République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Dr Yahia Fares de Médéa



Faculté des Sciences et de la Technologie

Département du Génie des Procédés

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du diplôme de Master en Génie des Procédés et Environnement

Option : Génie des Procédés Pharmaceutiques

Thème

Optimisation de procédé d'extraction d'un polysaccharide

Dirigé par :

- **M^{elle} TERKMANE Naila**
- **M^{r} Krea Mohamed**

Réalisé par :

- tarasraset imane
- Rabiai Zohra.

Promotion 2012/2013

ملخص:

قمنا في هذه الدراسة باستخلاص مادة الإنولين المتواجدة في عدة أجزاء من ثمرة اللأرضي شوكي (الساق ، اللب و الأوراق) ، استعمال الطريقة الكلاسيكية في الاستخراج سمحت لنا بالحصول على الشروط التجريبية المثلى (درجة الحرارة 60°، وقت الاستخلاص ساعتين، درجة الحموضة 9).

يتضمن هذا العمل دراسة مقارنة بين آليتين للتسخين: التسخين العادي (حمام مائي) و التسخين عن طريق التحريض الكهرومغناطيسي لغرض معرفة تأثير نوعية التسخين على مردود استخلاص هذه المادة ومن أجل الحصول على مردود عالي للكمية المستخلصة اعتمادا على نفس الشروط التجريبية المثلى السابقة.

و في الأخير قمنا بعدة تحاليل فيزيائية و كيميائية لمادة الإنولين المستخلصة (الأشعة المطيافية ،...).

كلمات مفتاحية: الأرضي شوكي، الاستخلاص، الإنولين ، التحريض الكهرومغناطيسي ، خصائص فيزيائية و كيميائية .

Résumé :

Cette étude consiste, dans un premier temps, à l'optimisation d'extraction d'inuline (un polysaccharide végétale) contenue dans les différentes parties des artichauts (tiges, akènes et bractées). L'utilisation de la méthodologie d'optimisation classique nous a permis de déterminer les conditions opératoires optimales (T=60 °C, temps d'extraction de 2 heures, et pH=9) permettant d'obtenir cette substance avec un meilleur rendement. Ces conditions ont été employées ensuite dans une étude comparative entre deux techniques de chauffage, l'une conventionnelle (bain marie) et l'autre assisté par induction électromagnétique.

L'inuline extraite a été soumise à des caractérisations physico-chimiques (taux de cendre, taux d'humidité, FTIR).

Mots clés : artichaut, extraction, inuline, induction électromagnétique, caractérisations physico-chimiques.

Summary:

This study is, firstly, to optimize extraction of inulin (a polysaccharide plant) contained in different parts of the artichoke (stems, bracts and achenes). The use of classical optimization methodology has allowed us to determine the optimal operating conditions (T = 60 ° C, extraction time of 2 hours, and pH = 9) to obtain this substance with a higher yield. These conditions were then used in a comparative study between two heating techniques, a conventional (water bath) and the other assisted by electromagnetic induction.

Inulin extracted was subjected to physico-chemical characterization (ash content, moisture content, FTIR...).

Keywords: artichoke, extraction, Inulin, electromagnetic induction, physico-chemical characterization.

Remerciements :

Ce travail a été réalisé au laboratoire de ***« CHIMIE 1 »*** *au niveau du hall technologique, en collaboration avec Le laboratoire de recherche scientifique «****PROCEDES DE TRAITEMENT ET RECYCLAGE DES REJETS****», Université de Médéa.*

Ce mémoire n'aurait pas pu être ce qu'il est, sans l'aide d' ***ALLAH*** *qui nous a donné la force afin de l'accomplir.*

En premier lieu, On exprime notre profonde gratitude à notre promotrice ***Melle.N.Terkmane****, on tient à la remercier vivement pour sa confiance durant la réalisation de ce travail et pour son soutien lors des moments difficiles pour faire évoluer ce projet, on la remercie encore pour son encadrement, sa disponibilité , sa gentillesse et aussi la bonne humeur tous les bons moments passés, un grande merci pour elle pour toutes les connaissances pratiques acquisses lors de cette période d'encadrement .*

On tient à remercier ***Dr M.Kréa*** *maitre de conférences à l'université de Médéa, de nous avoir soutenu aux moments difficiles et aussi pour ces précieuses remarques, merci pour votre disponibilité.*

On remercie également monsieur ***M.Nedjioui****, le chef de département de génie des procédés et environnement.*

On tient aussi à remercier les responsables des laboratoires du hall technologique de l'université de Médéa (labo chimie 1 et méthode physique d'analyse), surtout Monsieur ***R.Alouaoui****, pour avoir met à notre disposition les ressources nécessaires à la réalisation de ce travail.*

On adresse également tout nos remerciements à ***Melle.K, Yousef ettoumi,*** *on vous exprime toute notre gratitude et notre respect.*

On remercier de fond du cœur aussi l'ensemble de personnel de laboratoire, «procédés de traitement et recyclage des rejets», dont chaque personne à contribué à sa façon à l'accomplissent de ce travail de Master et toute les personne qui nous a soutenu moralement, ***Amine et Fatima alZahra****, en particulier.*

On remercie chaleureusement tous les enseignents de l'université de Médéa et en particulier ***M.H.bellhadj****,* ***N.bouchrit*** *et* ***M.sayhi****, un grand merci pour tous les aides tout au long de la période de nos études et merci pour les bonnes années universitaires passées.*

Toutes mes salutations à tous mes collègues de la promotion de master 2013, chimie pharmaceutique pour les sympathiques moments qu'on a passés ensemble.

Que toute personne ayant participé de prés ou de loin dans l'élaboration de ce travail, trouve ici l'expression de mes très vifs remerciements.

Je pense à ma famille qui m'apporte un soutien important, non seulement sur l'aspect sentimental mais également par les encouragements dont j'avais besoin pour mener à bien ce travail.

A mes parents : «merci, cette thèse est la vôtre».

Un grand merci à tous….

Sommaire

INTRODUCTION GÉNÉRALE **01**

CHAPITRE I : LES POLYSACCHARIDES(FRUCTANES).

I.1. Introduction 03
I.2. Généralité 04
I.2.1. Les polysaccharides 04
I.2.2. Types de liaisons rencontrées chez les polysaccharides 04
I.2.3. Classification des polysaccharides 04
I.3. Les fibres alimentaires 06
I.4. Propriétés fonctionnelles des fibres alimentaires 07
I.5. Les Sources des fibres alimentaires 10
I.6. L'inuline 11
I.6.1. Définition 11
I.6.2. Les sources d'inuline 11
I.6.3. Structure chimique et conformations d'inuline 12
I.6.3.1. Fructose 13
I.6.3.2. Oligosaccharides de l'inuline 14
I.6.3.3. Les longues chaines d'Inuline 16
I.6.4. Propriétés physico-chimiques d'inuline 19
I.6.4.1. La Solubilité 19
I.6.4.2. La Viscosité 19
I.6.4.3. La stabilité thermique 20
I.6.4.4. La stabilité aux Acides 20
I.6.5. Le rôle d'inuline dans le corps humain 20
I.6.6. Les applications d'inuline 21
I.6.6.1. Applications alimentaires 21
I.6.6.2. Applications pharmaceutiques et cosmétiques 23
I.6.6.3. Applications environnementales 23
I.7. Conclusion 24

CHAPITRE II : EXTRACTION DES POLYSACCHARIDES.

II.1. Introduction 25
II.2. Historique 26
II. 3. Principe de l'extraction solide-liquide.....27
II.3.1. Mécanisme d'extraction 27
II.3.2. Facteurs influençant le transfert.....28
II.4. Techniques Extractives.....31
II.4.1. Extraction classique par agitation.....31
II.4.2. Extraction assistée par ultrason 31
II.4.3. Extraction par fluides supercritiques (ESC) 33
II.4.4. Chauffage par induction électromagnétique (EMI).....36
II.4.4.1. Principe 36
II.4.4.2. Les équipements 37
II.4.4.3. Les avantages et les limites de l'EMI.....38
II.5. Conclusion.....40

CHAPITRE III : PARTIE EXPÉRIMENTALE.

III.1. Introduction 41
III.2. Préparation et conservation des artichauts (la matière végétale) 42
III.3. Extraction de l'inuline 46
III.3.1. Optimisation d'extraction d'inuline par chauffage classique 46
III.3.1.1. Matériels et produits utilisés 46
III.3.1.2. Protocole d'extraction 47
III.3.1.3.Influence de la température 49
III.3.1.4. Influence de temps d'agitation 51
III.3.1.5. Effet de pH 52
III.3.1.6. Etude comparative entre les artichauts des deux régions 54
III.3.2. Extraction assistée par induction électromagnétique 55
III.3.2.1. Protocole d'extraction 55
III.3.2.2. Résultats et discussions 56
III.3.3. Comparaison entre les deux procédés d'extraction 57

III.4. Caractérisation physico-chimique de l'inuline extraite 58
III.4.1. Analyse spectroscopique FTIR 58
III.4.2. Taux humidité (H %) 61
III.4.3. Taux de cendre 62
III.5. Conclusion.....63
CONCLUSION GENERALE **64**
Annexe .
Référence Bibiliographique.

Liste des figures et des tableaux

I-LISTE DES FIGURES :

CHAPITRE I : LES POLYSACCHARIDES (FRUCTANES).

Fig.I.1. Différents types de liaisons rencontrées chez les polysaccharides 04

Fig.I.2. Structure chimique de cellulose..... 05

Fig.I.3. Structure chimique de l'amylopectine 05

Fig.I.4. Structure chimique de l'amidon 05

Fig.I.5. Structure chimique de dextrine..... 08

Fig.I.6.La Structure d'inuline..... 12

Fig.I.7 .Roue conformationnelle du fructofuranose 14

Fig.I.8. Représentation schématique de la dénomination des atomes et des angles de torsion dans la chaîne d'inuline..... ...15

Fig.I.9. Le trisaccharide 1-ketose représente la molécule d'inuline la plus courte 15

Fig.I.10. Structure chimique de nystose..... 16

Fig.I.11. Représentation schématique de la maille cristalline de l'inuline constituée de deux hélices antiparallèles de six unités fructose centrées sur un axe cristallographique parallèle à c. ……..……..…..17

Fig.I.12. Stéréo vue du modèle hémi-hydraté de l'inuline..... 18

Fig.I.13. Solubilité maximale de l'inuline native et à chaîne longue en fonction de température..... 19

CHAPITRE II: EXTRACTION DES POLYSACCHARIDES.

Fig.II.1 Schéma des principales étapes ayant lieu lors de l'opération d'extraction solide/liquide 27

Fig.II.2. Diagramme de phase d'un composé quelconque 34

Fig.II.3.Schéma du principe de la technique d'extraction par le CO_2 Supercritique 35

Fig .II.4. Principe de chauffage par induction 37

CHAPITRE III:PARTIE EXPÉRIMENTALE.

Fig.III.1. Les artichauts(Cynara scolymus L)……...42

Fig.III.2. Schéma représentant les trois parties frais d'une plante d'artichaut 44

Fig.III.3. Schéma représentant les trois parties d'une plante d'artichaut après broyage ……44

Fig.III.4. Variation de taux d'humidité dans les bractées et les tiges 45

Fig.III.5. Variation de taux d'humidité dans les akènes..... 46

Fig.III.6. Montage (a) de chauffage classique, (b) : filtration sous vide 47

Fig.III.7. Montage de précipitation d'inuline 48

Fig.III.8. Solution contenant l'inuline après précipitation 48

Fig.III.9. Protocole d'extraction d'inuline 49

Fig.III.10. Evolution de rendement d'extraction d'inuline en fonction de température pour les bractées de Mostaganem 50

Fig.III.11. Evolution de rendement d'extraction d'inuline en fonction de température pour les bractées de Mostaganem 50

Fig.III.12. Variation de rendement d'extraction d'inuline en fonction de temps d'extraction (bractées de Médéa)……51

Fig.III.13. Variation de rendement d'extraction d'inuline en fonction de temps d'extraction (bractées de Mostaganem). ……..52

Fig.III.14. Variation de rendement d'extraction d'inuline en fonction de pH (bractées de Médéa)..... 53

Fig.III.15. Variation de rendement d'extraction d'inuline en fonction de pH (bractées de Mostaganem). 53

Fig.III.16. Représentation graphique du rendement d'extraction d'inuline par chauffage classique……54

Fig.III.17. Montage d'extraction par induction électromagnétique 55

Fig.III.18. Représentation graphique du rendement d'extraction d'inuline par chauffage classique 56

Fig.III.19. Études comparatives entre les deux méthodes de chauffage (les bractées) 57

Fig.III.20. Études comparatives entre les deux méthodes de chauffage (les akènes). 57

Fig.III.21. Études comparatives entre les deux méthodes de chauffage (les tiges)..... 58

Fig.III.22. Spectre d'inuline standard importée de laboratoire *Guangzhou Zeyu BiotechnologyCo., LTD, la chine.* ……..……59

Fig.III.23. Spectres FTIR des inulines, noir : standard, marron : bractées de Médéa..... 60

Fig.III.24. Spectres FTIR des inulines, noir : standard, marron : bractées de Mostagane….61

II-LISTE DES TABLEAUX:

CHAPITRE I : LES POLYSACCHARIDES (FRUCTANE).

Tab .I.1.Les principales sources alimentaires 10

Tab.I.2.Teneur en inuline (% du poids frais) de plantes qui sont couramment utilisés dans l'alimentation humaine 12

Tab.I.3.Solubilité de l'inuline à différents températures 19

Tab.I.4.Applications alimentaires de l'inuline native et à longue chaîne.. 22

CHAPITRE II: EXTRACTION DES POLYSACCHARIDES.

Tab.II.1.Caractéristiques du CO_2 à son point critique..... 34

CHAPITRE III:PARTIE EXPÉRIMENTALE.

Tab.III.1. Composition nutritionnelle des artichauts..... 43

Tab.III.2. Les valeurs du taux d'humidité en (%) 45

Tab.III.3. Matériels et produits utilisés lors de l'extraction d'inuline..... 46

Tab.III.4. Étude comparative entre les artichauts des deux régions..... 54

Tab.III.5. Résultats d'extraction d'inuline par induction électromagnétique 56

Tab.III.6. Étude comparative sur l'extraction de l'inuline par deux procédés d'extraction..... 57

Tab.III.7. Teneur en humidité 62

Tab.III.8. Taux de cendre 62

Abréviations et symboles

AW: Activité de l'eau.

CMI : Carboxymethylinuline.

DP: Degré de polymérisation.

E : Formes enveloppes

ED : Diffraction des électrons.

EMI : Induction électromagnétique.

ESC : Extraction par fluides supercritiques.

F : Fructose.

FOS : Fructo-oligosaccharide.

FTIR : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (Fourier Transformed InfraRed spectroscopy).

Glc : Glucose.

L: Inuline à longue chaîne.

M : Monosaccharide.

MS : matière sèche.

N: Inuline native.

REACH : Règlement sur l'Enregistrement, l'Evaluation, l'Autorisation et les Restrictions des Substances Chimiques.

rpm : tours par minute (rounds per minute).

S : Oligofructose avec DP moyen d'environ 4.

SCF : Fluide supercritique.

T : température (°C).

t : temps (min)

XRD : Diffraction des rayons X.

ϱ : La porosité.

χ_0 : L'angle de torsion du groupement hydroxyméthyle.

Glossaire

Acacia : un genre d'arbres et arbustes appartenant à la famille des Fabacées (sous-famille des Mimosoidées).

Adhésion cellulaire : L'adhésion cellulaire ou adhérence cellulaire correspond à l'ensemble des mécanismes cellulaires et moléculaires mis en œuvre pour faire adhérer les cellules entre elles ou avec le milieu qui les entoure.

Akène : fruit sec indéhiscent ne contenant qu'une graine. Le nom peut s'écrire achaine.

Agent texturant : Un texturant alimentaire est un additif alimentaire qui permet de modifier les propriétés physiques d'un plat sans en modifier sensiblement le goût et la saveur.

Amorphe : Un composé amorphe est un composé dans lequel les atomes ne respectent aucun ordre à moyenne et grande distance, ce qui le distingue des composés cristallisés.

Biodégradable : biodégradable se dit d'un produit industriel qui, laissé à l'abandon, est détruit par les bactéries ou autres agents biologiques.

Bifidobactérie : un genre de bactérie bacillaire à Gram positif, non-mobile, partie de la flore intestinale et souvent dans la branche des bactéries anaérobies.

Bol alimentaire : Un bol alimentaire est le résultat de divers aliments mâchés et mêlés de salive, prêts à être digérés. Le « voyage » d'un bol l'entrée dans l'estomac.

Bractée : feuille fréquemment colorée qui accompagne une fleur ou une inflorescence.les bractées se trouvent sauvent à la base du pédoncule.

Chimie vert : ensemble des principes et des techniques visant à réduire ou élimines l'usage ou la formation de substances dangereuses et/ou toxique dans la conception, la production et l'utilisation des produits chimique.

Chiralité : Propriété géométrique d'un objet non superposable à son image dans un miroir, en particulier d'une entité moléculaire, du spin d'une particule, d'un polyèdre, etc.

Composés phénoliques : ce sont des molécules issues du métabolisme secondaire et qui sont ubiquitaires du règne végétal et notamment des angiospermes.

Cryo-protecteur : Se dit d'une substance qui protège les cellules vivantes contre les très basses températures utilisées pour leur conservation.

Développement durable : un développement qui répond aux besoins des générations du présent sans compromettre la capacité des générations future à répondre aux leurs.

Flavonoïdes : sont des métabolites secondaires des plantes ; Les flavonoïdes sont responsables de la couleur variée des fleurs et des fruits et représentent une source importante d'antioxydants dans notre alimentation. Ils forment une sous-classe des polyphénols.

Fourrage : Matière végétale constituée par la partie aérienne de certaines plantes, servant d'alimentation aux animaux après avoir été coupée et conservée (foin, ensilage) ou immédiatement après avoir été fauchée (fourrage vert).

Lactobacille : genre de bactéries à gram positif, immobiles, de formes et dimensions variables anaérobies facultatives. Il est appelé ainsi car la plupart de ses membres convertissent le lactose et d'autres sucres simples en acide lactique.

Prébiotiques : ingrédients alimentaires qui influencent de façon bénéfique l'hôte en stimulant sélectivement la croissance et/ou l'activité d'un ou d'un nombre limité de groupes bactériens dans le côlon, et qui améliorent ainsi la santé de l'hôte.

Probiotiques : microorganismes vivants qui, lorsqu'ils sont consommés en quantités adéquates, produisent un bénéfice pour la santé de l'hôte.

Teinture : solution obtenue en laissant une certaine quantité de drogue desséchée au contact d'un solvant pour un temps plus ou moins long.

Transduction du signal : mécanisme par lequel une cellule répond à l'information qu'elle reçoit, par des agents chimiques ou autres signaux (tension,...).

Tanins : ce sont des composés phénoliques constituants naturels des plantes, ils se combinent avec les protéines végétales, jouant un rôle dans la protection de la plante.

Introduction générale

Chez les plantes supérieures, le processus de photosynthèse conduit à la biosynthèse des différentes molécules polysaccharidiques, où l'amidon représente la principale forme de stockage glucidique, l'inuline joue également un rôle important dans le stockage des glucides dans les plantes des familles des Asteraceae (Astérasées) et des Liliacées (artichaut, topinambour, salsifis, plantes chicorées, oignons, asperges, etc.) **[1]**

L'inuline est un polysaccharide de stockage constitué d'une chaîne de molécules de fructose liées à une molécule de glucose terminal. Sa concentration et ces caractéristiques (en particulier DP, le degré de polymérisation) sont fortement affectés par les conditions agronomiques (source végétale, le climat, les conditions de croissance, la maturité au moment de la récolte et le temps de stockage après la récolte) et les méthodes d'extraction**.[2]**

En plus de ses propriétés nutritionnelles et bénéfiques pour la santé humaine, l'inuline est utilisée dans des formulations alimentaires pour ses propriétés techno-fonctionnelles comme substituant de la matière grasse, son emploi est largement répandu en Europe, aux Etats-Unis et au Canada. Dans le domaine pharmaceutique et cosmétique, l'inuline est utilisée sous forme native ou après des modifications chimiques comme vecteur des médicaments, agent anti-carcinogénique ou comme un réactif de diagnostique. **[2]**

La technologie traditionnelle utilisée pour produire l'inuline est l'extraction aqueuse, mais le cout énergétique de ce processus est très élevé en raison de la présence de plusieurs étapes telle que la filtration, la purification, la précipitation et le séchage à l'air libre ou la pulvérisation. C'est la raison pour laquelle plusieurs études ont était faites en vue d'optimiser les différentes étapes d'extraction de l'inuline.

Dans notre travail, on s'intéresse à l'optimisation d'extraction de ce polysaccharide à partir des artichauts cultivés dans deux régions de l'Algérie (Médéa et

Mostaganem), en utilisant deux modes de chauffage : chauffage classique et l'induction électromagnétique. Ce mémoire est organisé en trois chapitres :

- Le 1er chapitre donne une présentation générale sur les polysaccharides, les fibres alimentaires dont on site l'inuline, sa structure, ces propriétés physico-chimiques, ainsi que ces applications industrielles
- Le 2ème chapitre est consacré à l'extraction solide-liquide, son principe, le mécanisme d'extraction et les facteurs qui influencent le transfert. Ainsi, il présente en plus les différentes technologies d'extraction des polysaccharides conventionnelles et alternatives.
- Le 3ème chapitre regroupe une étude expérimentale pour l'optimisation d'extraction d'inuline par deux procédés de chauffage, le chauffage classique et l'induction électromagnétique, l'extraction est faite sur trois parties de la fleur d'artichaut (les akènes, les tiges et les bractées). Et à la fin une caractérisation physico-chimique des échantillons d'inulines extraites est réalisée.

[1] : G.LEROY, *"Changes in inulin and soluble sugar concentration in artichokes (Cynara scolymus L.) during storage"*, Sci Food Agric 2010; 90: 1203–1209.

[2] : SE´ BASTIEN N. RONKART, *"Development of gelling properties of inulin by microfluidization"*, Food Hydrocolloids 24 (2010) 318–324.

I/ Les Polysaccharides

I.1/ Introduction :

Les polysaccharides ont suscité un vif intérêt chez les scientifiques depuis une trentaine d'années. Ces macromolécules proviennent de sources renouvelables et abondantes telles que les végétaux (cellulose, amidon, alginate …), les animaux (chitine, acide hyaluronique…), et les microorganismes (pullulane, dextrane….).

Ces biopolymères sont généralement très hydrophiles, dans un certain nombre de cas hydrosolubles, mais aussi biodégradables et biocompatibles. Ainsi, les polysaccharides ont pris une place importante dans le monde des polymères, comme le prouve le nombre des études croissant et qui touchent à des applications de plus en plus diversifiées.**[3]**

Les Polysaccharides ont reçu une telle promotion, car ils sont largement distribués dans la nature et possèdent une structure très organisée. Il s'agit de molécules importantes impliquées dans tout le corps humain : dans la transduction du signal et l'adhérence cellulaire.**[4]**

Ces macromolécules constituent une famille de biopolymères dont la diversité de structures conduit à un large spectre de propriétés physico-chimiques, et donc d'applications potentielles. Ils sont très souvent employés, pour leurs propriétés, comme des agents texturants, épaississants ou gélifiants, galants, filmogènes ou de charges dans divers domaines : agroalimentaire, cosmétique et pharmaceutique. Certains polymères sont également utilisés comme agents stabilisants, notamment dans l'industrie des peintures, en agroalimentaire, et dans l'industrie pétrolière.**[5]**

Les polysaccharides ioniques peuvent être utilisés dans la biotechnologie pour l'immobilisation des enzymes, des cellules et les biocatalyseurs ainsi que dans le traitement des eaux usées et la récupération des métaux lourds.**[6]**

Parmi les polysaccharides les plus intéressants du point de vue nutrition ou applications industrielles, on site ***l'inuline***. Lors de ce chapitre, on va présenter l'ensemble des informations concernant ce polymère : structure, sources, propriétés physico-chimiques et applications industrielles.

I.2/ Généralité :

I.2.1/ Les polysaccharides :

Les polysaccharides sont des macromolécules composées exclusivement d'un certains nombres d'oses (ou monosaccharides), ayant pour formule générale $[C_x(H_2O)_y)]_n$ (où *y* est égale généralement à *x* - 1). Ils assurent d'importantes fonctions, telle que la régulation de la croissance, la défense contre les agents pathogènes et les stress environnementaux.

- Ils constituent une famille très importante de molécules souvent ramifiées.
- Ils ont tendance à ne pas prendre de forme particulière (on les appelle *« amorphes »*).**[7]**

I.2.2/ Types de liaisons rencontrées dans les polysaccharides :

Les polysaccharides forment un groupe hétérogène de polymères de compositions multiples et variées, et de longueurs différentes. Ils sont construits à partir de résidus mono-saccharidiques liés entre eux par des liaisons dites glycosidiques, les liaisons ainsi formées peuvent avoir la configuration α ou β (Figure I.**1**).**[8]**

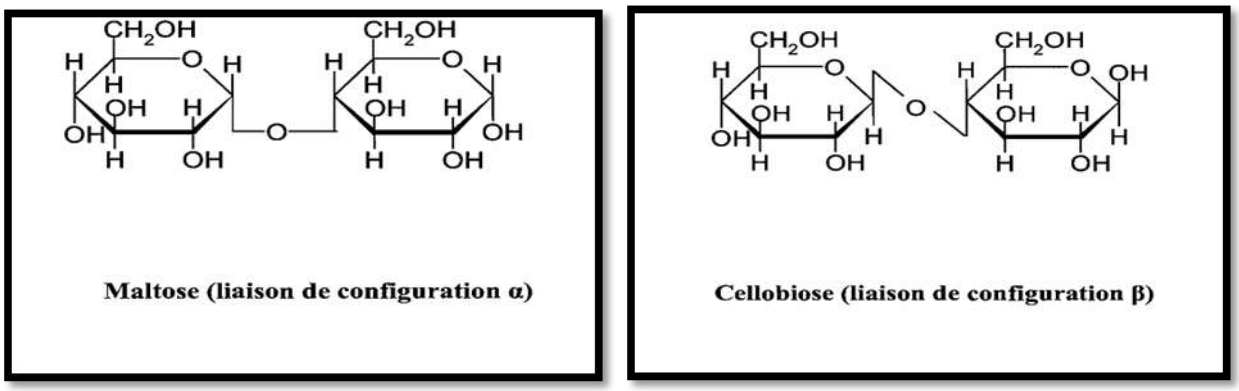


Figure I.1: Différents types de liaisons rencontrées dans les polysaccharides.

1.2.3/ Classification des polysaccharides :

A) ***Selon la composition*** : On distingue deux catégories:

- Les homopolysaccharides (ou homoglycanes) constitués du même monosaccharide : fructanes, glucanes, galactanes, mannanes .
- Les hétéropolysaccharides (ou hétéroglycanes) formés de différents monosaccharides : hémicelluloses .**[7]**

B) ***Selon la structure :*** les polysaccharides peuvent être :

- Linéaires : tel que la cellulose.

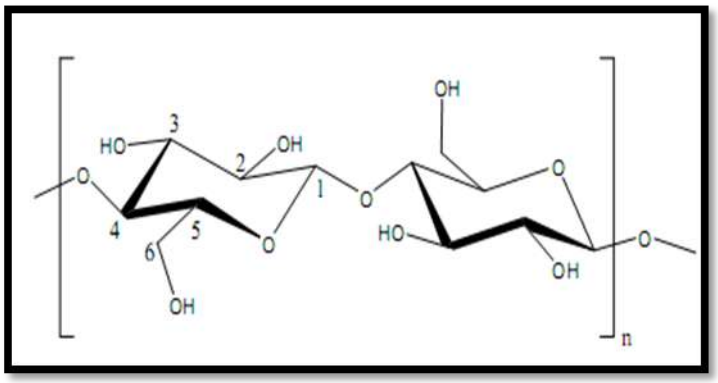


Figure I.2: Structure chimique de l'unité répétitive de cellulose.**[9]**

- Ramifiés : gomme arabique, amylopectine, dextrane, hémicellulose.

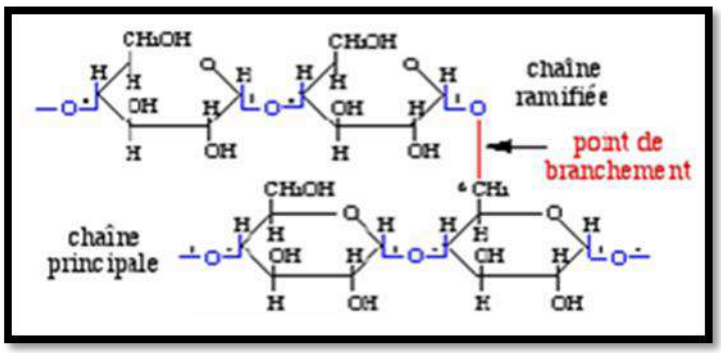


Figure I.3: Structure chimique de l'amylopectine.**[10]**

- Mixtes : amidon.

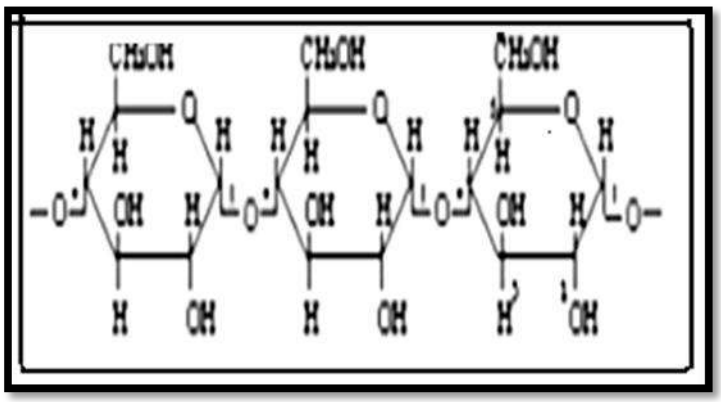


Figure I.4: Structure chimique de l'amidon.

C) Selon leurs propriétés biologiques : on peut aussi les classer sous deux catégories :

- **Les Polysaccharides de réserve [11]** :

Ce sont des substances énergétiques. Lorsqu'elles ne sont pas consommées immédiatement, elles sont mises en réserve, sous une forme plus ou moins condensée.**[12]**

Il s'agit essentiellement de l'amidon, glucide complexe de réserve pour les végétaux supérieurs qui permet d'économiser l'eau. Dans les cellules, il se présente sous forme de grains visibles au microscope : les amyloplastes. **[13]** Mais chez certaines espèces, notamment les **Composées** et les **Campanulacées**, il n'y a que peu ou pas d'amidon, et les réserves glucidiques sont constitués par des fructosanes dont le plus important est l'inuline. **[12]**

Chez les animaux, le glycogène est un polyglucose que les animaux mettent en réserve dans le cytosol des hépatocytes (glycémie : distribution à l'organisme) et dans les muscles (contraction musculaire). **[13]**

- **Polysaccharides structuraux :**

En général, ils sont extracellulaires, ils construisent les armatures des exosquelettes d'algues, de végétaux et d'animaux. Ces substances servent à l'édification des divers tissus de la plante**.** Les principaux polysaccharides de structure sont la cellulose des parois végétales, la chitine constitutive de la cuticule des arthropodes, les hémicelluloses et les pectines (hétéropolysaccharides complexes). **[12]**

D'autres polysaccharides de structure, moins répandus, sont l'agar-agar formé d'agarose et d'agaropectine et les carraghénates que l'on extrait des algues. Comme les pectines, ces molécules sont capables de former des gels utilisables dans la recherche scientifique et l'industrie (gels d'électrophorèse, agents accélérateurs de prise des confitures, gelées, lubrifiants etc...). **[11]**

I.3/ Les fibres alimentaires :

La notion de fibres renferme un **ensemble hétérogène de composés** : autrefois on désignait par ce nom les parois végétales, aujourd'hui on désigne les *polysaccharides* autres que l'amidon (la cellulose, l'hémicellulose, les gommes, les pectines), des *oligosaccharides* (l'inuline), de la *lignine* et des substances végétales associées (les cires, la subérine). Ce terme

«fibres alimentaires» s'applique aussi pour un type d'amidon appelé *amidon résistant* car il résiste à la digestion dans l'intestin grêle **[14]** .

La catégorie des fibres alimentaires s'est longtemps limitée aux parois végétales, puis s'est élargie à d'autres composés comme les gommes. Aujourd'hui, on s'accorde à considérer comme « Fibres » les composés qui ne sont pas dégradés par les enzymes propres de l'homme, c'est à dire qui passent par l'estomac et l'intestin grêle sans être digérés (ou peu). Par contre, les fibres vont être dégradées par les bactéries du colon de façon plus ou moins poussée, le reste étant excrété**[15]**, Leur pouvoir calorique est très faible.

I.4/ Propriétés fonctionnelles des fibres alimentaires :

Malgré leur hétérogénéité de composition chimique, les fibres ont en commun un important pouvoir d'absorption et de rétention d'eau. Ce pouvoir rétenteur d'eau dépend du milieu dans lequel on incorpore les fibres (pH, force ionique, température) et du traitement qu'elles ont subi (traitement thermique, hydratation). **[15]** Les fibres sont classées en fonction de leur solubilité dans l'eau en : fibres solubles et fibres insolubles. Elles sont présentes en proportion variable dans les aliments. **[14]**

- ***Les fibres solubles :***

Ce sont des substances qui forment dans l'eau des solutions de viscosité plus au moins importantes (d'où leur pouvoir épaississant) ou encore des gels (d'où leur pouvoir gélifiant). Parmi les fibres solubles nous citerons ici :

- ***L'inuline :*** elle est composée de chaînes de fructose plus ou moins longues (le degré de polymérisation (DP) = 2 à 60 unités) avec une extrémité glucose, de goût et de couleur neutres, sa solubilité dépend de la longueur des chaînes et de la température (l'utilisation d'une eau chaude ,60°C, et d'une agitation permet en général une bonne solubilisation). La viscosité d'une solution à 5% est similaire à celle d'une solution de saccharose à 10%.

  En termes de stabilité, l'inuline va être hydrolysée à pH acide (< 4) d'autant plus rapidement que la température de stockage et l'humidité du produit sont élevées. **[16]**
- ***Les fructooligosaccharides (FOS) :*** Également appelés oligo-fructoses sont composés de chaînes de fructose plus courtes que l'inuline (DP = 2 à 7 unités). Les FOS disponibles sur le marché contiennent également un taux plus ou moins important de sucres libres (glucose, fructose, saccharose).Leur saveur sucrée et

leurs propriétés vis à vis de l'eau (haute solubilité, viscosité similaire aux sirops de glucose, et abaissement du point de congélation) les rendent de bons substituant de sucre. Comme pour l'inuline, il y a des risques d'hydrolyse pour un pH acide (≤ 4).

- ***Fibres végétales :*** Certaines fibres végétales sont hydrosolubles. telle que la fibre d'acacia qui est une fibre soluble, ne développant pas de viscosité et qui est stable à pH (≥3). [**15]**
- ***Dextrines :*** de formule brute ($C_6 H_{10} O_{5)n}$ **[17]**, Certaines dextrines sont susceptibles de répondre à la définition des fibres en fonction de leur degré de ramification et de leur poids moléculaire. Il s'agit de composés neutres en goût, hautement solubles et développant peu de viscosité. **[15]**

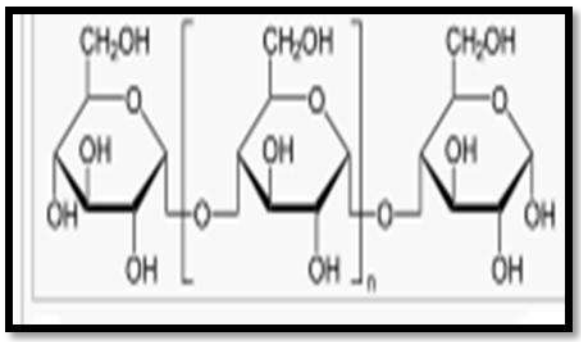


Figure I.5: Structure chimique de dextrine.

Les fibres alimentaires hydrosolubles assurent plusieurs fonctions corporelles, dont on présente :

a) Une bonne viscosité et glissement du bol alimentaire.
b) Favoriser l'élimination du « mauvais cholestérol » (LDL) et elles contribuent à diminuer le taux sérique total du cholestérol. Le profil sanguin lipidique est donc amélioré, les fibres aident ainsi à lutter contre les maladies coronariennes.
c) Ralentir la digestion et l'absorption des glucides alimentaires. Elles sont donc bénéfiques pour les diabétiques : le pic de glycémie après le repas (postprandial) est moins élevé et plus étendu dans le temps, le contrôle de la glycémie est ainsi favorisé.
d) Auraient un effet bénéfique sur l'absorption de certains minéraux (calcium, magnésium).
e) Une diminution de la réabsorption intestinale des sels biliaires. **[14]**

- ***Les fibres insolubles :***

Qui regroupent les amidons résistants et les fibres végétales (cellulose, hémicellulose…) de diverses origines (blé, pois…). Ces substances restent en suspension dans l'eau et gonflent, d'où leurs propriétés de rétention d'eau et leurs propriétés viscosifiantes. De plus, les fibres insolubles présentent généralement une bonne capacité de rétention des matières grasses. Par exemple, des fibres de blé (constituées à 98% de fibres insolubles) sont capables de retenir de 4 à 8 fois leur poids en eau et de 2 à 3 fois leur poids en huile.

Le choix du type de granulométrie va permettre de jouer sur le pouvoir d'absorption d'eau : plus la granulométrie des fibres est élevée plus elle est absorbante. **[15]**

Ces substances contribuent à l'évacuation des selles et à la lutte contre la constipation ainsi elles favorisent la régularité du rythme des contractions intestinales. En cas d'un excès de consommation, elles peuvent provoquer de la diarrhée, une irritation du tube digestif, la déshydratation et une mauvaise absorption de certains minéraux (calcium, fer, zinc…). **[14]**

I.5/ Les Sources des fibres alimentaires :

On les trouve exclusivement dans les aliments végétaux : fruits, légumes et céréales notamment les fruits secs (pruneaux, abricots secs…), ils sont particulièrement riches comme montre le tableau suivant :

Tableau I.1: Les principales sources alimentaires des fibres.**[18]**

La source	La quantité en g de fibre/100g de matière sèche
Son de blé	40-45 g
son d'avoine	10-25g
Graines oléagineuses	5-13g
figues sèches	10g
dattes	7,5 g
pain complet	7,5g
haricots blancs cuits	6,3 g
flocons d'avoine	6-7 g
artichauts	5,2 g
pain bis	4-5 g
lentilles cuites	4,4 g
petits pois cuits	4 g
pois chiches cuits	1-4 g
pain blanc	1-2,5 g
fruits	1,8 g
légumes	2-3 g

Dans ce qui suit, on s'intéressera uniquement à l'Inuline comme fibre alimentaire hydrosoluble, on présentera sa structure chimique, les différentes sources, ses propriétés physico-chimiques ainsi que son utilisation.

I.6/ L'inuline :

I.6.1/ Définition:

Le nom inuline a été utilisé pour la première fois en 1811 pour une matière qui avait été isolée par **Rose** en 1804 de ***l'InulaHelenium***. Ce n'est qu'en 1950 qu'on a déterminé la structure de l'inuline .**[19]**

L'inuline est un mélange de polysaccharides (sucres simples de type fructose liés entre eux) produit naturellement par de nombreux types de plantes. Elles appartiennent à une classe de fibres alimentaires appelées ***fructane***. Jusqu'à présent on ne connaît toujours pas la fonction physiologique exacte de l'inuline. Il est cependant probable qu'il s'agisse d'un polymère de réserve qui est stocké à l'état dissous dans des vacuoles, on le trouve dans les organes d'hivernation souterrains (les tubercules, les racines et les bulbes) où il existe à l'exclusion de l'amidon. Il est également possible que l'inuline joue un rôle en tant que cryo-protecteur ou osmo-régulateur. Toutes ces fonctions doivent permettre à la plante (vivace ou bisannuelle) de survivre en cas de manque d'eau, que ce soit par le froid ou par la sécheresse.**[20]**

I.6.2/ Les sources d'inuline :

Ces glucides sont synthétisés dans au moins dix familles de plantes supérieures. Ils peuvent être trouvés dans de nombreuses plantes économiquement importantes telles que la chicorée, topinambour, l'oignon, l'ail, l'orge, le seigle et le blé. Le Tableau I.2 montre que les inulines sont un ingrédient intrinsèque de plusieurs denrées alimentaires courantes, et elle a était déjà connue comme un glucide adapté pour les diabétiques, car elle ne donne pas lieu à une réponse glycémique .**[21]**

Tableau I.2: Teneur en inuline (% du poids frais) de plantes qui sont couramment utilisés dans l'alimentation humaine. **[22]**

Source	teneur en inuline (% Du poids frais)	Gamme de DP
Bananier *(Musacavendishii)*	0.3-0.7	2-5
L'orge*(Hordeumvulgare)*	0.5-1.5	Pas de donnée
Chicorée *(Cichoriumintybus)*	15-20	2-60
L'ail *(Alliumsativum)*	9-16	2-50
L'artichaut*(Cynarascolymus)*	2-3	2-50
Topinambour *(Helianthustuberosus)*	3-10	2-50
Poireau *(Alliumampeloprasum)*	16-20	Pas de donnée
L'oignon *(Alliumcepa)*	1-8	2-12
Le blé*(Triticumaestivum)*	1-4	2-8

DP: degré de polymérisation.

I.6.3/ Structure chimique et conformations d'inuline:

L'inuline est un mélange de chaines linéaires de fructose, où les unités de fructose sont reliées ente elles par des liaisons β (2-1). Il y a souvent une molécule de glucose à l'extrémité de chacune de ces chaînes de fructose, attaché par une liaison α (1-2) (Figure I.6). Le degré de polymérisation (DP) est compris entre 2 et 60 unités . **[23]**

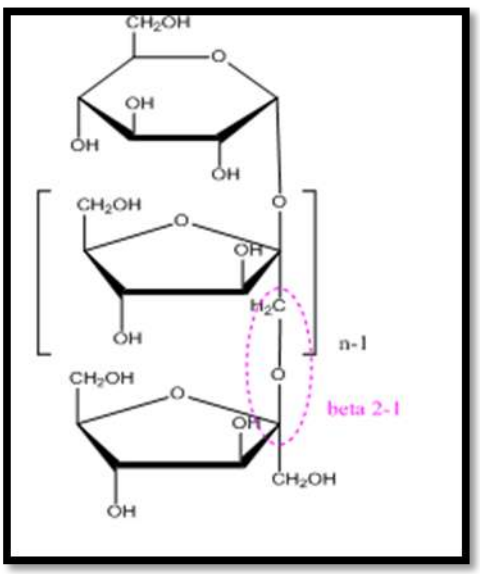


Figure I.6 : La structure d'inuline.

La détermination de la structure et de la conformation des Oglio- et des polysaccharides peut se faire au moyen de différentes techniques de caractérisations physiques, choisies en fonction du milieu et des propriétés de la molécule. Plus particulièrement, la diffraction des électrons et des rayons X **(***Electron(ED) and X-ray Diffraction (XRD*)) sont des techniques de choix pour la caractérisation des molécules à l'état solide.

Les premiers diffractogrammes de l'inuline en tant que mélange complexe d'oglio- et de polyfructose réalisées sur des échantillons différemment hydratés, laissaient prévoir des formes cristallines diverses suivant le degré d'hydratation. Cependant, dans le cas des oligo- et des polysaccharides, aucune technique ne permet d'accéder directement à la structure complète de la molécule sans l'utilisation conjointe de la modélisation moléculaire. **[21]**
Le travail entrepris par *Marchessault et son équipe en* 1980**[24]**sur l'inuline, et en combinant des résultats de la diffraction des rayons X avec ceux de la modélisation moléculaire, ils ont prédit une hélice constituée de cinq unités fructose avec un pas de 10,8 Å, mais sans pouvoir en préciser la chiralité. Se rendant compte de la complexité de l'inuline en tant que modèle d'étude, plusieurs auteurs ont abordé la caractérisation structurale des molécules constituant l'inuline. Pour ce faire, les oligomères les plus simples de l'inuline, c'est-à-dire les premiers degrés de polymérisation (F_2, GF_2…), ont été synthétisées, purifiés puis structurellement caractérisés. Ces travaux ont eu pour ambition de servir de référence pour les études ultérieures abordant l'analyse structurale des composés plus complexes tels que l'inuline.

Afin de décrire la structure et la conformation de l'inuline par complexité croissante de la molécule, on peut définir trois axes. Le premier décrit le fructose, et plus particulièrement les caractéristiques de son cycle fructofuranose. La seconde traite de la conformation des oligosaccharides de l'inuline. Pour finir, le troisième axe se focalise sur les travaux concernant l'inuline en tant que mélange complexe d'oligo- et de polysaccharides . **[25]**

I.6.3.1/ <u>Fructose :</u>

La connaissance de la conformation des unités fructose est essentielle pour l'étude de l'inuline. Alors qu'il est reconnu que le glucose adopte généralement une conformation chaise $^4C_1$ relativement rigide, la flexibilité du fructofuranose est largement décrite. **[25]**Grâce à sa flexibilité, le cycle fructofuranose peut exister sous 20 conformations (Figure I.7). Cette flexibilité peut être décrite par des échanges entre des formes enveloppes (E) comprenant quatre atomes coplanaires, et des formes twist (T) dans lesquelles trois atomes adjacents sont

coplanaires alors que deux autres sont de part et d'autre de ce plan**[26]**. Parmi les différentes conformations, $^{4}T_{3}$ et E_{4} sont les plus stables et la conversion d'une forme en une autre est très facile car elle ne requiert qu'une énergie d'environ 2.5 kcal mol^{-1} .**[27]**

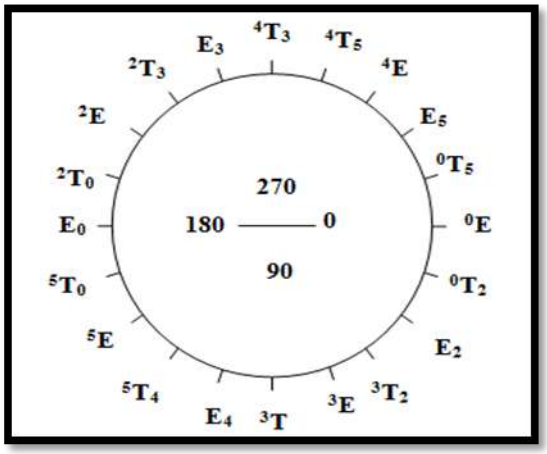


Figure I.7: Roue conformationnelle du fructofuranose. **[27]**

I.6.3.2/ Oligosaccharides de l'inuline :

Il existe dans la littérature deux catégories d'études conformationnelles des oligosaccharides de l'inuline, celles qui s'intéressent à un oligosaccharide particulier et les autres dont le but est de transposer leurs résultats à une molécule d'inuline de plus longue chaîne.

L'inulobiose, ou ***β-D-fructofuranosyle-(2→1)-β-D-fructofuranoside***, a été étudié par modélisation moléculaire de façon à mieux comprendre la liaison $\beta(2\rightarrow1)$ intervenant dans l'inuline. Les angles de torsion de la liaison glycosidique sont définis tels que ϕ, ψ et ω décrivent respectivement les liaisons C1'-C2'-O1'-C1, C2'-O1'-C1-C2 et O1'-C1-C2-O1, tandis que χ_0 représente l'angle de torsion du groupement hydroxyméthyle (Figure I.8). **[28]**

La structure cristalline du***1-kestose*** ;ou ***β-D-fructofuranosyl-(2→1)-β-D-fructofuranosyl-α-D-glucopyranoside)*** ; qui est le trisaccharide de la série, a été initialement résolue par Jeffrey et Park (1972)**.** L'introduction d'une unité glucose à partir de l'inulobiose pour donner le 1-kestose, joue principalement au niveau des angles ω, mais également sur la conformation d'une des unités fructofuranose qui se trouve dans la conformation E_4, en raison probablement de la présence de liaisons hydrogène intermoléculaires dans le cristal, (Figure I.9). L'étude de ce trisaccharide par modélisation moléculaire a donné sensiblement les mêmes résultats à l'exception de la conformation des cycles furanoses qui sont tous dans une conformation proche de la forme $^{4}T_{3}$.**[29]**

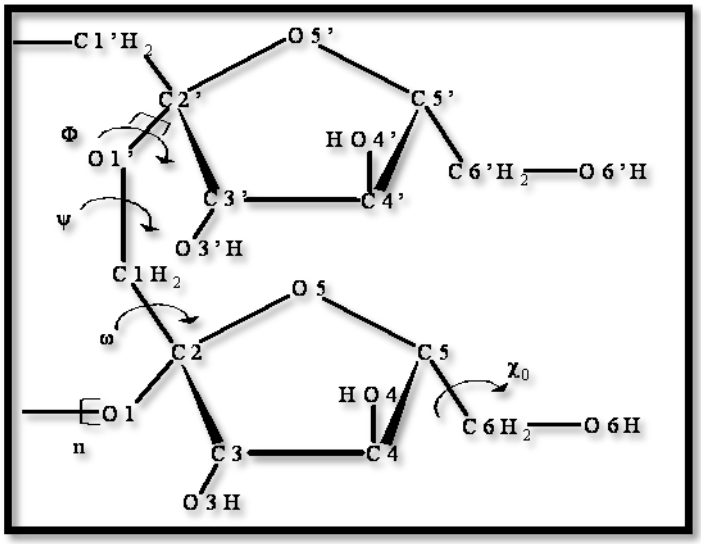


Figure I.8 : Représentation schématique de la dénomination des atomes et des angles de torsion dans la chaîne d'inuline. **[28]**

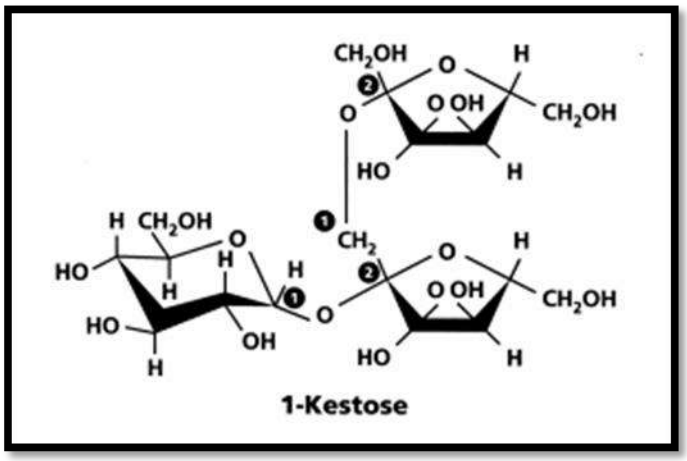


Figure I.9 : Le trisaccharide 1-ketose représente la molécule d'inuline la plus courte. **[23]**

La structure cristalline du ***nystosetrihydraté*** ou β-D-fructofuranosyl-(2→1)-β-D-fructofuranosyl-(2→1)-β-D-fructofuranosyl-α-D-glucopyranosidetrihydrate, obtenu à partir du 1-kestose par l'addition d'une unité fructofuranose, a également été établie. Les fructofuranoses se trouvent dans des conformations comprises entre E_3 et $^4T_5$. L'étude par modélisation moléculaire de ce composé a montré que les angles de torsion glycosidiques des oligosaccharides ne correspondent pas toujours aux zones thermodynamiquement stables déterminées pour l'inulobiose. **[21]**

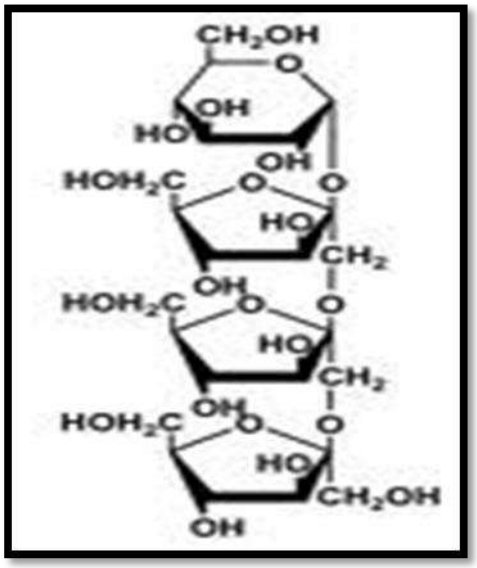


Figure I.10: Structure chimique de nystose . **[30]**

I.6.3.3/ Les longues chaines d'Inuline :

Les caractéristiques de l'hélice de l'inuline établie par Marchessault*et al.* (1980) **[24]** ont été remises en question par Calub *et al.* (1990) **[28]** et French et Waterhouse (1993) **[29]**. En effet, la réflexion pour laquelle Marchessault *et al.* (1980)**[24]** ont défini le pas de l'hélice a été mal indexée, remettant ainsi en question le modèle structural obtenu pour l'inuline à l'état solide. Afin d'éliminer les ambiguïtés résidant autour de la structure de l'inuline, *André et son équipe* **[31]** ont préparé des monocristaux d'inuline et les ont étudiés par la diffraction des rayons X de façon à établir les paramètres structuraux de la maille cristalline par modélisation moléculaire à l'aide des données expérimentales recueillies. Ils ont démontré que l'inuline présente un groupe spatial orthorhombique ($P2_12_12_1$), et peut, en fonction des conditions hydratantes, se présenter sous la forme hémi-hydraté ou mono-hydraté.

- ***Structure de l'inuline hémi-hydraté :***

Le modèle de l'inuline hémi-hydraté adopte une hélice régulière d'ordre 6 constituée d'unités β-D-fructofuranose dans une conformation $^4T_3$. L'orientation relative des monomères est décrite par les angles de torsion glycosidiques $\phi = 66°$, $\psi = 154,5°$ et $\omega = -81,8°$ tandis que les groupements hydroxyméthyles (CH_2OH) sont caractérisés par un angle $\chi_0 = 54,1°$.

Dans la forme hémi-hydraté, l'inuline cristallise dans un groupe spatial $P2_12_12_1$ avec des dimensions de maille cristalline a = 16,70 Å, b = 9,65 Å et c = 14,4 Å. En conjonction avec des mesures de densité, André *et al.* (1996b) **[32]** ont démontré que chaque maille cristalline contient deux hélices antiparallèles d'ordre 6 constituées de six unités fructose centrées sur un axe cristallographique 2_1 du système orthorhombique et parallèle à c (Figure I.11).

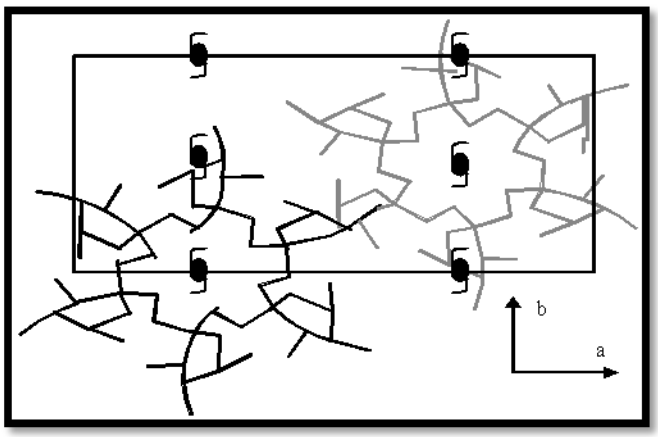


Figure I.11: Représentation schématique de la maille cristalline de l'inuline constituée de deux hélices antiparallèles de six unités fructose centrées sur un axe cristallographique parallèle à c. Selon André et al. **[32]**

Six molécules d'eau sont présentes dans la maille cristalline et sont réparties sur huit sites ayant chacun une probabilité d'occupation équivalente de 0,75 (Figure I.12). La structure est stabilisée par plusieurs liaisons hydrogène intra et intermoléculaires impliquant des interactions entre les chaînes mais également entre les chaînes et les molécules d'eau (André, 1995).

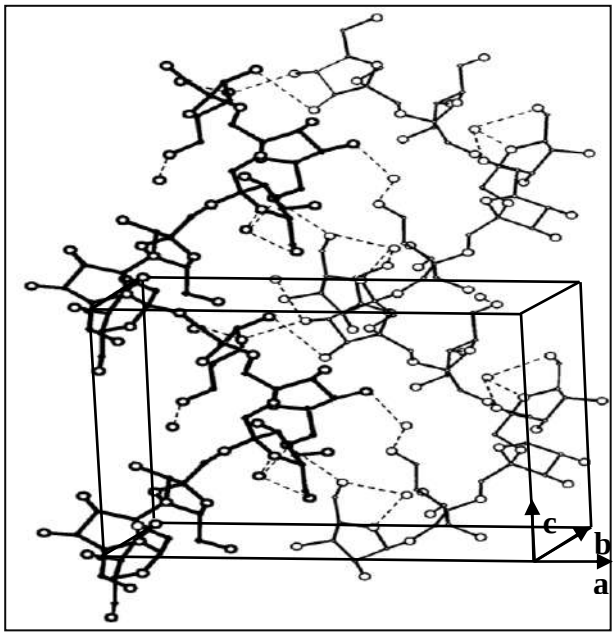


Figure I.12 : Stéréo vue du modèle hémi-hydraté de l'inuline. Les pointillés correspondent aux liaisons hydrogène intermoléculaires. a, b et c correspondent aux trois axes de la maille cristalline **[22]**.

- ***Structure de l'inuline mono-hydraté :***

Après l'hydratation de la forme hémi-hydraté, la maille cristalline gonfle légèrement avec de nouveaux paramètres (a = 16,7 Å, b = 9,80 Å et c = 14,7 Å) mais en maintenant la symétrie $P2_12_12_1$. Ainsi, la différence principale entre la forme mono-hydraté et hémi-hydraté ne correspond pas à un changement de conformation de l'inuline, mais plutôt à une variation du nombre de molécules d'eau dans la maille cristalline. Par modélisation moléculaire, **[31]** ont déterminé que le nombre maximal de molécules d'eau dans la maille cristalline était de douze, soit une molécule d'eau par résidu fructose. **[32]**C'est pour cette raison que la structure hydratée de l'inuline est qualifiée de mono-hydraté.

Dans les cristaux d'inuline monohydrate, il existe deux types de molécules d'eau. La moitié de celles-ci (celles de la structure hémi-hydrate) sont liées si étroitement qu'elles resteront même après un traitement thermique sévère, tandis que l'autre moitié apparaît relativement labile et est faiblement retenue dans la maille cristalline. **[21]**

I.6.4/ Propriétés physico-chimiques d'inuline :

I.6.4.1/ La Solubilité :

Solubilité dans l'eau dépend surtout de la distribution des longues chaines d'inuline. Comme le montre la Figure I.13, la solubilité augmente avec la diminution de la longueur de chaîne. **[21]**

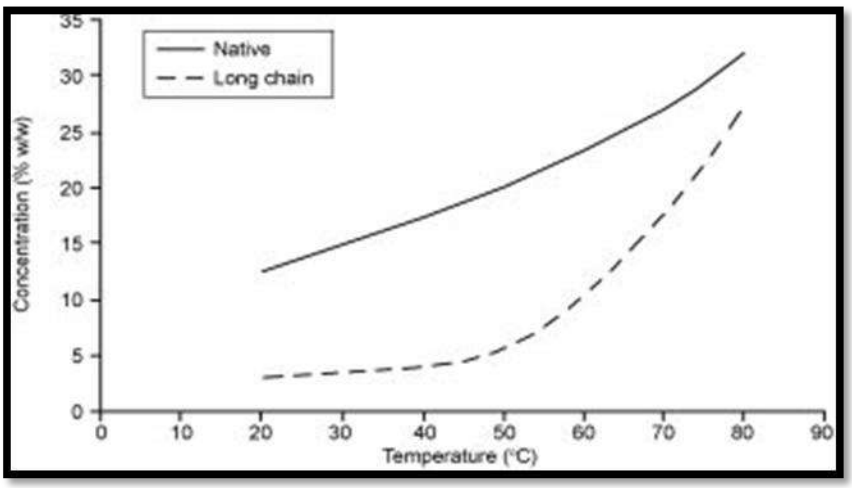


Figure I.13 : solubilité maximale de l'inuline native et à chaîne longue en fonction de température.**[33]**

Le temps de stockage et la température sont des facteurs très importants pour la transparence des solutions d'inuline, le

Tableau I.1 présente la concentration et la température nécessaire pour la conservation d'une solution claire d'inuline pendant 13 semaines.

Tableau I.3: Solubilité de l'inuline à différents températures. **[33]**

Type d'inuline	température de stockage (°C)	
	5	20
Inuline native	< 2.0%	< 2.5%
Inuline à longue chaîne	< 1.0%	< 1.5%

I.6.4.2/ La Viscosité :

Les solutions aqueuses d'inuline native présentent des faibles viscosités, même les solutions de longues chaines ne présentent qu'une légère augmentation de viscosité par rapport à celles d'inuline native.

I.6.4.3/ La stabilité thermique :

L'inuline est stable à des températures allant jusqu'à 140°C (lorsqu'elle est dissoute à pH presque neutre) et peuvent donc être traitées facilement dans la plupart des les applications alimentaires. Elle se dégrade à des températures supérieures à 140°C. À l'état de poudre, la stabilité est très grande.

I.6.4.4/ La stabilité aux Acides :

La liaison β(2,1) est sensible à l'hydrolyse acide. Le degré d'hydrolyse dépend du pH, de la composition des produits alimentaires, et la combinaison temps-température (pendant le traitement thermique ou la durée de vie).

En général, l'hydrolyse ne se produira pas à des niveaux de pH supérieur à 4. À des pH inférieurs à 4, l'hydrolyse peut se produire avec un taux dépendant du pH et de la température réelle. Par exemple, l'hydrolyse n'est pas observée à des niveaux de température inférieure à10°C et pH entre3.0 et7.5, mais à pH 3 à 25°C environ10% s'hydrolyse en1 semaine. **[21]**

I.6.5/ Le rôle d'inuline dans le corps humain:

Les fibres d'inuline sont considérées comme des fibres alimentaires hydrosolubles qui ne sont pas digestible par les enzymes de l'intestin humain.**[34]** Elles sont intactes quand elles atteignent le côlon où la flore microbienne intestinale les fait fermenter entièrement, partiellement, ou pas du tout. La fermentation fait naître des acides gras courts qui sont absorbés par le corps où le métabolisme se poursuit.

Les enzymes digestifs du corps humain ne peuvent pas décomposer les liaisons β (2-1) entre les molécules fructose de l'inuline et Oglio-fructose. Des études ont démontré que l'inuline et l'Oglio-fructose atteignent le côlon pratiquement intact. Ils sont fermentés par des

bactéries spécifiques du colon tel que les lactobacilles et les bifidobactéries, ce qui stimule leur croissance, c'est l'effet prébiotique. **[35]**

- ***Stimulation de l'absorption des minéraux :***

La forte concentration d'acides gras, provenant de la fermentation, favorise l'absorption de minéraux, en particulier Ca^{+2} et Mg^{+2}. Des études récentes ont démontré que l'inuline accroît la réserve du corps en Ca^{+2}. Une de ces études a approuvé qu'une prise de 8g d'inuline par jour par de jeunes adolescentes ait augmenté la réserve en calcium de manière significative. **[36]**

- ***Influence sur la croissance des lactobacilles et bifidobactéries :***

La présence d'inuline dans le côlon stimule la croissance des lactobacilles et bifidobactéries ceci à plusieurs conséquences positives: baisse de l'intolérance au lactose, renforcement de l'immunité, … **[35]**. Certaines études ont démontré que les éléments de la paroi des cellules du bifidobactéries répriment le développement de tumeurs.

- ***Réduction des risques de cancer des intestins :***

La présence de l'inuline dans le côlon n'influence pas seulement la croissance de la flore intestinale mais également l'activité des bactéries. L'inuline aurait également la propriété de réprimer la production d'une enzyme procarcinogène. **[37]**

- ***Abaissement du taux de cholestérol. [36]***

I.6.6/ Les applications d'inuline :

I.6.6.1/ Applications alimentaires :

En raison du nombre important des avantages d'utilisation de l'inuline sur la santé humaine. Il existe de nombreuses applications alimentaires telles que la confiserie, les desserts lactés, les yaourts et fromages frais, les produits de boulangerie, des produits laitiers, chocolat, la crème glacée et les sauces (Tableau I.4).

L'inuline et les FOS peuvent assurer plusieurs fonctions dont on cite :

- Agent édulcorant dans les boissons, les crèmes glacées et les produits de pâtisserie.
- Agent gélifiant (replace les graisses) dans la préparation des yaourts sans matière grasse ou en faible matière grasse, Mayonnaise, crème glacée :l'inuline contribue à

une sensation en bouche crémeuse, fusion homogène et amélioré la stabilité de choc thermique, et les FOS fournissent un goût sucré, scoopability, et synergie avec les édulcorants de haute intensité, en aidant à masquer l'arrière-goût. **[21]**,**[39]**

- Agent stabilisant dans les émulsions, les dispersions et améliore la stabilité des mousses.

Tableau I.4: Applications alimentaires de l'inuline native et à longue chaîne . **[40][41]**

L: inuline à longue chaîne (DP moyen de 20 ±25) ; N: inuline native (DP moyen de 9 ±11);S : oligofructose avec DP moyen d'environ 4.

Application	**Longueur de la chaine(%) L/N/S**	**Dosage %**	**Remplacement**		**fonctionnalité technologique**
			grasse	**sucre**	
Les produits laitiers :					
-yaourt.	L/N	2-4	+		-Rondeur.
-boisson au lait.	N	3-5	+		-Rondeur.
-boisson de petit déjeuner.	N	2-5	+		-Rondeur.
-mousse.	L/N	3-20	+	+	-Stabilisation de mousse, la sensation en bouche.
Produits de boulangerie :					
-pain.	L/N	3-10			- remplacement de la farine
-pain à hamburger.	L/N	3-7			- remplacement de la farine
-Pâte à biscuit à court.	N/S	2-8	+	+	-Croustillant, gluten de ramollissement, douceur.
-Maria biscuit.	N/S	3-10			- Croustillant, gluten de ramollissement, douceur.
-Gâteau aéré remplissage.	N	5-15	+	+	-Texturiser, stabilisateur de mousse, bouche.
-Biscuit de remplissage.	N	5-20	+		-Agent de charge.

Divers : -Pâte à tartiner grasse. -céréales extrudées. -chocolat. -Les produits de viande. -comprimés. -pâtes de remplissage.	L L/N L/N L/N N L/N	4-20 3-20 3-20 2-7 5-40 2-7	+ + +	+ +	-Texturiser. -Croustillant, bolvie -Agent de charge -Texturiser, bouche -Excipient directement compressible -Texturiser, bouche

I.6.6.2/ Applications pharmaceutiques et cosmétiques:

Par transformations chimiques de l'inuline, des dérivés peuvent être produits, mais certains ne représentent encore que des essais de laboratoires. Par exemple, des recherches sont effectuées afin de créer des tensioactifs à partir d'inuline.**[42]**

En phytothérapie, l'inuline est choisie comme édulcorant tout en limitant l'apport calorique. On la retrouve dans les sirops aux plantes (la gamme ***Pediakid*** pour les enfants en contient), les draineurs. Son effet coupe-faim fait que l'inuline est utilisée également dans les produits de régime**[43]**. Mais il a aussi des applications pharmaceutiques importantes, comme excipient ou stabilisant, et produit injectable pour la mesure clinique de fonctionnement des reins. L'inuline peut également avoir une utilité en tant qu'agent d'encapsulation dans les médicaments à libération prolongée ainsi que stabilisant pour les médicaments à base des protéines et des peptides. **[44]**

Dans l'industrie cosmétique, les polysaccharides sont principalement utilisés comme agent de texture.**[45]**Les fabricants de cosmétiques naturels et bios ont pendant longtemps été à la recherche d'agents naturels conditionneurs pour cheveux. Et ils ont fini par trouver un grand nombre de shampooings à base d'inuline se trouvent aujourd'hui sur le marché. L'inuline utilisée dans les produits cosmétiques est généralement issue de biotechnologie. **[46]**

I.6.6.3 Applications environnementales :

- ***L'inuline comme adoucisseur d'eau :***

Il est facile de produire du carboxymethylinuline (CMI) à partir de l'inuline. Ce produit s'utilise pour éliminer les traces de calcaire et autres sels dans les systèmes d'eau.

Actuellement on utilise principalement des composés pétrochimiques tels que les polyacrylaten, qu'on ajoute à l'eau. Le CMI présente de nombreux avantages par rapport à ces produits chimiques: c'est un produit biodégradable, non toxique, qui ne contient ni azote ni phosphate et qui est renouvelable. L'efficacité du CMI a été testée dans une industrie de papier à Roermond (Pays-Bas). L'adjonction de CMI aux eaux usées a sensiblement réduit les problèmes d'obstruction des tuyaux d'évacuation longs de 3 km **[38]**.

I.7/ Conclusion :

L'inuline est une substance naturelle qui possède un intérêt important dans de nombreux domaines (alimentaire, pharmaceutique, cosmétique et environnementale), et l'obtention de cette molécule nécessite de nombreuses étapes souvent longues. Dans ce contexte, les avancées en génie des procédés exigent l'utilisation des nouvelles méthodologies d'extraction et de séparation rapide afin d'améliorer la qualité d'inuline extraite et d'augmenter le rendement d'extraction, tout en s'inscrivant dans une démarche de «***chimie vert »*** et le respect de l'environnement.

Bibliographie :

[3] : C. RUDY, *" Synthèse de polysaccharides amphiphiles à partir de dextrine et application à la stabilisation d'émulsions directes et inverse "* ,04/02/2001.

[4] : D. SEVERIAN, *" Polysaccharides: Structural Diversity and Functional Versatility"*, Marcel Dekker, Inc, 1998.

[5] : M. CLAIRE, " *Ingénierie rationnelle de la dextrane-saccharase SR-S : compréhension du mécanisme de polymérisation pour la synthèse des dextranes de taille contrôlée",* 21 Avril 2006, pp33.

[6] : A.S. ABOUGHE, E. NGUEMA-ONA, A. DRIOUICH, *"La thérapie par les plantes en Afrique : activités immunostimulantes des polysaccharides de la paroi végétale"*, Phytothérapie, Vol. 8, p30.

[7] : J. BRUNETON,*" Pharmacognosie - Phytochimie, plantes médicinales ",* Tec & Doc - Éditions médicales internationales, maison d'édition, (4ème édition), Paris, 2009, p 1288.

[8] : C.R. Cantor, *"Essentiels of carbohydrate chemistry"*, Springer, pp399.

[9] : E.S WILKS,*" Industrial polymers handbook", vol. 3*, Edition Miley-VCH, 2001.

[10] : *" Biochimie appliquée dans les filières SBSSA les glucides : structure, propriétés et applications technologiques ", Journées* des 5 et 6 Mai 2009.

[11] :http://uel.unisciel.fr/biologie/biochimie1/biochimie1_ch03/co/apprendre_ch3_01.html (dernière consultation septembre 2013).

[12] : G. DEYSSON,*" Physiologie et Biologie des plantes vasculaire, Tome III. Première partie. Nutrition et métabolisme"*, la maison d'édition, 5éme Edition, 1982, 155 – 179.

[13] : A. LE BLANC *" Alimentation humaine"* – Condensé de cours Annick Le Blanc, ENSMIC/ BTS IC ,2008-2009.

[14] :http://www.phytotherapia.eu/informations_medicales.php?num_info=148(dernière consultation septembre 2013).

[15] : C. CHENE et al, *"Incidence of acute pancreatitis due to antiretroviral treatment", Gastroenterology*, Volume 124 (2003), pp A399.

[16] : WANG JIANHUA, *"Studies on the extracting technical conditions of inulin from Jerusalem artichoke tubers"*, Journal of Food Engineering, Vol. 79 (2007) pp 1087–1093.

[17] : L. SHARON, *" Soins infirmiers médico-chirurgical"*, maison d'édition, ($8^{ème}$ édition), 2010.

[18] : Y. TIRILLY, M.C. BOURGEOIS, *" Technologie des légumes"*, Edition Tec et Doc, Lavoisier, 1999.

[19] : C.V. STEVENS, et al, *"Chemical modification of inulin, a valuable renewable resource, and its industrial applications"*, American Chemical Society, Vol. 2(2001).

[20]: G.A.HENDRY, R.K.WALLAC.R.K,*"Theorigin, distribution and evolutionary significance of fructans, in Science and Technology of Fructans"* (Suzuki, M., Chatterton, N.J., Eds.) Boca Raton FL: CRC Press, 1993, pp 119-139.

[21] : G.O PHILLIPS, P.A WILLIAMS, *"Handbook of hydrocolloids"*, Second edition; CRC Press, 2009.

[22] : J. VAN LOO et al,"*On the presence of inulin and oligofructose as natural ingredients in the western diet. Crit*", Rev. Food Sci. Nutr. 35 (1995), pp 535-552.

[23] : VUYO BHONGOLETHU MAVUMENGWANA, "*Isolation, purification and charactezization of inulin and fructooligosaccharides from Chicorium Intybus and Inulinase from Asperagillus Niger*", Master of Science, Rhodes University, 2004.

[24] : R. H. MARCHESSAULT, et al,*"Conformation and crystaline structure of (2-1)-b-d-fructofurana (inulin) "*, Vol. 58 (1980), pp 2415–2422.

[25] : LEVITT ET WARSHEL, *"Folding and stability of helical proteins: Carp myogen"* Journal of Molecular Biology, Vol. 106(1976), pp 421-437.

[26] : N.E. CREMER et al, *"Neutralization kinetics of western equine encephalitis virus by antibody fragments"*, Immunochemistry, Volume 12(1975), pp 597-601.

[27]: A.D. FRENCH,*"Computer modeling of the tetrasaccharide nystose*", Carbohydrate Research, Vol. 247(1993), pp 51-62.

[28] : T.M. CALUB et al, " *Proton and carbon chemical-shift assignments for 1-kestose, from two-dimensional n.m.r.-spectral measurements"*, Carbohydrate Research, Volume 199(1990), pp 11-17.

[29] : WATERHOUSE et al, "*Conformational analysis of inulobiose by molecular mechanics"*, Carbohydrate Research, Volume 207(1990), pp 221-235.

[30] : http://fr.chemical5.com/formulas/cas-139523-49-2.html###.

[31] : I. ANDRE, et al, *"Molecular and crystal structures of inulin from electron diffraction data"*, Macromolecules, Vol. 29 (1996), pp 4626–4635.

[32] : I. ANDRE, et al, *"Single crystal of inulin"*, International Journal of Biological Macromolecules, 18 (1996), 195–204.

[33] : SENSUS, "*Stability of Frutafit Õ and Frutalose Õ inulin/FOS in beverage applications. Brochure"*, 2003.

