**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

**Université YAHIA FARES De MEDEA**

**Faculté de Technologie**

**Département de Génie des Procédés et Environnement**

# MEMOIRE De Fin d'Etudes

**En vue de l'obtention du diplôme de Master en Génie des procédés**

**Option : Procédés Pharmaceutique**

# THEME

## L'optimisation de l'extraction des polysaccharides par chauffage conventionnel

**Réalisé par :**

- **SILARBI Walid**
- **FERROUKHI Mohamed Abdelghani**

**Dirigé par :**

**M^me^. TERKMANE Naila**

**M^r^. KREA Mohamed**

**Promotion: juin 2017**

# Remerciements

*Nous tenons tout d'abord à remercier* ***ALLAH*** *pour nous avoir guidés vers le bon chemin de la lumière et du savoir et pour nous avoir donné du courage, de la volonté afin de pouvoir réaliser ce modeste travail.*

*Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à notre promoteur* ***Mr. KREA Mohamed et Melle TERKMANE Naila*** *pour l'encadrement de ce mémoire son aide, sa patience et sa confiance qu'elle nous a accordée.*

*Nous tenons à remercier : le président et les membres de jury pour avoir accepter de juger notre travail.*

*Nos sincères remerciements vont également à tous les enseignants du département de Génie Procèdes de l'université de Médéa.*

*Sans oublier le chef de Labo Ben Hawa Meriem et son adjoint Nabila.*

*Enfin nous remercions tous ceux qui ont contribué de prés ou de loin à la réalisation de ce mémoire.*

*FERROUKHI/ SILARBI*

# *Dédicaces*

***Je dédie cet événement marquant de ma vie***

***A*** *toute ma famille en commençant par mes chers parents, plus particulièrement*

***A*** *ma mère qui a partagé avec moi ma peine et ma fatigue*

***A*** *mon père qui n'a jamais cessé de chercher le meilleur pour chacun de ses enfants*

***A*** *mes* ***très chers frères*** *Abderaouf, Merouane et Nadir pour leur soutien sans faille et son affection*

***Je ne manquerais pas de dédier ce travail***

***A*** *tous mes collègues, MESSOUS, SABOUR, HADJARSSI, ALI KHOUJA*

***A*** *mes amis sans exception*

*A mes enseignants de tous les cycle.*

***Au*** *membre du laboratoire d'analyse physico-chimique de laboratoire universitaire de Medea et surtout M$^{me}$ BENHOUA Merieme.*

***A*** *tous ceux qui m'ont soutenu de près ou de loin.*

***Walid***.

# *Dédicace*

***Je dédie cet événement marquant de ma vie***

***A*** *toute ma famille en commençant par mes chers parents, plus particulièrement*

***A*** *ma mère qui a partagé avec moi ma peine et ma fatigue*

***A*** *mon père qui n'a jamais cessé de chercher le meilleur pour chacun de ses enfants.*

***Je ne manquerais pas de dédier ce travail***

***A*** *tous mes collègues : Walid, Abderrazak, Mohamed, Marouan, Abderrahmane et surtout Moh- Hofra Chergui……et toutes mes amis sans exception .*

***A*** *mes enseignants de tous les cycles.*

*Salutation spéciale aux superviseurs :*

*M. le professeur KREA Mohamed et Melle TERKMANE Naila qui ont fait la fête sur le travail qui nécessite des efforts sans arrêts.*

***A*** *tous ceux qui m'ont soutenu de près ou de loin.*

*FERROUKHI.M Abdelghani*

**ملخص**

الهدف من هذا العمل هو تحديد الشروط المثلى لاستخراج مادة الانولين من قلب الخرشوف باستخدام طريقة التسخين التقليدية .وقد تم التخطيط لهذه التجارب وفقا لطريقة مساحة الاجابة باستخدام مخطط مركب متمركز الوجوه (CCF). الظروف المثلى التي تم العثور عليها هي : درجة حرارة 90°م، وقت استخراج 30 دقيقة مع نسبة الوزن من 2٪، وسجلت استجابة المثلى (المردود) بقيمة تساوي 26.85٪. دراسة الخصائص الفيزيائية والكيميائية للمادة المستخلصة بالتحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء تظهر انها مادة الانولين، في حين تثبت قياسات اللزوجