détermination du grade, indispensable pour avoir tous les éléments sur l'extraction de la pectine d'oranges.

M. BAILLY  
Ingénieur agricole.