[34] : B .JACOTOT ET B. CAMPILLO, *"nutrition humaine "*, Ed. Masson, Paris, 2003, pp 311.

[35] : G. FLAMM. et al, *"Inulin and oligofructose as dietary fiber: A review of the evidence. Critical Reviews in Food Science and Nutrition"*, Vol. 5(2001), pp 353-362.

[36] : A. FRANCK, L. LEENHEER, *" Inulin. Biopolymers 6"*, 2002, pp 439-479.

[37] : P.D. MEYER et al, "*The immune effects of inulin in vitro and in vivo*", 2000, November/December pp 18-20.

[36] : J. BLOM, "*Cleaning up with inulin"*, 2000, pp 10-11.

[39] : P. KIP. P, D. MEYER. D, ET R.A. JELLEMA, *" Inulins improve sensoric and textural properties of low fat yoghurts"*, Int. Dairy J. 16 (2006): 1098-1103.

[40] : A .FRANCK, *"Prebiotics and Probiotics Ingredients Handbook, Leatherhead Food Publishing, Reading"*, 2000.

[41] : SENSUS, *" The Frutafit Õ and Frutalose Õ product ranges, Brochure"*, 2005.

[42] : C. BLECKER et al, *"Inulin: Its physicochemical properties and technological functionality"*, Recent Res. Devel. Agricultural & Food Chem, 2001, pp 126-131.

[43] : http://redacteur-web.blogspot.com/2011/08/linuline.html.

[44] : Inulin - a versatile polysaccharide with multiple pharmaceutical and food chemical uses.

[45] : M. C. MARTINI, M. SEILLER, *"Actifs et additifs en cosmétologie"*, Tec et doc Lavoisier, 1992, pp 630.

[46] : http://www.laveritesurlescosmetiques.com/themen_natur_fr.php. (Dernière consultation: septembre 2013).

II/ Extraction des polysaccharides

II.1/ Introduction :

Historiquement, l'extraction solide-liquide est une opération très ancienne. L'homme a toujours cherché à exploiter les ressources naturelles dont il dispose. Cette opération était utilisée dans la préparation des produits alimentaires, pharmaceutiques, drogues, teintures ou parfums où elle prend des dénominations différentes. De la percolation à l'infusion en passant par la macération ou la concoction, chaque terme évoque une mise en œuvre domestique d'un procédé d'extraction solide-liquide, dont le solvant est généralement de l'eau ou de l'alcool.

La conception et le dimensionnement des installations sont des étapes indispensables à l'évaluation de la faisabilité d'un procédé de production. Pour une bonne extraction, il ne suffit pas de prendre en considération la solubilité du soluté désiré ou non désiré. L'extraction solide-liquide à partir de la matrice végétale est une opération unitaire complexe en raison de la nature même du substrat. Les résistances au transfert de matière dues à la structure végétale et la localisation des composés recherchés peuvent être déterminantes. L'étude passe généralement par des essais pilotes, souvent coûteux. La description et la modélisation des phénomènes de transfert de soluté répondent à deux objectifs : l'établissement d'un modèle de représentation de ceux-ci observés à l'échelle de la paillasse en mode discontinu et l'intégration des connaissances ainsi acquises dans un modèle global pour constituer un outil complet de simulation du comportement du contacteur solide-liquide.**[47]**

L'homme a découvert très tôt les bienfaits des végétaux et les premières techniques pour en retirer ce que l'on appelle aujourd'hui un "extrait". Ces premiers extraits étaient obtenus par extraction aqueuse essentiellement ou fermentation alcoolique et selon des procédés tels que l'infusion, la macération, la décoction ou l'hydrodistillation. La simplicité de ces procédés, les outils, les matériaux ou encore les modes de chauffage faisaient de l'extracteur un homme de l'art plutôt qu'un scientifique. Aujourd'hui et malgré l'utilisation d'automates précis, des matériaux adaptés, les avancées en génie des procédés, en Photochimies et en analytique ou encore les nouvelles technologies d'assistance à l'extraction telles que hautes pressions, micro-ondes, ultrasons, etc…, la notion de savoir-faire en extraction végétale, reste une juste association entre la maîtrise de ces paramètres et la tradition.**[48]**

II.2/ Historique :

En effet, l'extraction est présentée, la plupart du temps, comme un procédé de séparation par lequel un matériau peut être traité par différentes méthodes. Dans le cas particulier des huiles essentielles, d'une façon générale, l'extraction est faite par entraînement à la vapeur d'eau. Cette méthode est un procédé de séparation basé sur la différence de composition entre l'eau et la vapeur produite pendant l'exécution de l'opération unitaire.**[49,50]**

Sur le plan historique, le développement des procédés d'extraction a ces origines dès l'antiquité.**[51]**

Au cours du 18ème siècle, commence l'utilisation de solvants d'origine pétrochimique pour extraire les matières naturelles **[52]**.En 1855, un procédé pour extraire la graisse à partir d'arêtes, d'os et de bois a été breveté par E. Deiss, et qui utilise le disulfure de carbone comme solvant. Une année plus tard, le même auteur a développé une méthode pour l'extraction des huiles de graines et il a construit une usine productrice d'huile d'olive à Marseille. **[53]**

En 1838, A. Payen réussit à extraire du bois un composé de formule $(C_6H_{10}O_5)_n$ auquel il donne le nom de cellulose, ensuite 8 ans plus tard, C. Schonbein obtient la nitrocellulose, 1er polymère artificiel, par action d'un mélange sulfo-nitrique sur la cellulose.**[54]**

En 1958, V. Dodane et VD. Vilivalam ont discuté la déacetylation de chitosan obtenu à partir de chitine naturel ainsi les propriétés physico-chimique des dérives obtenus. Ces derniers ont était utilisés dans le domaine biomédical et pharmaceutiques. **[55]**Lors de la dernière décennie, un nombre important des recherches a été réalisé afin d'extraire, de modifier les polysaccharides ou bien d'utiliser les dérivées obtenus dans des applications diverses.

II.3/ Principe de l'extraction solide-liquide :

L'extraction solide-liquide est l'opération fondamentale qui a pour but d'extraire, de séparer, de dissoudre soit par immersion soit par percolation d'un liquide, un ou plusieurs composants(liquide ou solide) mélangés à un solide. C'est une opération de transfert ou d'échange de matière entre une phase solide, qui contient la matière à extraire et une phase liquide, le solvant d'extraction.**[56]**

La complexité de la structure et la variabilité de la matière végétale (avec les saisons, les récoltes, ...) ainsi que la large variété des composés à extraire (différents poids moléculaires, polarité, lien avec la structure, ...) ont conduit à l'apparition d'une grande variété de technologies d'extraction.

II.3.1/ Mécanisme d'extraction :

Le transfert de matière va se réaliser entre deux phases hétérogènes au sein d'un contacteur.

Il est essentiel de déterminer la vitesse globale du phénomène ou vitesse apparente d'extraction, Pour définir un appareil d'extraction. Cette vitesse apparente résulte de quatre contributions :

- pénétration du solvant dans la matrice solide.
- libération du soluté dans le solvant.
- diffusion de la solution enrichie vers l'extérieur de la particule.
- le transfert par convection ou diffusion du soluté contenu dans la solution près du solide vers la masse restante du solvant **(**
-
-
-
-
- Figure II.1**).[57]**

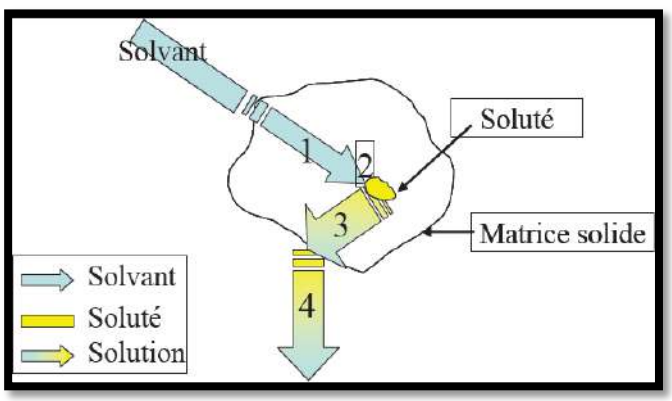


Figure II.1: Schéma des principales étapes ayant lieu lors de l'opération d'extraction solide/liquide. **[57]**

La pénétration du solvant dans le solide est généralement rapide par rapport aux autres processus. Cette étape peut donc être négligée dans le modèle cinétique global.

Il existe différents cas de libération du soluté. Celui-ci peut être sous forme solide, ce qui nécessite sa dissolution dans la phase liquide. Comme c'est un processus lent, pour qu'il soit total, il faudra attendre longtemps et disposer d'une quantité suffisante de solvant. Si le soluté est un liquide miscible au solvant, la libération sera rapide dans la mesure où le soluté est fixé sur les parois du solide inerte. Par contre, s'il est à l'intérieur de cellules végétales dont les parois sont peu perméables, la libération sera très lente. En effet, on se trouve en présence d'un phénomène de diffusion à travers une membrane qui peut s'apparenter à une dialyse. Le soluté peut être également lié chimiquement au solide. Une réaction sera alors indispensable pour rompre les liens.

La diffusion de la solution enrichie vers la surface extérieure du solide joue un rôle également important dans la cinétique de transfert de matière. La vitesse globale d'extraction devra prendre en compte les diverses vitesses de diffusion dans le solide. **[56]**

II.3.2/ Facteurs influençant le transfert :

Les phénomènes de transfert de soluté dans le solide, sont affectés par plusieurs facteurs caractérisant la matière végétale solide, le soluté et le solvant, ainsi que par les conditions opératoires.**[58]**

- ***Influence de la matière végétale solide :***

Le solide a une double influence sur le transfert de matière, l'une par sa taille, l'autre par sa structure. La taille du substrat joue un rôle déterminant dans ce procédé qui est contrôlé par le transfert interne. Réduire la taille des particules diminue la longueur de diffusion du solvant et des solutés. Cependant, si les particules sont trop petites, on peut avoir des problèmes d'imperméabilité du lit d'extraction. La matière végétale a une microstructure complexe formée de cellules, d'espaces intercellulaires, de capillaires et de pores. Sa description par les outils classiques du génie chimique n'est pas toujours aisée. On peut toutefois tenter de définir et de mesurer les caractéristiques suivantes :

- la porosité (ϱ).
- la tortuosité (τ).
- la taille et la forme des particules.
- la surface spécifique d'échange.

La porosité ϱ de la matière végétale est généralement élevée. En outre, la taille des pores n'est pas uniforme compte tenu de la complexité de la structure végétale. Elle comprend des cavités de tailles variables, d'autres éléments constitués de contours solides et un intérieur liquide ou entièrement vide. La tortuosité τ est donc très variable. De plus, elle est difficilement accessible à la mesure contrairement à la porosité.**[56]**

- ***Influence du soluté :***

Le soluté à extraire influence la diffusion par sa structure moléculaire, sa taille, sa localisation, sa répartition et ses liaisons dans la matière végétale avec d'autres composés. Il a été montré que la vitesse de diffusion diminue quand la taille moléculaire augmente. Par exemple, les vitesses d'extraction des composants hydrosolubles sont dans l'ordre décroissant suivant : acides acétiques > sucre > phénol >pectines.**[58]**

Les substances à extraire, localisées à l'intérieur des cellules, se présentent sous forme libre alors que celles qui participent à la structure sont liées à d'autres composés. Leurs concentrations varient selon les conditions climatiques de croissance, les conditions de récoltes, l'état de maturité et le conditionnement, c'est pourquoi elles varient beaucoup d'un lot à l'autre et au sein d'un même lot.

Plusieurs auteurs ont tenté de proposer des corrélations pour le coefficient de diffusion en fonction des caractéristiques du soluté.**[56]**

- ***Influence du solvant :***

Les solvants souvent utilisés sont l'eau, les alcools (méthanol, éthanol), les hydrocarbures (hexane), le CO_2 supercritique. Comme dans le cas de soluté, la taille des molécules de solvant exerce une influence sur la diffusion. Il est également question de sélectivité, afin d'extraire le maximum de soluté et le minimum des autres constituants du cytoplasme et plus généralement de la matière végétale, car il faut par la suite séparer le soluté des autres molécules extraites. Le choix d'un solvant à faible viscosité et de masse volumique peu élevée est recommandé pour faciliter la diffusion dans le solvant, l'agitation et la séparation mécanique.**[56]**

Le choix du solvant se fait selon plusieurs critères **[59]** :

- La solubilité des composants spécifiques dans le solvant.
- La régénération du solvant si celui-ci doit être réemployé. Il ne doit pas former d'azéotrope avec un des composés qu'il solubilise et sa chaleur latente doit être faible.
- La tension interfaciale et la viscosité, car le solvant doit correctement mouiller la matrice Solide.
- Non toxique, stable, non réactif, non inflammable, inoffensif pour l'environnement et peu coûteux.

Dans l'industrie alimentaire ou pharmaceutique, le choix du solvant est très important. Les normes et les règles d'hygiène et de sécurité sont très strictes. Il ne doit pas en rester dans les produits finaux ou bien les traces doivent être suffisamment insignifiantes pour être inoffensives.

- ***Influence de la température :***

L'élévation de la température augmente la solubilité et la diffusivité de la solution et réduit sa viscosité. Mais elle augmente aussi la perméabilité des parois cellulaires et donc diminue la Sélectivité. La température opératoire est limitée par les risques de dégradation thermique des produits et par la sécurité de l'installation en présence de solvants.

Par exemple, Chambers et col. **[60]**Ont étudié la cinétique d'extraction des différents solutés à partir des oranges. Ils mettent en évidence l'influence de la température sur la vitesse d'extraction mais également son implication dans la dégradation du soluté. Son augmentation facilite la diffusion. Mais il faut trouver un compromis car à température élevée (80°C), au bout d'un certain temps la cinétique décroît suite à l'altération de l'extrait. La température favorise aussi l'éclatement des cellules**[61]**, et entraîne la récupération d'un jus plus concentré contenant des éléments autre que le soluté tel que la chlorophylle.

- ***Influence de l'agitation :***

Une agitation mécanique des particules dans le solvant permet le maintien en suspension de celles-ci et l'homogénéisation du milieu. Elle a donc une grande influence sur le transfert de la matière à l'interface solide-liquide.

- ***Influence de l'humidité :***

En règle générale, les matières végétales sont séchées pour faciliter leur conditionnement et surtout leur stockage. Un surplus d'humidité peut donc détériorer le substrat. De plus, lors de l'utilisation de solvants hydrophobes, la diffusivité est inversement proportionnelle à la teneur en eau du solide. **[56]**

II.4/ Techniques Extractives :

Les procédés d'extraction sont basés sur la différence de solubilité des composés présents dans un mélange et dans un solvant. Nous nous intéressons ici à l'extraction à partir d'un système solide, la plante. Il existe plusieurs techniques d'extraction des produits à haute valeur ajoutée présents dans les plantes. Ces techniques peuvent être dites *conventionnelles* (utilisées depuis longtemps) et *nouvelles* (développées plus récemment). Les techniques conventionnelles utilisent des solvants organiques (tels que l'hexane, l'acétone, le méthanol, l'éthanol etc.) ou l'eau et se réalisent, en général, à pression atmosphérique. Les nouvelles techniques utilisent des pressions et/ou des températures élevées.**[62]**

II.4.1/ Extraction classique par agitation :

Cette technique d'extraction consiste à mettre la matière végétale en contacte avec un solvant sous agitation. Plusieurs paramètres peuvent influencer sur cette technique : la température, le pH initial d'extraction, nature de solvant, temps d'extraction et le rapport solide/solvant.**[63]**

II.4.2/ Extraction assistée par ultrason :

Les ultrasons sont des ondes sonores inaudibles par l'humain de fréquence supérieure à 16 kH. La première prise de conscience de l'existence des ultrasons fut lors des essais du premier destroyer anglais en 1894. Un phénomène nouveau, «la cavitation», fut décrit par John Thornycroft et Sydney Barnaby. Ces derniers expliquèrent que les vibrations anormales de l'hélice étaient dues à de grosses bulles engendrées par le mouvement des pales et qui implosaient sous la pression de l'eau. La forme de l'hélice fut changée mais le phénomène accompagne toujours les systèmes de propulsions rapides. Raylegh, en 1917, étudia la question et confirma l'hypothèse de ses prédécesseurs. Il décrivit le phénomène comme étant accompagné de zones à très hautes températures développant des pressions énormes lors de l'implosion des cavités. Les premières observations de l'effet de la propagation des ondes

sonores sur des réactions chimiques furent faites par Alfred Loomis en 1927. Il put constater que la cavitation peut être produite par des ondes sonores dans un milieu liquide. Les zones de décompression et compression provoquent, si elles sont suffisamment intenses, des cavités de faible taille dont l'implosion permet d'atteindre localement 5500°C. Cependant, l'utilisation des ondes sonores en chimie se développa à partir de 1980 avec l'apparition des premiers générateurs ultrasonores fiables.**[64]**

Au-delà de la sonochimie, les ultrasons sont utilisés pour d'autres applications, sonars, échographie, nettoyage, mais ils sont aussi utilisés pour l'extraction de la matière végétale tant à l'échelle laboratoire qu'à l'échelle industrielle. À faible puissance, et à forte fréquence, (1-500 Mhz) les ultrasons constituent une méthode non destructive d'évaluation de propriétés, de mesures de concentrations, de mesures de niveaux, etc. À forte puissance (100 Watts), et à faible fréquence (20-100 kHz), les ultrasons dits « de puissance » peuvent générer dans les milieux liquides un phénomène de cavitation, dont les effets sonochimiques se traduisent entre autres par des accélérations de cinétique et/ou des améliorations de rendement, notamment en ce qui concerne certaines synthèses organiques et extractions solide-liquide.**[65]**

L'usage des ultrasons en extraction peut être très intéressant sur le plan de l'augmentation des rendements et de l'accélération des cinétiques. Leur utilisation permet en effet de gagner plusieurs heures sur un processus ou même de se passer de l'énergie thermique conventionnelle.**[66]**

L‘extraction par ultrason est une alternative peu coûteuse, simple et efficace aux techniques conventionnelles d'extraction. Les principaux avantages de l'utilisation des ultrasons dans l'extraction de solide-liquide incluent :

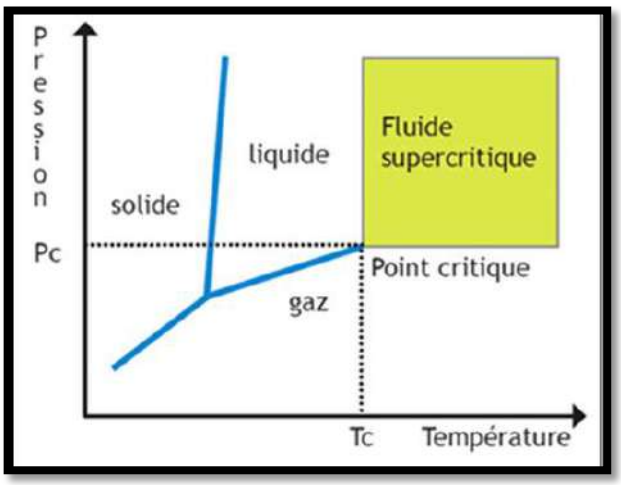
- ✓ L‘augmentation de la cinétique et du rendement d'extraction.
- ✓ Réduction de la température de fonctionnement permettant l'extraction des composés thermolabiles.
- ✓ Faible coût de l'appareillage et facilité de l’opération par comparaison à d'autres nouvelles techniques d'extraction telles que l'extraction assistée par micro-ondes.
- ✓ Possibilité d’utilisation de n'importe quel solvant ce qui permet d’intervenir dans l’extraction d‘une large variété de composés naturels. **[57]**

Cependant, l'effet de l'extraction par ultrasons sur le rendement et la cinétique d'extraction est lié à la nature de la matrice végétale. La présence d'une phase dispersée mène à l'atténuation des ondes ultrasonores et les zones actives dans l'extracteur restent à proximité de l'émetteur d'ultrasons. **[67]** Cette méthode ne permet pas de renouveler le solvant pendant le processus. L'étape limitant est la filtration et le rinçage après l'extraction.**[68]**

II.4.3/ Extraction par fluides supercritiques (ESC) :

Le développement de nouvelles technologies de séparation dans l'industrie chimique, pharmaceutique, cosmétique et alimentaire est lié aux exigences pour la protection de l'environnement, la santé publique et au besoin de minimiser la consommation énergétique des procédés. Par exemple, l'utilisation des solvants organiques pour le traitement des matières végétales est soumise à des restrictions de plus en plus fortes, en particulier depuis la mise en œuvre de la directive REACH (règlement sur l'enregistrement, l'évaluation, l'autorisation et les restrictions des substances chimiques.), visant à assurer un niveau élevé de protection de la santé humaine et de l'environnement, contre les risques que peuvent poser les produits chimiques. Ces restrictions sont particulièrement importantes dans le domaine de l'industrie alimentaire, pour laquelle il devient urgent de proposer des substances alternatives aux solvants organiques traditionnellement utilisés dans les procédés d'extraction ou de purification de la matière végétale. L'extraction par fluide supercritique et plus particulièrement par le CO_2 supercritique a été introduite comme alternative à ces procédés d'extraction par solvants.**[69]** L'utilisation de CO_2 supercritique pour l'extraction s'est développée depuis le début des années 80 et est aujourd'hui arrivée à la maturité.**[70]**

L'état supercritique est un état physique à part entière se situant proche du gaz et du liquide. Un fluide supercritique (SCF) est obtenu à haute température et à haute pression (II.3).Il possède une densité proche de celle d'un liquide et une diffusivité proche d'un gaz.**[71]**



II.3 : Diagramme de phase d'un composé quelconque. **[71]**

De nombreux composés possèdent une zone supercritique mais peu sont accessibles dans des conditions pratiques. Parmi ces composés, le CO_2 possède la zone supercritique la plus facilement atteignable. Les principales caractéristiques sont regroupées dans le Tableau II.1.

Tableau II.1 : Caractéristiques du CO_2 à son point critique.

Température critique	31,1°C
Pression critique	7,38 MPa
Densité critique	0,466 $g.ml^{-1}$
Moment dipolaire	0 Debye

La technique est fondée sur la solubilité des constituants dans le dioxyde de carbone à l'état supercritique. Grâce à cette propriété, le dioxyde de carbone permet l'extraction dans le domaine liquide (supercritique) et la séparation dans le domaine gazeux. Le dioxyde de carbone est liquéfié par refroidissement et comprimé à la pression d'extraction choisie. Il est ensuite injecté dans l'extracteur contenant le matériel végétal, puis le liquide se détend pour se convertir à l'état gazeux pour être conduit vers un séparateur où il sera séparé en extrait et en solvant.**[72]**

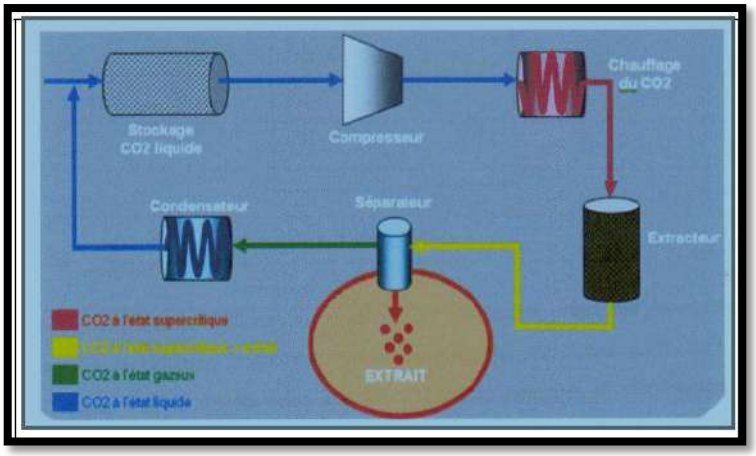


Figure II.3: Schéma du principe de la technique d'extraction par le CO_2 Supercritique.**[73]**

- **<u>Avantages et inconvénients:</u>**
  - **<u>Les avantages :</u>**

L'extraction par le CO_2 supercritique offre plusieurs avantages par rapport à l'extraction conventionnelle:

- ✓ Les propriétés de CO_2 supercritique : sa diffusivité élevée, sa viscosité faible **[27,75, 67]**et sa tension de surface faible. **[74, 67]**
- ✓ C'est un procédé flexible dans lequel il est possible de contrôler le pouvoir solvant et donc la sélectivité du fluide supercritique en modifiant les conditions de température et de pression.
- ✓ L'extraction supercritique est généralement plus rapide.
- ✓ La température critique est relativement basse (31 °C),**[76, 75, 67]**, ce qui permet d'éviter la thermodestruction éventuelle des composés, de minimiser les risques d'hydrolyse et d'isomérisation des produits. **[74]**
- ✓ Cette méthode permet d'éliminer des manipulations postérieures coûteuses de purification de l'extrait par élimination des solvants car il suffit tout simplement de baisser la pression pour éliminer le solvant, On évite aussi l'utilisation d'eau **[74]**. ou de solvants organiques polluants. C'est donc un procédé non-toxique.
- ✓ Le CO_2 est facilement disponible. Il est produit en grande quantité comme sous produit de la fermentation, combustion, la synthèse d'ammoniac etc. Il est émis dans l'atmosphère s'il n'est pas utilisé comme fluide supercritique **[74]**. Ces procédés n'ont donc pas d'impact négatif supplémentaire en tant que gaz à effet de serre. **[77]**

- **Les inconvénients :**

Les inconvénients majeurs de l'extraction supercritique concernent surtout l'aspect économique, car ces procédés sont considérés comme plus coûteux en investissement que les procédés d'extraction traditionnels **[67]** Cette technologie exige une consommation d'énergie non-négligeable pour établir les pressions et les températures pendant les différentes étapes d'extraction (extraction, séparation et recyclage du solvant).

II.4.4/ Chauffage par induction électromagnétique (EMI):

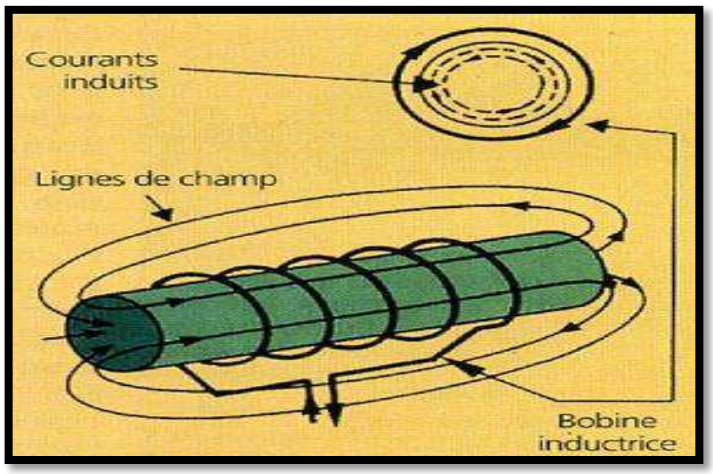
Le phénomène d'induction magnétique fut découvert par le physicien anglais Mickael Faraday en 1831.C'est dans les années 1900 que l'on commence à utiliser l'induction comme procédé de chauffage des pièces en métal, mais il est très limité à cause des faibles puissances disponibles. En 1922, l'avènement des générateurs dynamiques le rend plus efficace et des études scientifiques sur le chauffage par induction montrent que l'on peut chauffer différentes parties d'une pièce sans chauffer les autres en jouant sur la fréquence, la puissance ainsi que les paramètres matériaux tels que la résistivité électrique et la perméabilité magnétique relative. Aujourd'hui, le chauffage par induction est un procédé industriel bien maitrisé dans un grand nombre de domaines, tels que la fonderie, le soudage ou le durcissement. **[78]**

II.4.4.1/ Principe :

Le chauffage par induction est une application directe à la fois de la loi de l'induction, la loi de Lenz et de l'effet Joule: par un dispositif approprié appelé "inducteur" (II), on champ magnétique alternatif, donc variable. Tout conducteur parcouru par un courant crée un champ magnétique dont l'intensité est proportionnelle à celle du courant.

Conformément à la loi de Lenz, toute substance conductrice d'électricité, si elle se trouve dans ce champ magnétique variable, est le siège de forces électromotrices d'induction, donc de courants induits.

A leur tour, ces courants induits appelés courants de Foucault, dissipent de la chaleur par effet Joule dans la substance même où ils ont pris naissance. **[79]**



II.4 : Principe de chauffage par induction.**[80]**

Le chauffage par induction met en jeu trois phénomènes physiques successifs :

- Transfert d'énergie de l'inducteur au corps à chauffer par voie électromagnétique.
- Transformation en chaleur dans le corps de l'énergie par effet Joule.
- Transmission de la chaleur par conduction, convection et rayonnement thermique.

Les caractéristiques essentielles du chauffage par induction sont :

- La création de la chaleur au sein même du matériau à chauffer.
- La faible inertie thermique (souplesse) par rapport au chauffage avec un four électrique classique par exemple.
- Rapidité de chauffage. **[79]**

II.4.4.2/ Les équipements :

Les installations de chauffage par induction comprennent généralement :

- Un ou plusieurs inducteurs de chauffage.
- Une source à basse ou moyenne fréquence associant un convertisseur de fréquence (générateur ou onduleur) a un coffret d'adaptation et de compensation par batterie de condensateur (circuit RLC).
- Un système de refroidissement par eau de la source de puissance, du coffret d'adaptation et de l'inducteur.
- Un système de manutention des pièces a chauffé.
- Eventuellement un ensemble de commande-contrôle de l'installation.**[81]**

II.4.4.3 Les avantages et les limites de l'EMI:

❖ **Les avantages :**

L'induction électromagnétique présente quelques avantages, dont on cite :

- Rapidité de chauffage liée à la possibilité d'obtenir des densités de puissance très élevées.
- Localisation précise de l'effet thermique grâce à une conception d'inducteur et une fréquence de fonctionnement adaptée à la pièce à chauffer.
- Possibilité de chauffer à des températures très élevées avec un rendement pratiquement indépendant de la température.**[82, 83]**
- De meilleures conditions de travail sans saleté ni fumée par rapport aux installations traditionnelles de chauffage.**[84]**

❖ **Les limites :**

- Le cout du convertisseur de fréquence est une limite à de nombreuses applications potentielles.
- Lors de mauvaises manipulations, d'autres objets peuvent être involontairement chauffés.
- Des champs électromagnétiques peuvent apparaitre ce qui peut alors perturber l'environnement.**[85]**

Le procédé de chauffage par induction est de plus en plus utilisé et ceci de manière croissante dans les milieux industriels pour la préchauffe de pièces avant mise en forme à chaud (forgeage, matriçage, laminage, brasage), pour les traitements thermiques (trempe) ou encore pour des opérations de soudure entre pièces métalliques.

Les applications de l'induction concernent plus particulièrement le domaine de la chimie fine. Il s'agit de produits de base de la chimie organique, de la pharmacie, du cosmétique et de la parachimie. On peut citer :

- L'industrie chimique de base avec, par exemple, la fabrication de colorants ou de pigments.
- La fabrication de produits agrochimiques, de peintures, de vernis.
- La fabrication de produits pharmaceutiques de base et de médicaments.
- La fabrication de savons, de parfums, de produits d'entretien.
- La fabrication de produits chimiques divers comme les colles et les gélatines, les huiles essentielles, les produits photographiques, les supports de données, etc.

- La recherche de l'augmentation des débits de production, de l'automatisation, de la reproductibilité, de la qualité des produits, constituent des critères de choix du chauffage par induction.**[80]**

II.5/ Conclusion :

Les industriels utilisent les extraits végétaux pour la fabrication des produits à des intérêts agroalimentaire, pharmaceutique, cosmétique…etc. L'extraction des molécules issus du matériel végétal par les techniques conventionnelles se révèle être une étape souvent délicate et très longue qui nécessite une consommation importante du solvant, cela a pour conséquence d'engendre des dégradations des matières végétale traitées et de diminuer le rendement d'extraction. C'est pour ça la recherche dans le domaine de l'extraction solide-liquide d'origine végétale continue le développement pour atteindre des procédés alternatifs plus efficaces en termes de réduction du temps d'extraction, de rendement ou de sélectivité.

Bibliographie :

[47] : R. POIROTE, *"Méthodologie pour le passage en continu d'extraction de soluté à partir de matière végétale "*, thèse doctorat, Laboratoire de génie chimique de Toulouse et plantes &Industrie, pierre Fabre, de Gaillac, (2007).

[48] : http://www.berkem.com/content/tout-sur-l-extraction-vegetale-15 (dernière consultation septembre 2013).

[49] : M. LAWRENCE BRIAN, *"Essential oils: from agriculture to chemistry"*, the international Journal of Aromatherapy., Vol.10 (2000), pp 82-98.

[50] : A.E ROSE,*" Technique of organic chemistry"*, Vol. IV Distillation, 2nd Edition by John Wiley and sons, New York, 1965.

[51] : D. CRISTEA, Thèse de doctorat nº 2035, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2003.

[52] : C. TOURBE, Le secret du bleu Maya. Science et avenir : 90. 1996.

[53] : L.A. JOHNSON, E.W .LUSAS, *"Comparison of alternative solvents for oils extraction"*, JAOCS, 60(2):229-242, 1983.

[54] : M.FONTANILLE, Y.GNANOU, *"Chimie et physico-chimie des polymères"*, chapitre 1: Introduction, DUNOD, Paris, 2002, pp 1-12.

[55] : E. CHIELLINI, A. CHITOSAN, *" versatile semi-synthetic polymer in biomedical Applications"*, Progress in Polymer Science 36 (2011) 981–1014.

[56] : J. LESBROS, P. FREMEAUX, *" extraction solide-liquide - aspects théoriques"*, Techniques de l'ingénieur (traité génie des procédé), j 2780.

[57] : BOUTHAINA BEN AMOR, *" maitrise de l'aptitude technologique de la matière végétale dans les opérations d'extraction de principes actifs ; texturation par détente instantanée contrôlée dic "*, thèse doctorat, Janvier 2008, pp 4- 13- 23-28.

[58] : A. LALOU, *"Mise au point d'un procédé d'extraction des hémicelluloses à partir d'un substrat végétal lingo-cellulosique : application au cas des coques de tournesol"*, Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 1995.

[59] : J.M AGUILERA,*" Solid-liquid extraction. Food Sciences and Technology"*, 128, 2003, pp 35 -55.

[60] : C. CHAMBERS, K. EXAUDI-LARSEN, and W. PRICE, *"Aqueous extraction of solutes from oranges: a kinetic study. Food Chemistry"*, 1996, 57 (4), pp 483- 486.

[61] : R. WONGKITTIPONG, L. PRAT, S. DAMRONGLERD, C. GOURDON, *" Solid liquid extraction of and rographolide from plants experimental study, kinetic reaction and model. Separation and Purification Technology"*, 2004, 4, pp 147-154.

[62] : M.D. LUQUE, L.E. GARCIA –AYUSO, *"soxhlet extraction of solid materials: an out dated technique with a promising innovative future"*, AnalyticachimicaActa 369(1998)1-10.

[63] : WANG JIANHUA et al, *"Studies on the extracting technical conditions of inulin from Jerusalem artichoke tubers"*, Journal of Food Engineering 79 (2007) 1087–1093.

[64] : K. SUSLICK, *" Les effets chimiques des ultrasons"*, Pour la science, 138 : 88-93, (1989).

[65] : C. HAUNOLD, *"Extraction de pyréthrines : analyse du procédé discontinu et de l'influence des ultrasons, modélisation et mise en œuvre d'un procédé continu"*, Thèse INP Toulouse, 1991.

[66] : G. VILAREM, F. PERINEAU, A. GASET, *"Exploitation of the molecular potential of plants: Equisetum arvense (Equisetaceae) "*, Econo-micBotany46 (1992), (4): 401-7.

[67] : L. WANG and C. L. WALLER, *"Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants, Trends in Food Science & Technology"*, 17 (2006), pp 300 – 312.

[68] : L. DANIEL SKI, L. M.A.S. CAMPOS, L. F.V. BRESCIANI, H. HENSE, R. A. YUNES and S. R.S. *"Ferreira, Marigold (Calendula officinalis L.) Oleoresin: Solubility in SC-CO2 and composition profile, Chemical Engineering and Processing"*, 2006, pp 99–106, 46 (2).

[69] : B. YEPEZ, M. ESPINOSA, S. LOPEZ AND G. BOLAÑOS, *"Producing antioxidant fractions from herbaceous matrices by supercritical fluid extraction, Fluid Phase Equilibria"*, 2002, pp: 879–884,194–197.

[70] : http://www.airliquide.com/fr/industrie-pharmaceutique-cosmetique-chimie-fine.html (dernière consultation septembre 2013).

[71] : MATHIEU MAZZA, *"Modification chimique de la cellulose en milieu liquide ionique et CO 2 supercritique"*, thèse de doctorat de l'université de TOULOUSE, Institut Nationale Polytechnique de Toulouse, pp 40-41.

[72] : M. C. MARTINI, M. SEILLER, Editions Tec & Doc, *"Editions médicales internationales Paris. Lavoisier"*, 1999, p 563.

[73] : S.M. POURMORTAZAVI & S.S. HAJIMIRSADEGHI, *"supercritical fluid extraction in plant essential and volatil oil analysis "*, Journal of chromatography A*"*, 2007, 1162, 2-24.

[75]: TONY CLIFFORD, *"Fundamentals of Supercritical Fluids"*, Oxford University Press, New York 1989.

[74]: N. L. ROZZI, W. PHIPPEN, J. E. SIMON and R. K. SINGH, *"Supercritical Fluid Extraction of Essential Oil Components from Lemon-Scented Botanicals, Lebensm.-Wiss. U.-Technol"*, 2002, pp 319 –324, 35.

[76] : E. REVERCHON and I. DE MARCO, *"Supercritical fluid extraction and fractionation of natural matter, J. of Supercritical Fluids"*, 38 (2006), 146 – 166.

[77] : M.A. RIBEIRO, M.G. BERNARDO-GIL and M.M. ESQUIVEL., *" Melissa officinalis, L.: study of antioxidant activity in supercritical residues, Journal of Supercritical Fluids"*, 21 (2001), pp 51 –60.

[78] : V. RUDNEV, D. LOVELESS, R. COOK ET M. BLACK, *"Handbook of induction heating. Ohio: ASM International"*, 2003, p 796.

[79] : M. SVEN WANSER**,** *"Simulation des phénomènes de chauffage par induction Application à la trempe superficielle"*, thèse doctorat l'école centrale de Lyon, 7 février 1995.

[80] :. S. SALFATI, *"le vecteur énergétique de la chimie nouvelle"*. Informations chimie No.384, 1996, P 44.

[81] : DAVID CARDINAUX, *"étude et modélisation numérique 3d par éléments finis d'un procède de traitement thermique de tôles embouties âpres chauffage par induction : application a un renfort de pied central automobile"*, (thèse doctorat) ,7 Novembre 2008, pp 11.

[82] : H. BLEUVIN, *"Analyse par la méthode des éléments finis des phénomènes magnétothermiques. Application aux systèmes de chauffage par induction"*, Thèse de Docteur-Ingénieur, INPG, 1984.

[83]: F. BAY, V. LABBÉ, Y. FAVENNEC, J. L. CHENOT, *" A numerical model for induction heating processes coupling electromagnetism and thermomechanics"*, submitted to International Journal for Numerical Methods in Engineering, 2001.

[84] : http://fr.wikipedia.org/wiki/Chauffage_par_induction (dernière consultation septembre 2013).

[85] : http://www.ipa-web.com/ExposiumCms sites/partage556010/Tempantiox-Ipa-2010.pdf (dernière consultation septembre 2013).

III/ Matériels et méthodes

III.1/ Introduction :

Ces dernières années, avec les développements technologiques, l'industrie chimique est toujours à la recherche de nouvelles technologies d'extraction des principes actifs végétaux, plus efficace en termes de productivité, rendement et sélectivité.

Les avancées technologiques ont fait naitre des applications encore plus spécifique comme le chauffage par induction électromagnétique dans les procédés de synthèse chimique ou bien de traitement technique des solides , toutes visent une performance accrue, un meilleur respect de l'environnement et une diminution de facteur énergétique.**[86]**

Notre étude expérimentale consiste d'une part à optimiser les paramètres d'extraction d'inuline à partir des artichauts, en utilisant deux modes de chauffage : chauffage classique et chauffage par induction électromagnétique. Et d'autre part, à évaluer la quantité d'inuline présente dans les trois parties de la fleur d'artichaut : les tiges, les akènes et les bractées.

Pour ce faire, notre travail se subdivise en trois grandes parties :

- Optimisation d'extraction d'inuline par chauffage classique : dans cette partie, on s'intéresse à la détermination des conditions opératoires optimales d'extraction (la température, le pH et le temps de contact entre la matière végétale et le solvant d'extraction)
- Isolation d'inuline par induction électromagnétique qui est considérée comme un nouveau procédé d'extraction. Après l'optimisation, on procèdera à l'extraction de ce polysaccharide à partir des trois parties d'artichauts obtenus de deux régions différentes : les artichauts de Médéa et celles de Mostaganem.
- Une caractérisation physico-chimique de la substance extraite.

III.2/ Préparation et conservation des artichauts (la matière végétale):

L'artichaut *(Cynara scolymus L.)* est une plante potagère dont on consomme le bourgeon floral (ou capitule). Il appartient à la grande famille des astéracées (ou composées) qui comprend une multitude d'espèces, dont plusieurs sont utilisées comme aliments ou comme plantes médicinales : pissenlit, laitue, chicorée, bardane, centaurée, salsifis, scorsonère, tanaisie, armoise, chardon-Marie, achillée, camomille, arnica, etc.**[87]**

L'artichaut est originaire du bassin méditerranéen et de la zone allant de l'Irak jusqu'en Afrique du Nord, les deux premiers pays producteurs sont naturellement l'Italie (60% du volume européen) et l'Espagne (27%), la France se situe au troisième rang au niveau européen (8ème au niveau mondial), en réalisant seulement 7% de ce volume.**[88]**



Figure III.1: Les artichauts *(Cynara scolymus L).*

Les parties comestibles de l'artichaut renferment une grande variété d'antioxydants, tels que certains composés phénoliques (acide chlorogénique, narirutine, apigénine-7-rutinoside, cynarine) et des anthocyanines (cyanidine, peonidine, delphinidine). La silymarine, un autre antioxydant de l'artichaut, pourrait contribuer à la prévention et potentiellement au traitement spécifique du cancer.

Tableau III.1 : Composition nutritionnelle des artichauts.**[89]**

Composition	Quantité	Composition	Quantité
Energie - Calories	44.4 kcal	- Cuivre	0.075 mg
- Protéines	2.8 g	- Zinc	0.49 mg
- Glucides	4.92 g	- Sélénium	0 µg
- Sucres	1.44 g	- Iode	1.63 µg
- Amidon	0.6 g	Vitamines	
- Lipides	0.2 g	- Vitamine A - Beta-Carotène	72 µg
- Acide Gras saturés	0.043 g	- Vitamine A - Rétinol	0 µg
- Acide Gras monoinsaturés	0.0075 g	- Vitamine D	0 µg
- Acide Gras polyinsaturés	0.072 g	- Vitamine E	0.21 mg
- Alcool	0 g	- Vitamine K	-
- Eau	85.2 g	- Vitamine C	10.3 mg
- Minéraux		- Vitamine B1	0.0907 mg
- Magnésium	29.5 mg	- Vitamine B2	0.0587 mg
- Phosphore	49.2 mg	- Vitamine B3	0.999 mg
- Potassium	380 mg	- Vitamine B5	0.316
- Calcium	39 mg	- Vitamine B6	0.062 mg
- Manganèse	0.2 mg	- Vitamine B9	68 µg
- Fer	0.72 mg	- Vitamine B12	0 µg

Les artichauts contiennent entre 0.1 et 1% de flavonoïdes tel que Glycosides de flavones, les huiles volatiles (Sesqui terpènes b-caryophyllène, sélinène, l'eugénol, phénylacétaldéhyde, decanal, oct-1-ène-3- un, hex-1-en-3-one, et non- trans-2-enal). Et d'autres constituants phytostérols (taraxastérol et b-taraxastérol), tannins, l'acide glycolique et l'acide glycérique, de sucres, de l'inuline, des enzymes compris les peroxydases.**[90]** (Tableau III.1)

Toute opération d'extraction solide-liquide est précédée d'une ou plusieurs opérations de prétraitement. Les opérations extractives peuvent, suivant les cas, se dérouler soit sur du matériel végétal frais, soit sur des plantes sèches.

Dans notre travail, les trois parties d'une fleur d'artichaut (les tiges, les bractées et les akènes) ont été isolées, séparées et lavées plusieurs fois par l'eau, (**Figure III.2**) puis sécher dans l'étuve à 55°C pendant 48h. Après le séchage, la matière végétale à subit un broyage

dans un moulin à céréale de type domestique afin d'avoir des particules de taille comprise entre 0.63 et 1.25 mm. La matière végétale obtenue est conservée dans des flacons en verre pour usage ultérieur figure III-3 .

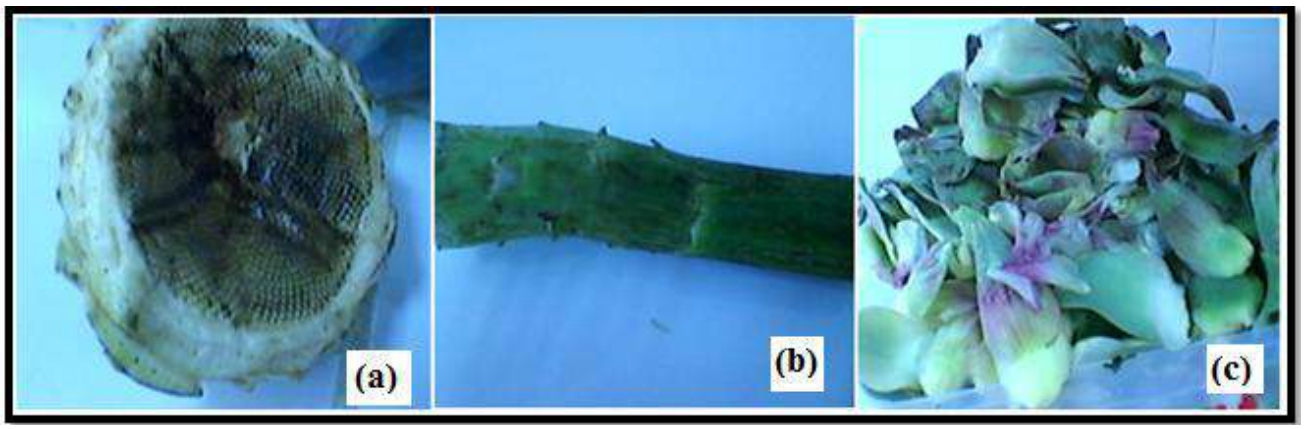


Figure III.2: schéma représentant les trois parties frais d'une plante d'artichaut, (a) : les akènes, (b) la tige et (c) les bractées.



Figure III.3: Schéma représentant les trois parties d'une plante d'artichaut après broyage, (a) : les akènes, (b) la tige et (c) les bractées.

- **Détermination de taux d'humidité (la teneur en eau) (H ٪):**

Le taux d'Humidité des espèces végétales est déterminé selon la pharmacopée européenne à partir d'une masse de matière végétale (M_0) introduite dans un Creuset en porcelaine taré, puis séchée dans une étuve à 105°C jusqu'à l'obtention d'un poids constant. La différence entre les deux masses pesées M_0 et M représente la quantité d'eau contenue initialement dans l'échantillon étudié.

Le taux d'Humidité est donné par l'expression:**[91]**

$$\mathbf{H\ (\%) = \left[\frac{M0-M}{M0}\right] * 100} \quad \text{…. ……..……..……..……..……..…….. (1)}$$

Tel que :

H (%) : le taux d'Humidité.

$\boldsymbol{M_0}$ **:** La masse de l'échantillon à l'état frais en g.

M : La masse de l'échantillon après le séchage en g.

Dans notre travail on détermine le taux d'humidité des trois parties consécutives de plante d'artichaut (les tiges, les akènes et les bractées), les valeurs numériques sont indiquées dans les annexes 1, 2 et 3.

Tableau III.2 : Les valeurs du taux d'humidité en (%).

	bractées	**tiges**	**akènes**
H(%)	81.81	89.57	86.35

Les figures III-4 et III-5 visualisent la variation de la masse végétale en fonction du temps. Nous remarquons que plus le temps de séchage augmente, plus la masse diminue jusqu'à une masse constante. Le tableau III-3 présente le taux d'humidité final calculé.

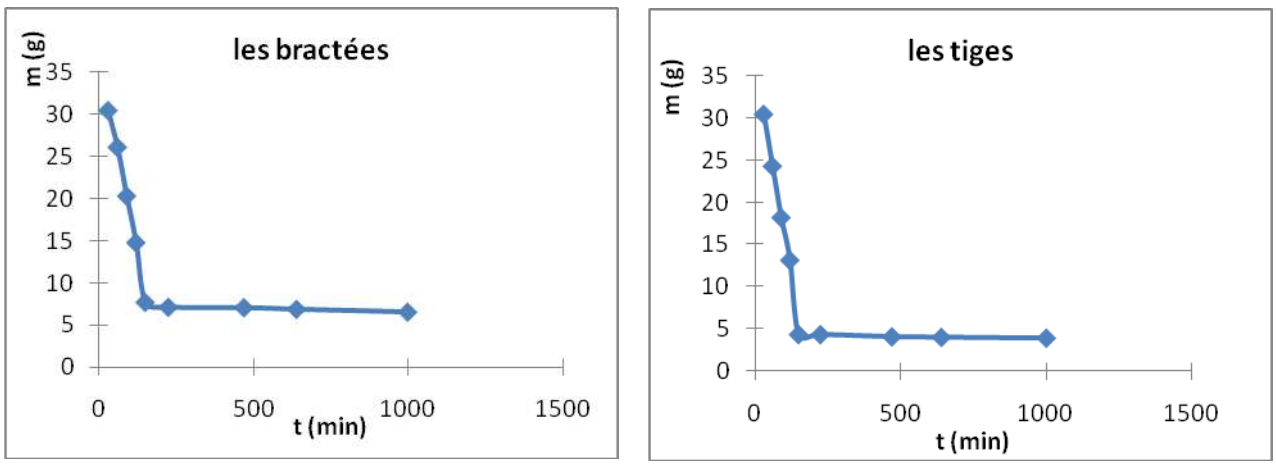


Figure III.4 : Variation de la masse de la matière végétale en fonction de temps de séchage.

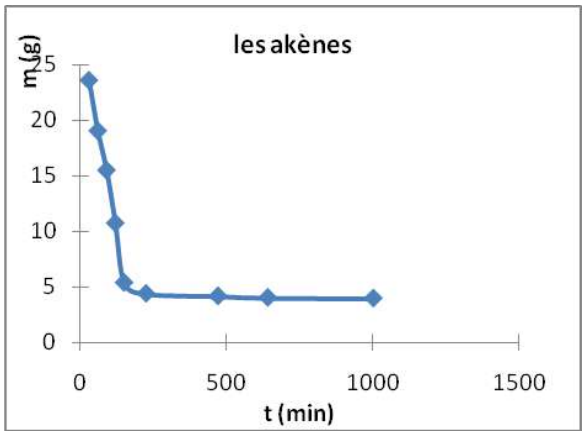


Figure III.5: Variation de la masse de la matière végétale en fonction de temps de séchage (dans les akènes) .

III.3/ Extraction de l'inuline :

III.3.1/ Optimisation d'extraction d'inuline par chauffage classique :

III.3.1.1/ ***Matériels et produits utilisés :***

Tableau III.3 : Matériels et produits utilisés lors de l'extraction d'inuline.

Matériels	Réactifs et solvant		
	Nom	Pureté(٪)	M (g/mol)
- Agitateur/ plaque chauffante - Pompe à vide, entonnoir Büchner - Plaque d'induction électromagnétique - Centrifugeuse - Balance. - pH-mètre. - Thermomètres. - Barreaux magnétiques - Chronomètres. - Verres de montre. - Eprouvettes graduées (50ml ou 100ml). - Erlenmeyer de 250ml.	- Sulfate de Magnésium ($MgSO_4$). - Hydroxyde de calcium $Ca(OH)_2$ -Hydroxyde de sodium (NaOH) - Acide chlorhydrique (HCl). - Ethanol (C_2H_5OH).	99 97 97 37 96	120,37 74,09 40,00 34.46 46.07

*III.3.1.2/ **Protocole d'extraction :***

L'obtention d'inuline à partir des artichauts passe par quatre étapes principales :

- **Extraction à partir de la matrice végétale :** lors de cette étape, une quantité de la matière végétale est immergée dans l'eau chaude de température bien déterminée. La température et le temps de contact matière végétale/ eau distillée ainsi que le pH sont considérés comme paramètres d'optimisation, à la fin de cette étape une filtration est effectuée et le filtrat est récupéré pour les étapes ultérieures (Figure III.6).

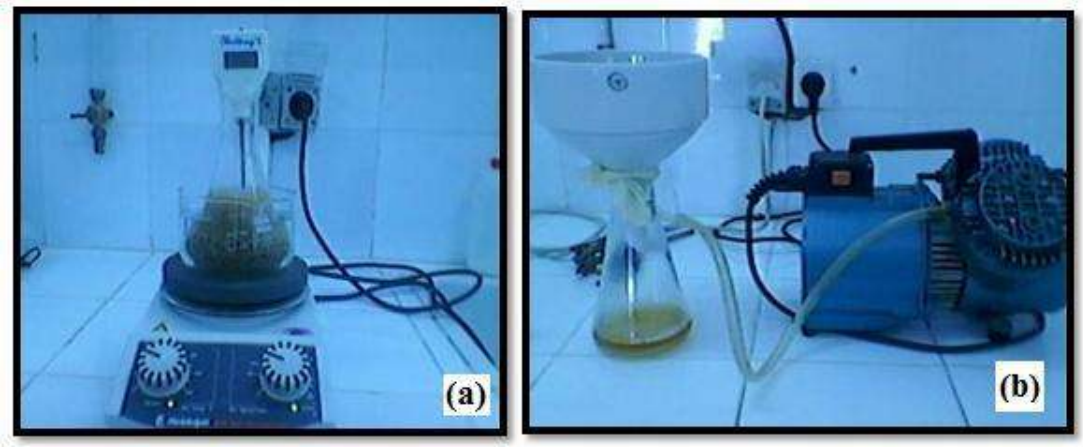


Figure III.6 : Montage (a) de chauffage classique, (b) : filtration sous vide.

- **Clarification du filtrat :** l'extrait obtenu à partir de la 1ère étape contient de l'inuline solubilisée et d'autres constituants de la cellule végétale telles que la chlorophylle, les tanins, les flavonoïdes. Pour éliminer ces colorants, on possède à une clarification de 2 heurs en utilisant l'hydroxyde de calcium et le sulfate de magnésium, une 2ème clarification de 15 min est effectuée.
- **Précipitation d'inuline :** la solution obtenue contient de l'inuline solubilisée, pour récupérer cette dernière sous forme solide, on fait une précipitation avec l'éthanol (Figure III.7).



Figure III.7: Montage de précipitation d'inuline.

- **Récupération d'inuline :** lors de cette étape on fait une précipitation de notre polysaccharide par centrifugation puis récupération du culot (figure III-8)

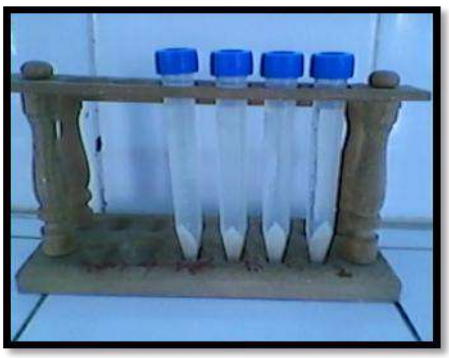


Figure III.8: Solution contenant l'inuline après précipitation.

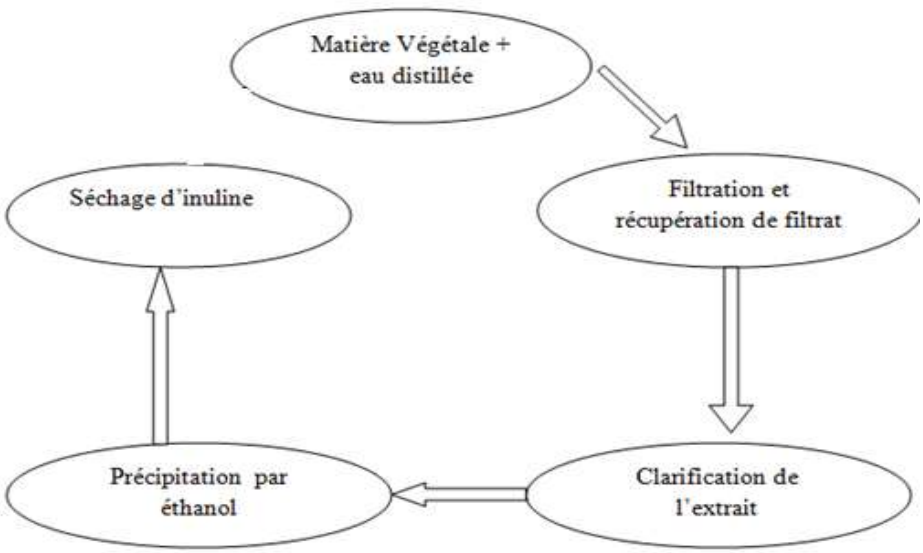


Figure III.9: Protocole d'extraction d'inuline.

*III.3.1.3/ **Influence de la température***

Le but de cette partie c'est l'étude de l'influence de la température sur le rendement d'inuline extraite, tout en gardant un pH constant et un temps d'agitation d'une heure. Les valeurs de températures sélectionnées appartiennent à un intervalle compris entre 50 et 90°C, les expériences sont effectuées sur les bractées de Médéa et de Mostaganem.

Calcul du rendement (R):

Le rendement d'une extraction est calculé comme étant le rapport entre la masse de l'inuline extrait et la masse de la matière première végétale traitée, il est exprimé en pourcentage et représenté par la formule suivante :

$$\mathbf{R} = \left[\frac{\mathbf{M_{in}}}{\mathbf{M_{mv}}}\right] \times \mathbf{100} \quad \text{…….....(2)}$$

R : rendement de l'extraction en(%).

$\mathbf{M_{in}}$ **:** masse de l'inuline extraite en (g).

$\mathbf{M_{mv}}$ **:** masse de la matière végétale utilisée au début de l'extraction en (g).

La température est l'un des paramètres les plus importants dans l'extraction car elle influe d'une manière directe sur le rendement d'opération. Une augmentation de la température induit une diminution de la viscosité des solvants et par conséquent une meilleure diffusion de celui-ci dans les parties interne de la matrice.

L'augmentation de la température à l'intérieur des cellules végétales provoque par conséquence une augmentation de la pression à l'intérieur des cellules. Sous l'effet de la pression, les parois et membres cellulaires se désintègrent libérant ainsi le contenu cellulaire vers l'extérieur du tissu biologique.

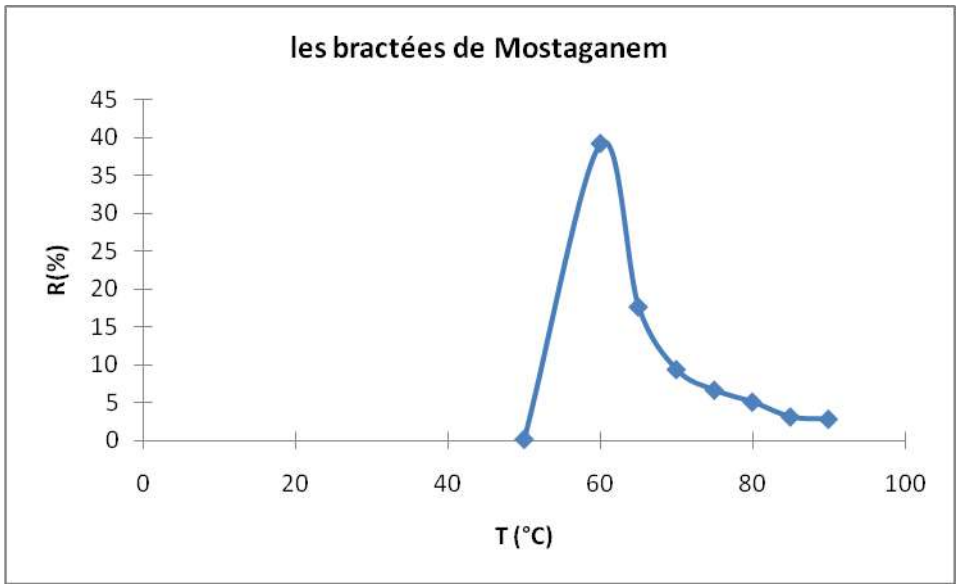


Figure III.10 : Evolution de rendement d'extraction d'inuline en fonction de température pour les bractées de Mostaganem.

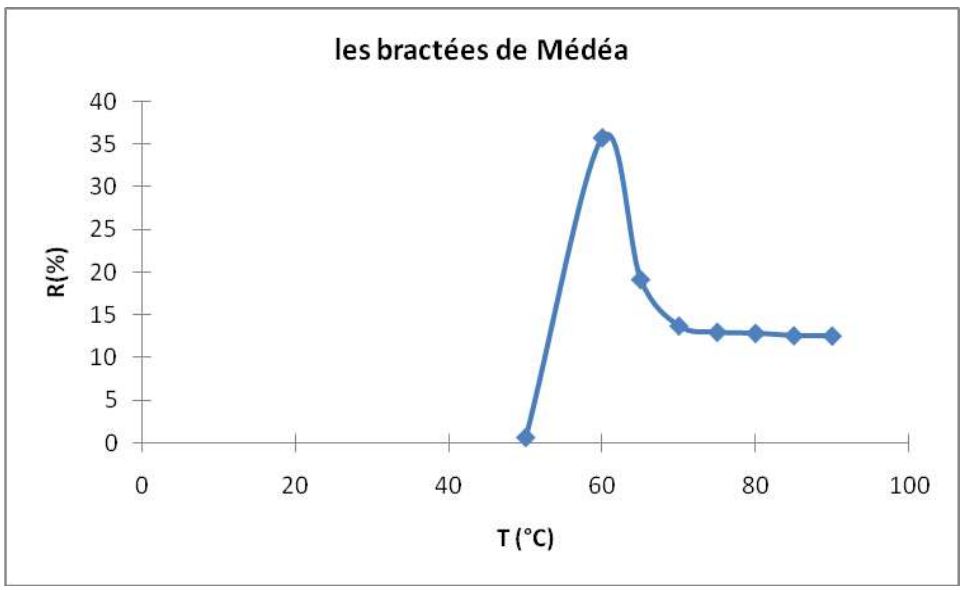


Figure III.11 : Evolution de rendement d'extraction d'inuline en fonction de température pour les bractées de Médéa.

A partir des Figures III.10 et III.11, on remarque que la quantité d'inuline extraite à une température de 50°C est pratiquement négligeable, ce rendement d'extraction augmente avec l'augmentation de la température, jusqu'à ce qu'on arrive à un optimum de 35.75% pour les bractées de Médéa et 39.15% pour les bractées de Mostaganem à une température de 60°C. Pour des températures élevées [70-90] °C, il ya une grande diminution dans le rendement d'extraction de l'inuline, cela signifié un risque de dégradation de l'inuline extraite à haut température (Figure III.10, Figure III.11). Donc, on constate que la

température optimale adéquate qui donne un meilleur rendement est égale à 60 °C pour les bractées des deux régions.

*III.3.1.4/ **Influence de temps d'agitation :***

Au cours de cette partie, on garde la valeur de température obtenue dans l'étude précédente (T= 60°C) et on varié les valeurs de temps d'agitation entre 20 et 140 min avec un pas de 20 min. les résultats obtenus sont schématisés dans les Figures III.12, III.13.

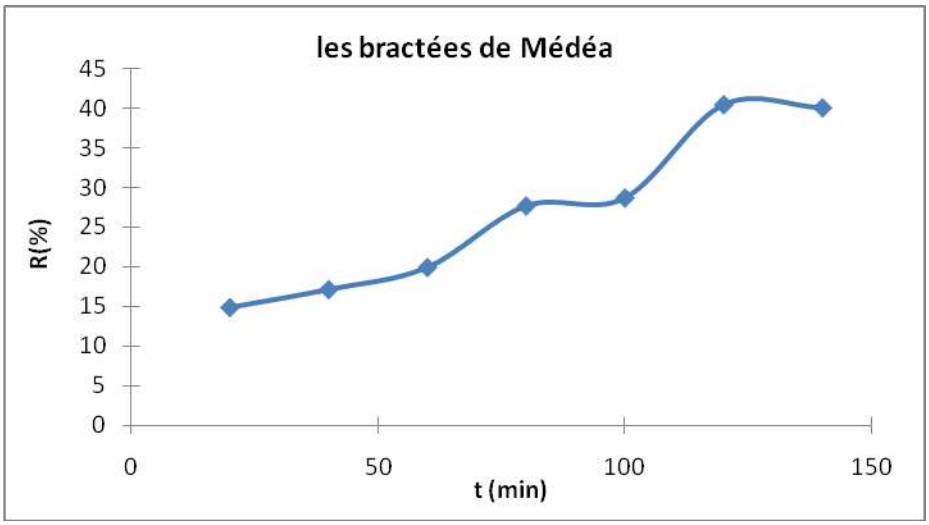


Figure III.12 : Variation de rendement d'extraction d'inuline en fonction de temps d'extraction (bractées de Médéa).

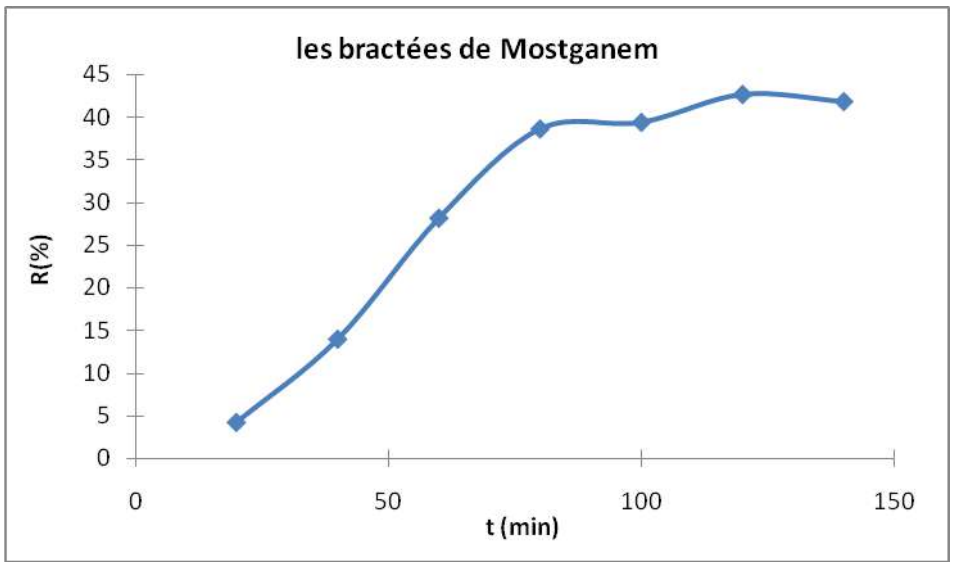


Figure III.13 : Variation de rendement d'extraction d'inuline en fonction de temps d'extraction (bractées de Mostaganem).

A partir des deux graphes, on remarque que le temps d'agitation à une influence positive sur le rendement d'extraction de l'inuline, plus le temps d'agitation augmente plus le contact entre la matière végétale et le solvant augmente, donc les cellules végétales libèrent tous leurs contenus cellulaire. A partir de valeurs obtenues, on a trouvé que le temps d'extraction optimal est égal à 2h avec un rendement de l'ordre de 40.45% pour les bractées de Médéa et de l'ordre de 42.68% pour les bractées de Mostaganem. À des périodes d'extraction supérieure à 2h, on remarque le début de diminution de la quantité d'inuline extraite, cela est revient peut être à la dégradation des longue chaines d'inuline en FOS.

*III.3.1.5/ **Effet de pH :***

Lors de cette partie, on fixe les deux valeurs optimale de température et de temps d'extraction (T= 60°C, t= 2h), et on varié le pH entre 5 et 10.

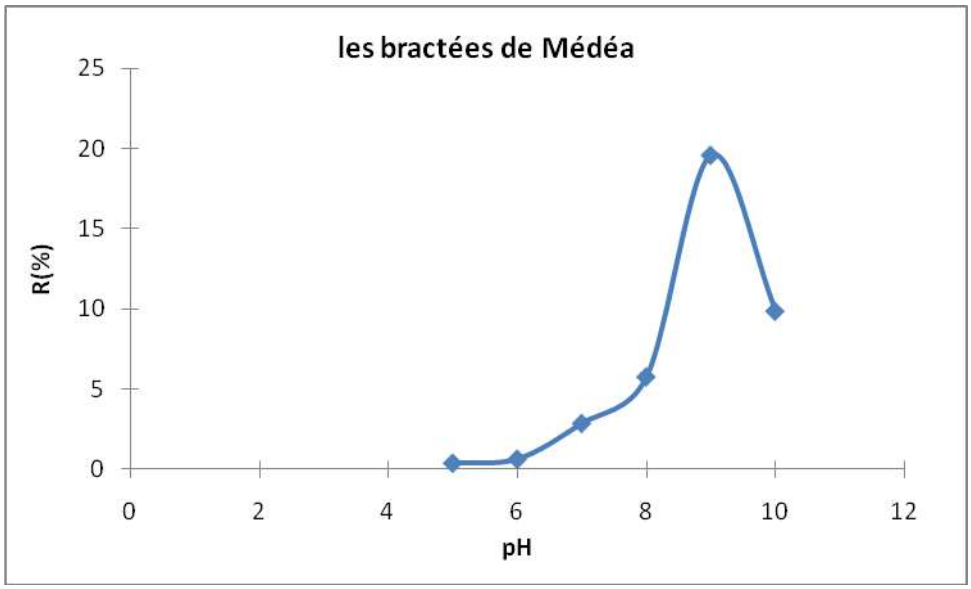


Figure III.14 : Variation de rendement d'extraction d'inuline en fonction de pH (bractées de Médéa).

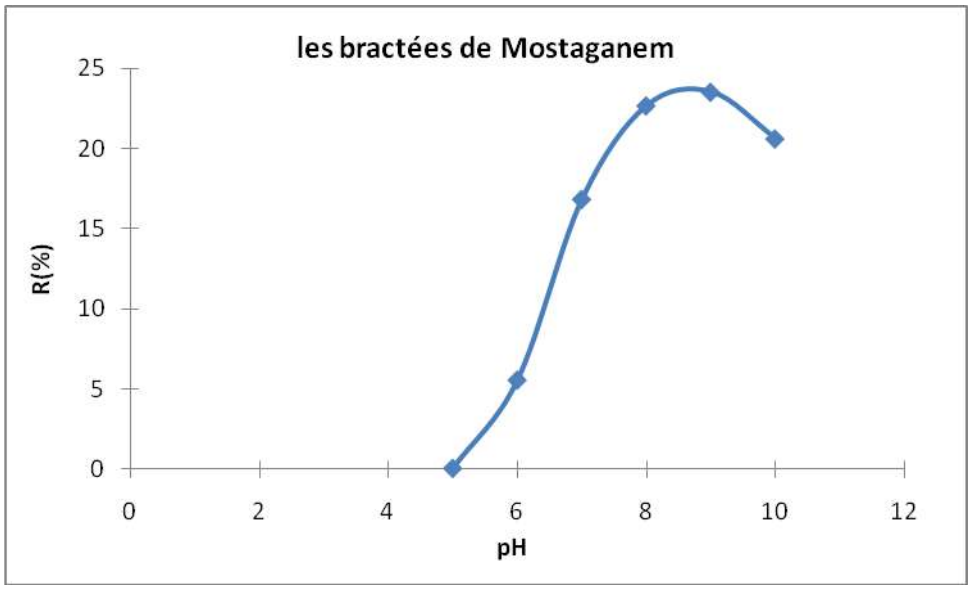


Figure III.15: Variation de rendement d'extraction d'inuline en fonction de pH (bractées de Mostaganem).

A partir des figures III.14 et III.15, on trouve qu'à des pH acides, la quantité d'inuline extraite est très faible, cela revient à l'hydrolyse des chaines polysaccharidiques suite à la rupture des liaisons glucosidiques β (1-2), tandis que le rendement augment à pH neutre jusqu'à un pH basique (pH=9), qui correspondent un rendement maximale de l'inuline. Donc l'extraction de l'inuline se fait dans un milieu alcalin.

Les conditions optimales trouvées lors de cette partie (T = 60°C, t = 2h et pH = 9) vont être utilisé dans les études ultérieures.

III.3.1.6/ Etude comparative entre les artichauts des deux régions :

Dans ce paragraphe, on fait une comparaison entre la quantité d'inuline extraite à partir des différentes parties d'artichauts des deux régions (tiges, bractées et akènes).

Tableau III.4 : Etude comparative entre les artichauts des deux régions.

R(%)	Bractées	Tiges	Akènes
Médéa	19.6	16.41	**37.23**
Mostaganem	23.51	21.98	**38.68**

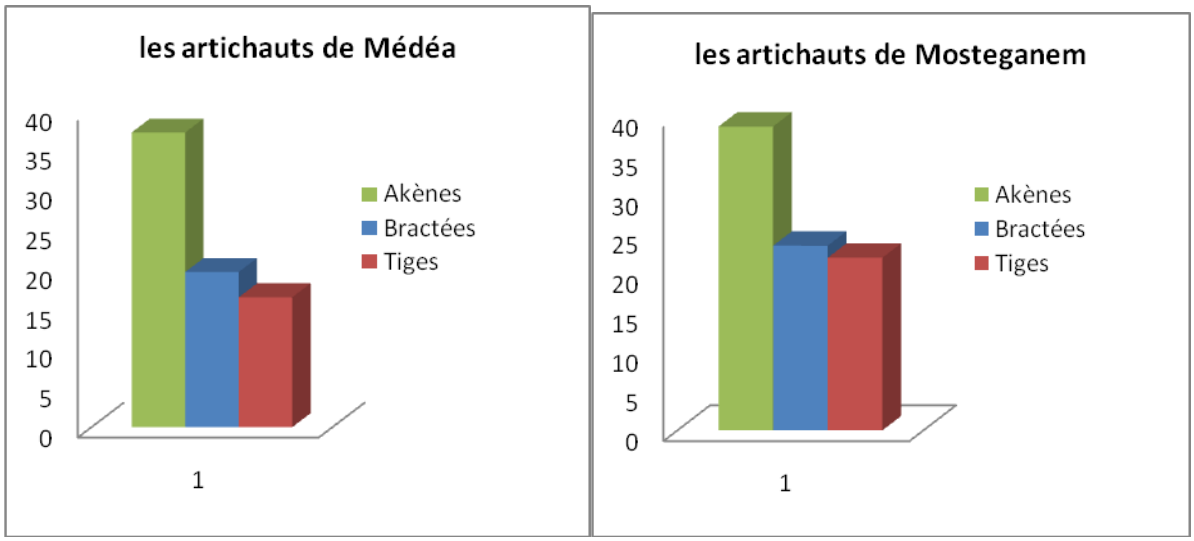


Figure III.16 : Représentation graphique du rendement d'extraction d'inuline par chauffage classique.

A partir du Tableau III.4 , on constate que les trois parties d'artichauts contiennent de l'inuline, mais les akènes est la partie la plus riche. Cela n'empêche pas qu'on peut dans l'avenir valoriser les bractées et les tiges d'artichauts dans l'extraction d'inuline au lieu de les considérer comme déchets domestiques. Concernant la comparaison des artichauts des deux régions, on trouve qu'il n'existe pas une différence significative (1% pour les akènes, 3.91% pour les bractées et 6.47% pour les tiges), les valeurs obtenues sont très proches.

III.3.2/ Extraction assistée par induction électromagnétique :

L'extraction de l'inuline à partir de l'artichaut par l'extraction assistée par induction électromagnétique est subit le même protocole d'extraction que la méthode classique et sur les même conditions optimales trouvées préalablement, mais cette fois-ci nous avons utilisé la plaque chauffante à induction électromagnétique comme moyen de chauffage alternative.

L'extraction de l'inuline subit sur les trois partie de l'artichaut (bractée, tige, akène) et sur les deux régions, l'artichaut de Médéa et de Mostaganem, tous à pour but d'étudier l'influence du chauffage sur le rendement d'extraction.

III.3.2.1/ Protocole d'extraction :

Le protocole d'extraction consiste alors à mélanger une quantité de la matière végétale séchée (6g) avec un volume de 50 ml d'eau distillée, sous les conditions optimales trouvées auparavant, le mélange est ensuite chauffé sur une plaque à induction à électromagnétique sous agitation continue (Figure III.17).

Après 2h le mélange est filtré, et le filtrat obtenu suit les mêmes étapes de clarification, précipitation et séchage déjà mentionnées dans le paragraphe (III.3.1.2).



Figure III.17 : Montage d'extraction par induction électromagnétique.

III.3.2.2/ ***Résultats et discussions***

Les résultats obtenus sont récapitulés dans le tableau suivant et schématisé sur la figure III.18:

Tableau III.5 : Résultats d'extraction d'inuline par induction électromagnétique.

	Bractées	Tiges	Akènes
Médéa	15.33	14.01	**16.25**
Mostaganem	22.66	14.08	**22.91**

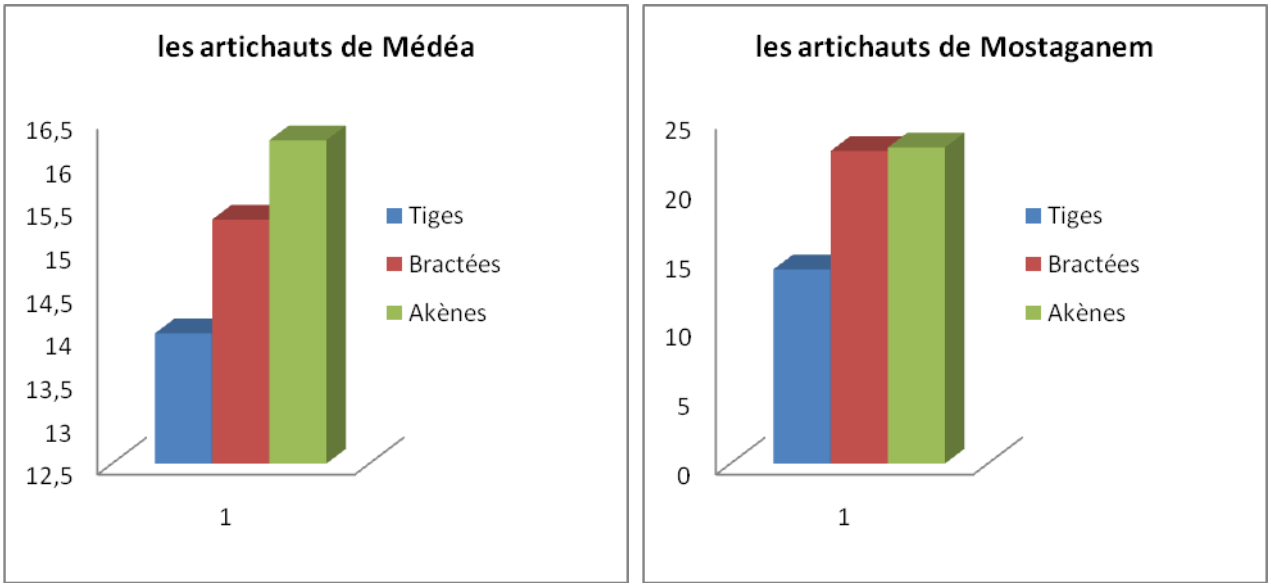


Figure III.18: Représentation graphique du rendement d'extraction d'inuline par induction électromagnétique.

Le Tableau III.5, montre clairement que la quantité maximale d'inuline extraite par induction électromagnétique est présente dans les akènes avec une valeur de 22.91% pour les akènes de Mostaganem et de 16.25% pour les akènes de Médéa, ainsi que ces valeurs sont faibles dans les bractées et les tiges par rapport aux akènes.

III.3.3/ Comparaison entre les deux procédés d'extraction :

Tableau III.6 : Étude comparative sur l'extraction de l'inuline par deux procédés d'extraction.

Région	bractées		akènes		Tiges	
	Médéa	Mostaganem	Médéa	Mostaganem	Médéa	Mostaganem
Procédé classique	19.6	23.51	**37.23**	**38.68**	16.41	21.98
Induction électromagnétique	15.33	22.66	**16.25**	**22.91**	14.01	14.08

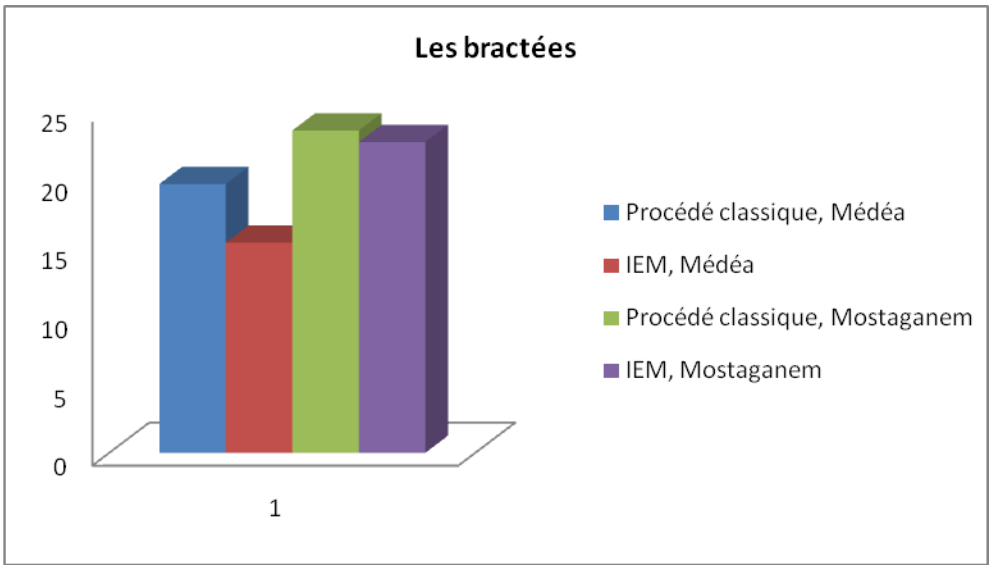


Figure III.19 : Etudes comparatives entre les deux méthodes de chauffage (les bractées).

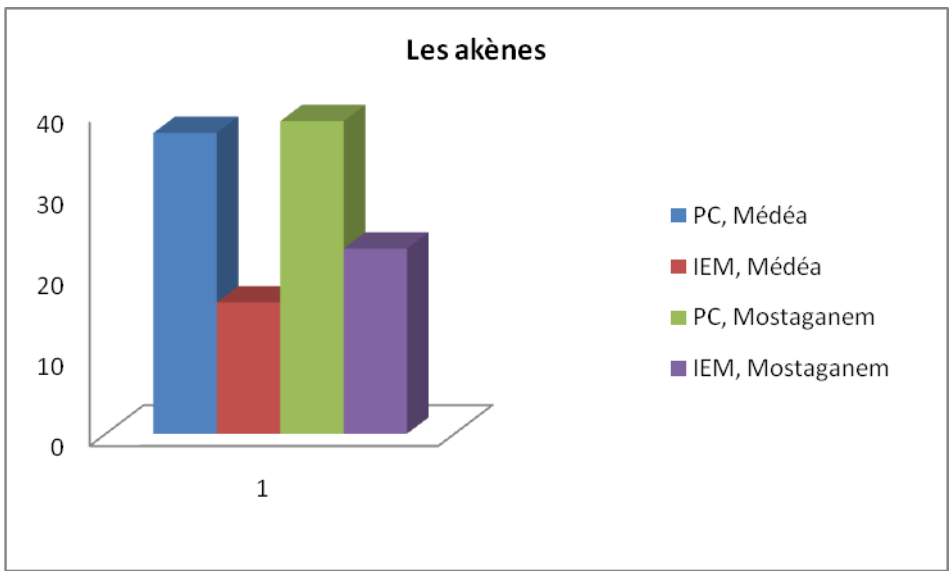


Figure III.20: Etudes comparatives entre les deux méthodes de chauffage (les akènes).

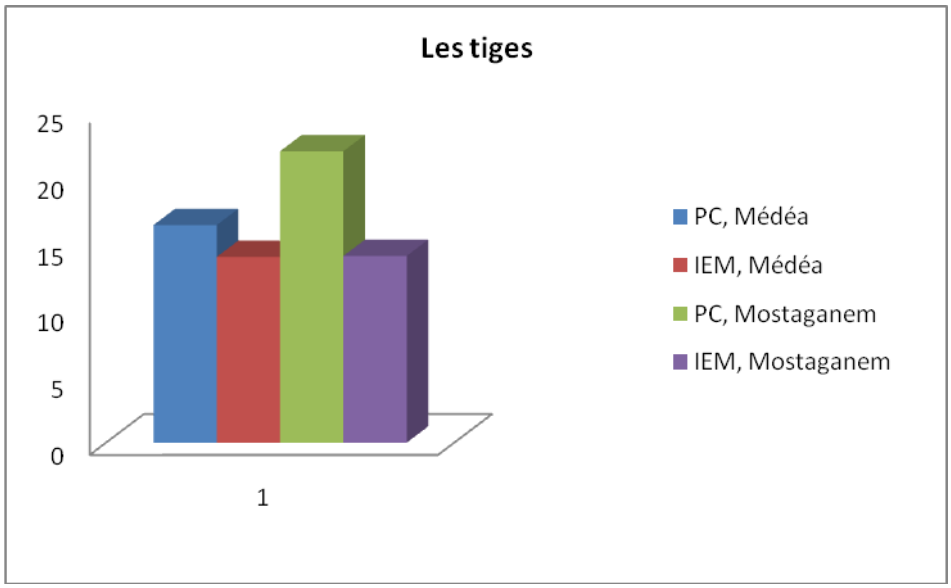


Figure III.21 : Etudes comparatives entre les deux méthodes de chauffage (les tiges).

À la lumière des résultats obtenue (Figure III.19, III.20 et III.21), on remarque l'existence d'une certaine différence entre les deux modes de chauffage, cette différence est nettement claire dans le cas des akènes (une diminution de 21% pour les akènes de Médéa et 16% pour les akènes de Mostaganem). Mais malgré cette différence, le chauffage classique reste le meilleur mode d'extraction de ce polysaccharide avec un meilleur rendement.

III.4/ Caractérisation physico-chimique de l'inuline extraite :

III.4.1/ Analyse spectroscopique FTIR :

La spectroscopie infrarouge a transformée de Fourier (FTIR : Fourie Transformed Infra Redspectroscopy) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effecteur l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau.

Lorsque la longueur d'onde (énergie) apportée par le faisceau lumineux est voisine de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière va absorber le rayonnement et on enregistrera une diminution de l'intensité réfléchie ou transmise. Le domaine infrarouge entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} (2.5-25 µm) correspond au domaine d'énergie de vibration des molécules. La position de ces bandes d'absorption va dépendre en particulier de la différence d'électronégativité des atomes et de leur masse. Par conséquent, à un matériau de composition chimique et de structure donnée va correspondre un ensemble de bandes d'absorption caractéristiques permettant d'identifier ce matériau. **[92]**

- **Protocole expérimentale :**

L'analyse s'effectue à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier qui envoi sur l'échantillon un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'ondes auxquelles le matériau absorbe et les intensités de l'absorption.**[93]**

L'échantillon à analyser sous forme de poudre est broyé en présence de KBr (1mg d'échantillon avec 100mg de KBr) dans un mortier en agate et le mélange obtenu est ensuite comprimé pour former une pastille translucides.les spectres d'absorption infrarouge sont enregistrés dans la gamme de nombres d'ondes comprise entre 400 et 4000 cm^{-1}, avec une résolution de 8 cm^{-1} et un nombre de scanne égale à 128.**[94]**

Dans ce travail, les spectres FTIR d'inuline extraite des artichauts des deux régions vont être comparés avec l'échantillon d'inuline standard obtenu à partir des laboratoires *Guangzhou Zeyu Biotechnology Co., LTD, la chine.*

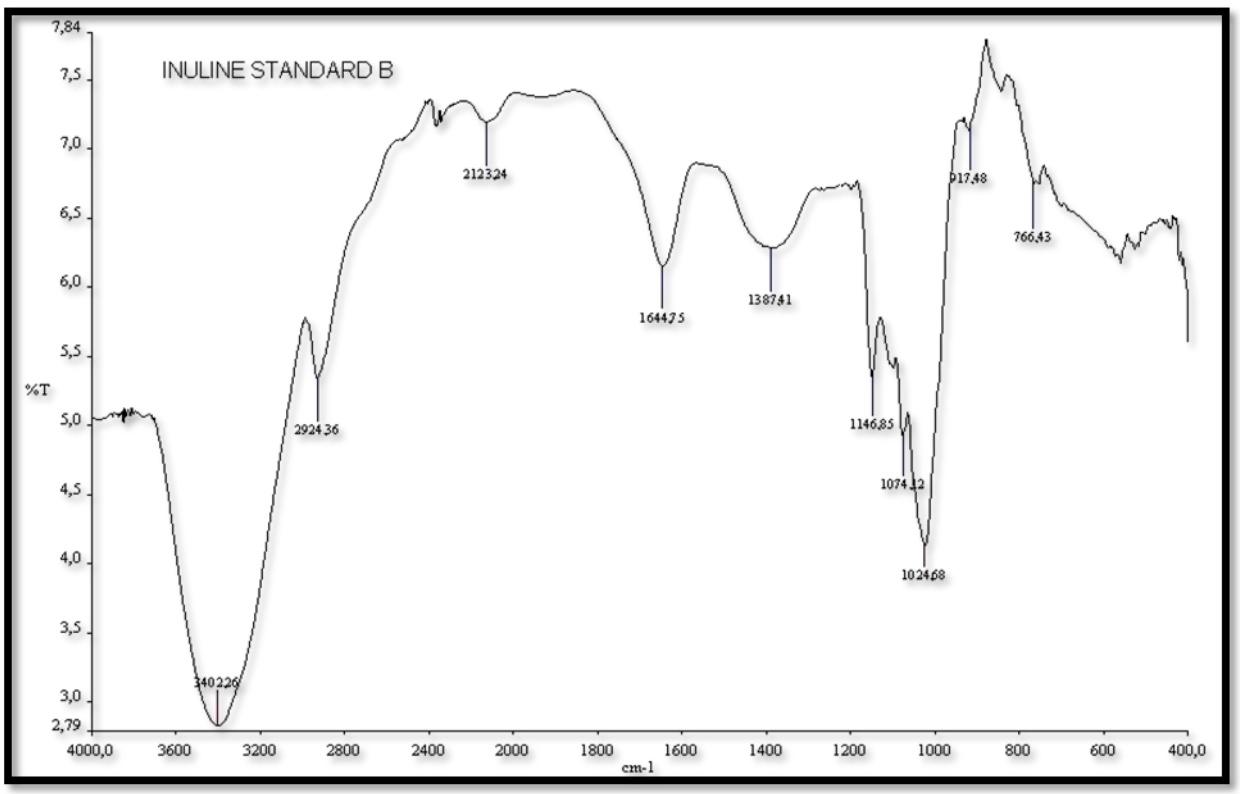


Figure III.22 : Spectre d'inuline standard importée de laboratoire *Guangzhou Zeyu Biotechnology Co., LTD, la chine.*

La Figure III.22 représente le spectre FTIR pour l'inuline standard, ce spectre présente plusieurs pics dont on site un pic à 3400cm^{-1} qui représente le groupement hydroxyle (OH), un 2ème pic à une fréquence de 1650 qui représente la liaison C-O, ainsi de pics à 2650, 1084 et 1100 cm^{-1} qui représentent les groupements C-H d'un cycle, C-OH et C-O-C respectivement.

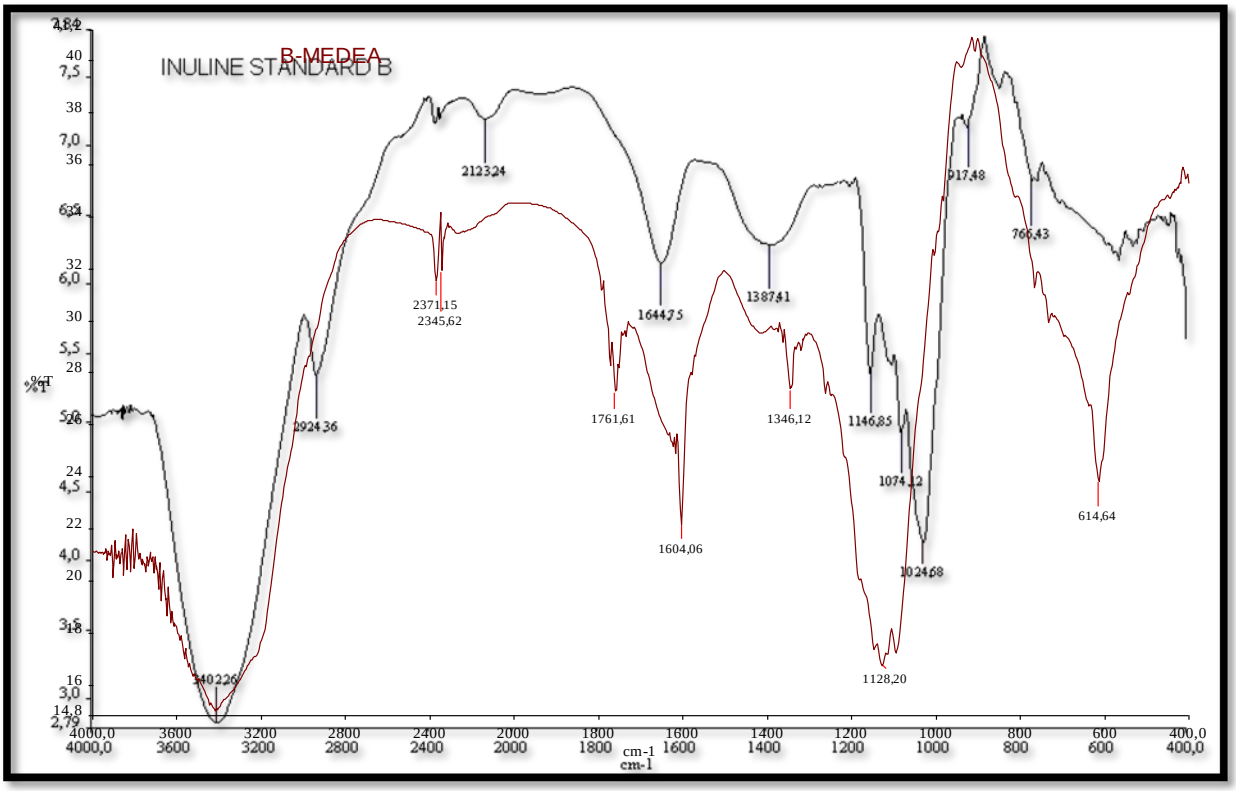


Figure III.23 : Spectres FTIR des inulines, noir : standard, marron : bractées de Médéa.

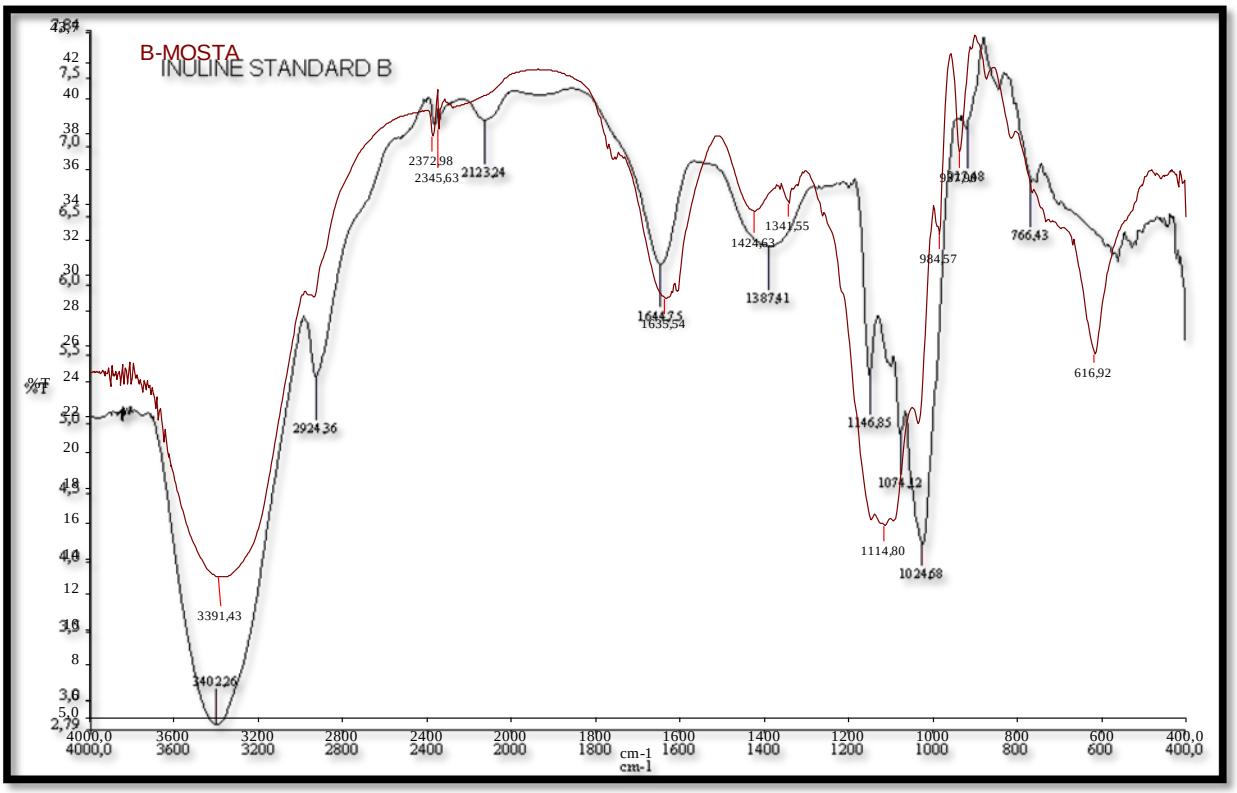


Figure III.24 : Spectres FTIR des inulines, noir : standard, marron : bractées de Mostaganem.

Les Figures III.22 et III.23 représentent les deux spectres d'inuline standard et extraite à partir des bractées d'artichaut de Médéa et Mostaganem, les deux spectres sont proches et présentent deux pic principales, le 1er à 3400 et le 2ème à 1650 corresponds aux groupements hydroxyle (OH) et les liaisons (C-O) respectivement, caractéristiques des molécules d'inuline.**[95]**

III.4.2/ Taux humidité (H %) :

Le taux d'humidité a été calculé selon la méthode de Karl Fisher (Annexe 4). Il est calculé selon la formule suivante:

$$\boldsymbol{H}(\%) = \frac{\boldsymbol{\Delta V(ml) * f}}{\boldsymbol{m(mg)}} * \mathbf{100} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \mathbf{(3)}$$

Avec :

H: Taux d'humidité.

ΔV: Volume final-volume initial.

m: Masse d'échantillon (mg).

F : Facteur spécifique de solution de pyridine (f= 4.69964) **[94].**

Les résultats sont représentés dans le tableau III.7 :

Tableau III.7: Teneur en humidité.

Inuline	standard	échantillon
H (%)	5.42	14.62

Le taux d'humidité de l'inuline traitée est de l'ordre de 5.42% pour l'inuline standard et 14.62% pour l'échantillon extrait à partir des bractées des artichauts de la wilaya de Mostaganem, cette différence peut être justifiée par le type de séchage utilisé (dans notre cas le séchage à l'air libre), et aussi par le mode de stockage de cette substance.

III.4.3/ Taux de cendre :

Un échantillon d'inuline (1g) a été incinéré dans un four à moufle à 600 ℃ pendant 4 h puis refroidi et stocké dans un dessiccateur. Le taux de cendre (C) est exprimé en pourcentage, et il est donné par la formule suivante :

$$\boldsymbol{C}(\%) = \frac{\boldsymbol{P2}}{\boldsymbol{P1}} * \mathbf{100} \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \textbf{(4)}$$

P1 **:** poids initial de l'inuline en g.

P2 **:** le poids de l'inuline après incinération en g **[96].**

Les résultats obtenus sont récapitulés dans le tableau III.8:

Tableau III.8 : Taux de cendre.

Inuline	standard	échantillon
C (%)	1	4

Les cendres sont souvent les oxydes de métaux restés après calcination de toute matière organique. Ces derniers varient entre 1 % pour l'inuline commerciale et de 4% pour l'inuline extraite à partir de l'artichaut, cette différence peut être exprimée par l'influence des paramètres opératoires d'extraction sur la composition de l'inuline.

III.5 / Conclusion

Lors de cette étude, on a procédé à l'extraction d'inuline à partir d'artichaut de deux régions Médéa et Mostaganem, en utilisant deux procédés de chauffage (chauffage classique et induction électromagnétique). D'après les résultats, on a trouvé qu'une température de 60°C, un pH de 9 et un temps d'extraction de 2h sont les conditions optimales pour obtenir un meilleur rendement de ce polysaccharide, tandis que les akènes représentent la partie la plus riche en inuline. Néanmoins, on peut valoriser les bractées et les tiges d'artichauts dans l'extraction de cette substance au lieu de les considérer comme des déchets domestiques seulement. Et à la fin, la comparaison entre les deux modes de chauffage montre que le chauffage classique reste le meilleur mode en termes de rendement.

Bibliographie :

[86] : K.YOUCEF ETTOUMI,"*extraction des pectines en utilisant le procédé de chauffage par induction élctromagnétique*", 2010-2011, p 47.

[87] : V. R. BOSWELL, *" Our Vegetable Travelers: Edible Flower Buds of a Gorgeous Thistle"*, National Geographic Magazine, 1949.

[88] : Mémoire de Fin d'Etudes, *"Le mildiou de l'artichaut, modèle épidémiologique et moyens de lutte : Soutenu à Angers"*.

[89] : http://informationsnutritionnelles.fr/artichaut.

[90] : J. BARNES, et al, *" Herbal Medicines Third edition"*, Pharmaceutical Press, 2007, pp 67-71.

[91] : YAAKOUB FEDJERIA, *"évaluation "in vitro" de la dégradation des principaux fourrages des zones arides"*, 2005/2006, pp : 71-72.

[92] : BIOPHY REASERCH, *"spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) "*.

[93] : F.ROUESSAC, *"analyse chimique:methods et techniques instrumentals moderns"*, Paris, Ed Masson, 1995.

[94] : J.SINGHTONGA, S-W.GUIB, S.NINGSANONDA, H-D.GOFF,*"structural characterization, degree of esterification and some gelling properties of Krueo Ma Noy(Cissampelospareira) pectin, carbohydrate polymers*, 2004, 58,391-400.

[95] : J.NEPTUNO RODRIGUEZ-LOPÈZ, *" molecular properties and prebiotic effect of inulin obtained from artichoke (Cynara scolymus L) "*, Phytochemestry, Vol. 66(2005), pp1476-1484

[96] : B.S.VIRK, *" Extraction and Characterization of pectin From Apple (MalusPumila.CvAmri)Peel Waste "*, Journal of Food Polymers(2004),Vol.7,N3,pp.1-11.

Conclusion générale et perspectives

L'artichaut est une fleur immature douée d'une importante valeur nutritionnelle en raison da sa teneur particulièrement élevée en composés phénolique tel que les dérivés caféoylquinique et les flavonoïdes, mais aussi en raison des quantités importantes d'inuline, fibres et de minéraux

L'objectif du présent travail est d'étudier l'extraction d'***inuline*** par deux procédés d'extraction, l'un traditionnel (chauffage classique) et l'autre nouveau (l'induction électromagnétique) à partir des artichauts récoltés de deux régions d'Algérie (Médéa et Mostaganem). L'étude à été menée selon les étapes suivantes :

- La Conservation de la matière végétale : lors de cette étape, on a procédé au séchage et le broyage des trois parties de la plante (les bractées, les tiges et les akènes), afin d'éviter la dégradation de notre polysaccharide par les inulinases présent dans la plante.
- L'Optimisation des paramètres d'extraction d'inuline par le chauffage classique : pendant cette partie, on a spécifié les paramètres optimales d'extraction (T =60°C, pH = 9 et t = 2h), les expériences ont été faites sur les bractées des artichauts des deux régions, puis on est passé à une étude comparative sur la quantité d'inuline contenue dans les trois parties, on a constaté que les akènes est la partie la plus riche en cette substance
- La Comparaison entre les deux procédés où le chauffage classique présente un meilleur rendement d'extraction avec un pourcentage de 37.28% pour les akènes de Médéa et 38.68% pour les akènes de Mostaganem, on peut dire aussi que les conditions climatiques et la nature du sol n'influent pas sur le rendement d'inuline synthétisé au niveau de la plante.
- Dans la dernière étape de notre travail, on a réalisé une analyse spectroscopique FTIR pour les échantillons obtenus et on les a comparés avec un spectre FTIR pour un standard d'inuline, les spectres trouvés sont très proches et présentent deux pics principales aux 1er à 3400 correspondant aux groupements OH et le 2ème à 1650 correspondant à des liaisons (C-O).

En termes de perspectives, une optimisation de la méthode de précipitation d'inuline peut être faite dans les prochaines études, et au lieu d'utiliser l'éthanol comme solvant de précipitation, on peut utiliser de l'eau distillée comme agent de cristallisation à froid.

En outre, il est très intéressant d'aller vers la modification chimique de cette substance et son utilisation dans des formulations pharmaceutiques et alimentaires .

Références bibliographiques

[1] : G.LEROY, *"Changes in inulin and soluble sugar concentration in artichokes (Cynara scolymus L.) during storage"*, Sci Food Agric 2010; 90: 1203–1209.

[2] : SE´ BASTIEN N. RONKART, *"Development of gelling properties of inulin by microfluidization"*, Food Hydrocolloids 24 (2010) 318–324.

[3] : C. RUDY, *" Synthèse de polysaccharides amphiphiles à partir de dextrine et application à la stabilisation d'émulsions directes et inverse "* ,04/02/2001.

[4] : D. SEVERIAN, *" Polysaccharides: Structural Diversity and Functional Versatility"*, Marcel Dekker, Inc, 1998.

[5] : M. CLAIRE, " *Ingénierie rationnelle de la dextrane-saccharase SR-S : compréhension du mécanisme de polymérisation pour la synthèse des dextranes de taille contrôlée"*, 21 Avril 2006, pp33.

[6] : A.S. ABOUGHE, E. NGUEMA-ONA, A. DRIOUICH, *"La thérapie par les plantes en Afrique : activités immunostimulantes des polysaccharides de la paroi végétale"*, Phytothérapie, Vol. 8, p30.

[7] : J. BRUNETON,*" Pharmacognosie - Phytochimie, plantes médicinales "*, Tec & Doc - Éditions médicales internationales, maison d'édition, (4ème édition), Paris, 2009, p 1288.

[8] : C.R. CANTOR,*"Essentiels of carbohydrate chemistry"*, Springer,1998, pp399.

[9] : E.S WILKS,*" Industrial polymers handbook", vol. 3*, Edition Miley-VCH, 2001.

[10] : *" Biochimie appliquée dans les filières SBSSA les glucides : structure, propriétés et applications technologiques ", Journées* des 5 et 6 Mai 2009.

[11] : http://uel.unisciel.fr/biologie/biochimie1/biochimie1_ch03/co/apprendre_ch3_01.html (dernière consultation septembre 2013).

[12] : G. DEYSSON,*" Physiologie et Biologie des plantes vasculaire, Tome III. Première partie. Nutrition et métabolisme"*, la maison d'édition, 5éme Edition, 1982, 155 – 179.

[13] : A. LE BLANC *" Alimentation humaine"* – Condensé de cours Annick Le Blanc, ENSMIC/ BTS IC ,2008-2009.

[14] : http://www.phytotherapia.eu/informations_medicales.php?num_info=148 (dernière consultation septembre 2013).

[15] : C. CHENE et al, *"Incidence of acute pancreatitis due to antiretroviral treatment"*, *Gastroenterology*, Volume 124 (2003), pp A399.

[16] : W.JIANHUA, *"Studies on the extracting technical conditions of inulin from Jerusalem artichoke tubers"*, Journal of Food Engineering, Vol. 79 (2007) pp 1087–1093.

[17] : L. SHARON, *" Soins infirmiers médico-chirurgical"*, maison d'édition, (8ème édition), 2010.

[18] :Y. TIRILLY, M.C. BOURGEOIS, *" Technologie des légumes"*, Edition Tec et Doc, Lavoisier, 1999.

[19] :C.V. STEVENS, et al, *"Chemical modification of inulin, a valuable renewable resource, and its industrial applications"*, American Chemical Society, Vol. 2(2001).

[20] : G.A.HENDRY, R.K.WALLAC,*"Theorigin, distribution and evolutionary significance of fructans, in Science and Technology of Fructans"* (Suzuki, M., Chatterton, N.J., Eds.) Boca Raton FL: CRC Press, 1993, pp 119-139.

[21] : G.O PHILLIPS, P.A WILLIAMS, *"Handbook of hydrocolloids"*, Second edition; CRC Press, 2009.

[22] : J. VAN LOO et al,"*On the presence of inulin and oligofructose as natural ingredients in the western diet. Crit*", Rev. Food Sci. Nutr. 35 (1995), pp 535-552.

[23] : V.B. MAVUMENGWANA, "*Isolation, purification and charactezization of inulin and fructooligosaccharides from Chicorium Intybus and Inulinase from Asperagillus Niger*", Master of Science, Rhodes University, 2004.

[24] : R. H. MARCHESSAULT, et al,*"Conformation and crystaline structure of (2-1)-b-d-fructofurana (inulin) "*, Vol. 58 (1980), pp 2415–2422.

[25] : LEVITT ET WARSHEL, *"Folding and stability of helical proteins: Carp myogen"* Journal of Molecular Biology, Vol. 106(1976), pp 421-437.

[26] : N.E. CREMER et al, *"Neutralization kinetics of western equine encephalitis virus by antibody fragments"*, Immunochemistry, Volume 12(1975), pp 597-601.

[27] : A.D. FRENCH,*"Computer modeling of the tetrasaccharide nystose*", Carbohydrate Research, Vol. 247(1993), pp 51-62.

[28] : T.M. CALUB et al,*" Proton and carbon chemical-shift assignments for 1-kestose, from two-dimensional n.m.r.-spectral measurements"*, Carbohydrate Research, Volume 199(1990), pp 11-17.

[29] : WATERHOUSE et al, "*Conformational analysis of inulobiose by molecular mechanics"*, Carbohydrate Research, Volume 207(1990), pp 221-235.

[30] : http://fr.chemical5.com/formulas/cas-139523-49-2.html###.

[31] : I. ANDRE, et al, *"Molecular and crystal structures of inulin from electron diffraction data"*, Macromolecules, Vol. 29 (1996), pp 4626–4635.

[32] : I. ANDRE, et al, *"Single crystal of inulin"*, International Journal of Biological Macromolecules, 18 (1996), 195–204.

[33] : SENSUS,"*Stability of Frutafit Õ and Frutalose Õ inulin/FOS in beverage applications. Brochure"*, 2003.

[34] : B .JACOTOT , B. CAMPILLO, *"nutrition humaine "*, Ed. Masson, Paris, 2003, pp 311.

[35] : G. FLAMM. Et al, *"Inulin and oligofructose as dietary fiber: A review of the evidence. Critical Reviews in Food Science and Nutrition"*, Vol. 5(2001), pp 353-362.

[36] : A. FRANCK, L. LEENHEER, *"Inulin. Biopolymers 6"*, 2002, pp 439-479.

[37] : P.D. MEYER et al, "*The immune effects of inulin in vitro and in vivo*", 2000, November/December pp 18-20.

[38] : J. BLOM,"*Cleaning up with inulin"*, 2000, pp 10-11.

[39] : P. KIP. P, D. MEYER. D, ET R.A. JELLEMA, *"Inulins improve sensoric and textural properties of low fat yoghurts"*, Int. Dairy J. 16 (2006): 1098-1103.

[40] : A .FRANCK, *"Prebiotics and Probiotics Ingredients Handbook, Leatherhead Food Publishing, Reading"*, 2000.

[41] : SENSUS,*" The Frutafit Õ and Frutalose Õ product ranges, Brochure"*, 2005.

[42] : C. BLECKER et al, *"Inulin: Its physicochemical properties and technological functionality"*, Recent Res. Devel. Agricultural & Food Chem, 2001, pp 126-131.

[43] : http://redacteur-web.blogspot.com/2011/08/linuline.html.

[44] : Inulin - a versatile polysaccharide with multiple pharmaceutical and food chemical uses.

[45] : M. C. MARTINI, M. SEILLER, *"Actifs et additifs en cosmétologie"*, Tec et doc Lavoisier, 1992, pp 630.

[46] :http://www.laveritesurlescosmetiques.com/themen_natur_fr.php. (Dernière consultation: septembre 2013).

[47] : R. POIROTE, *"Méthodologie pour le passage en continu d'extraction de soluté à partir de matière végétale "*, thèse doctorat, Laboratoire de génie chimique de Toulouse et plantes &Industrie, pierre Fabre, de Gaillac, (2007).

[48]: http://www.berkem.com/content/tout-sur-l-extraction-vegetale-15 (dernière consultation septembre 2013).

[49] : M. LAWRENCE BRIAN, *"Essential oils: from agriculture to chemistry"*, the international Journal of Aromatherapy., Vol.10 (2000), pp 82-98.

[50] : A.E ROSE, *"Technique of organic chemistry"*, Vol. IV Distillation, 2nd Edition by John Wiley and sons, New York, 1965.

[51] : D. CRISTEA, Thèse de doctorat nº 2035, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2003.

[52] : C. TOURBE, Le secret du bleu Maya. Science et avenir : 90. 1996.

[53] : L.A. JOHNSON, E.W .LUSAS, *"Comparison of alternative solvents for oils extraction"*, JAOCS, 60(2):229-242, 1983.

[54]: M.FONTANILLE, Y.GNANOU, *"Chimie et physico-chimie des polymères"*, chapitre 1: Introduction, DUNOD, Paris, 2002, pp 1-12.

[55] : E. CHIELLINI, A. CHITOSAN, *" versatile semi-synthetic polymer in biomedical Applications"*, Progress in Polymer Science 36 (2011) 981–1014.

[56] : J. LESBROS, P. FREMEAUX, *" extraction solide-liquide - aspects théoriques"*, Techniques de l'ingénieur (traité génie des procédé), j 2780.

[57] : B . BEN AMOR, *" maitrise de l'aptitude technologique de la matière végétale dans les opérations d'extraction de principes actifs ; texturation par détente instantanée contrôlée dic "*, thèse doctorat, Janvier 2008, pp 4- 13- 23-28.

[58] : A. LALOU, *"Mise au point d'un procédé d'extraction des hémicelluloses à partir d'un substrat végétal lingo-cellulosique : application au cas des coques de tournesol"*, Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 1995.

[59] : J.M AGUILERA,*"Solid-liquid extraction. Food Sciences and Technology"*, 128, 2003, pp 35 -55.

[60] : C. CHAMBERS, K. EXAUDI-LARSEN, and W. PRICE, *"Aqueous extraction of solutes from oranges: a kinetic study. Food Chemistry"*, 1996, 57 (4), pp 483- 486.

[61] : R. WONGKITTIPONG et al *" Solid liquid extraction of and rographolide from plants experimental study, kinetic reaction and model. Separation and Purification Technology"*, 2004, 4, pp 147-154.

[62] : M.D. LUQUE, L.E. GARCIA –AYUSO, *"soxhlet extraction of solid materials: an out dated technique with a promising innovative future"*, AnalyticachimicaActa 369(1998)1-10.

[63] : WANG JIANHUA et al,*" Studies on the extracting technical conditions of inulin from Jerusalem artichoke tubers"*, Journal of Food Engineering 79 (2007) 1087–1093.

[64] : K. SUSLICK,*"Les effets chimiques des ultrasons"*, Pour la science, 138 : 88-93, (1989).

[65] : C. HAUNOLD, *"Extraction de pyréthrines : analyse du procédé discontinu et de l'influence des ultrasons, modélisation et mise en œuvre d'un procédé continu"*, Thèse INP Toulouse, 1991.

[66] : G. VILAREM, F. PERINEAU, A. GASET, *"Exploitation of the molecular potential of plants: Equisetum arvense (Equisetaceae) "*, Econo-micBotany46 (1992), (4): 401-7.

[67] : L. WANG, C. L. WALLER,*"Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants, Trends in Food Science & Technology"*, 17 (2006), pp 300 – 312.

[68] : L. DANIEL SKI, et al *"Ferreira, Marigold (Calendula officinalis L.) Oleoresin: Solubility in SC-CO2 and composition profile, Chemical Engineering and Processing"*, 2006, pp 99–106, 46 (2).

[69] : B. YEPEZ, et al *"Producing antioxidant fractions from herbaceous matrices by supercritical fluid extraction, Fluid Phase Equilibria"*, 2002, pp: 879–884,194–197.

[70] : http://www.airliquide.com/fr/industrie-pharmaceutique-cosmetique-chimie-fine.html (dernière consultation septembre 2013).

[71] : M. MAZZA, *"Modification chimique de la cellulose en milieu liquide ionique et CO 2 supercritique"*, thèse de doctorat de l'université de TOULOUSE, Institut Nationale Polytechnique de Toulouse, pp 40-41.

[72] : M. C. MARTINI, M. SEILLER, Editions Tec & Doc, *"Editions médicales internationales Paris. Lavoisier"*, 1999, p 563.

[73] : S.M. POURMORTAZAVI , S.S. HAJIMIRSADEGHI, *"supercritical fluid extraction in plant essential and volatil oil analysis "*, Journal of chromatography A*"*, 2007, 1162, 2-24.

[74]: N. L. ROZZI et al *"Supercritical Fluid Extraction of Essential Oil Components from Lemon-Scented Botanicals, Lebensm.-Wiss. U.-Technol"*, 2002, pp 319 –324, 35.

[75]: T. CLIFFORD, *"Fundamentals of Supercritical Fluids"*, Oxford University Press, New York 1989.

[76] : E. REVERCHON, I. DE MARCO, *"Supercritical fluid extraction and fractionation of natural matter, J. of Supercritical Fluids"*, 38 (2006), 146 – 166.

[77] : M.A. RIBEIRO et al *" Melissa officinalis, L.: study of antioxidant activity in supercritical residues, Journal of Supercritical Fluids"*, 21 (2001), pp 51 –60.

[78] : V. RUDNEV et al *"Handbook of induction heating. Ohio: ASM International"*, 2003, p 796.

[79] : M. S. WANSER, *"Simulation des phénomènes de chauffage par induction Application à la trempe superficielle"*, thèse doctorat l'école centrale de Lyon, 7 février 1995.

[80] :. S. SALFATI, *"le vecteur énergétique de la chimie nouvelle"*. Informations chimie No.384, 1996, P 44.

[81] : D. CARDINAUX, *"étude et modélisation numérique 3d par éléments finis d'un procède de traitement thermique de tôles embouties âpres chauffage par induction : application a un renfort de pied central automobile"*, (thèse doctorat) ,7 Novembre 2008, pp 11.

[82] : H. BLEUVIN, *"Analyse par la méthode des éléments finis des phénomènes magnétothermiques. Application aux systèmes de chauffage par induction"*, Thèse de Docteur-Ingénieur, INPG, 1984.

[83]: F. BAY et al *" A numerical model for induction heating processes coupling electromagnetism and thermomechanics"*, submitted to International Journal for Numerical Methods in Engineering, 2001.

[84] : http://fr.wikipedia.org/wiki/Chauffage_par_induction (dernière consultation septembre 2013).

[85] : http://www.ipa-web.com/ExposiumCms sites/partage556010/Tempantiox-Ipa-2010.pdf (dernière consultation septembre 2013).

[86] : K.YOUCEF ETTOUMI,"*extraction des pectines en utilisant le procédé de chauffage par induction électromagnétique*", 2010-2011, p 47.

[87] : V. R. BOSWELL, *" Our Vegetable Travelers: Edible Flower Buds of a Gorgeous Thistle"*, National Geographic Magazine, 1949.

[88] : M.COCHENNEC , Mémoire de Fin d'Etudes, *"Le mildiou de l'artichaut, modèle épidémiologique et moyens de lutte : Soutenu à Angers"*.

[89] : http://informationsnutritionnelles.fr/artichaut.

[90] : J. BARNES, et al, *"Herbal Medicines Third edition"*, Pharmaceutical Press, 2007, pp 67-71.

[91] : Y. FEDJERIA, *"évaluation "in vitro" de la dégradation des principaux fourrages des zones arides"*, 2005/2006, pp : 71-72.

[92] : F. ROUESSAC, *"spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) "*.

[93] : F.ROUESSAC, *"analyse chimique:methods et techniques instrumentals moderns"*, Paris, Ed Masson, 1995.

[94] : J.SINGHTONGA et al *"structural characterization, degree of esterification and some gelling properties of Krueo Ma Noy(Cissampelospareira) pectin, carbohydrate polymers*, 2004, 58,391-400.

[95] : J.N. R. LOPÈZ, *"molecular properties and prebiotic effect of inulin obtained from artichoke (Cynara scolymus L) "*, Phytochemestry, Vol. 66(2005), pp1476-1484.

[96] : B.S.VIRK, *" Extraction and Characterization of pectin From Apple (MalusPumila.CvAmri)Peel Waste "*, Journal of Food Polymers(2004),Vol.7,N3,pp.1-11.

Annexe

Annexe 1 : détermination de taux d'humidité pour les bractées.

t (min)	m_2(g)
30	30.5
60	26.133
90	20.333
120	14.786
150	7.689
225	7.102
470	7.048
640	6.86
1000	6.527

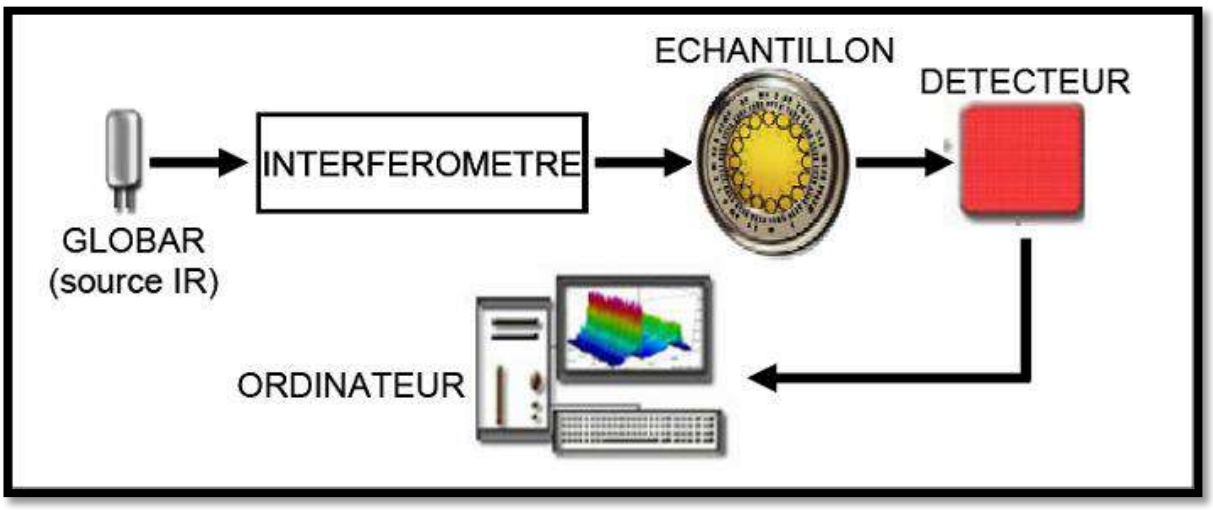
Annexe 2 : détermination de taux d'humidité pour les tiges.

t (min)	m_2(g)
30	30.499
60	24.341
90	18.245
120	13.195
150	4.374
225	4.374
470	4.111
640	4.046
1000	3.951

Annexe 3 : détermination de taux d'humidité pour les akènes.

t (min)	m_2(g)
30	23.579
60	19.024
90	15.479
120	10.716
150	5.359
225	4.371
470	4.147
640	4.007
1000	3.944

Annexe 3 : Schéma représentant les différents constituants d'un spectre FTIR.



Annexe 4 : Schéma représentant le montage de KARL-FISCHER.

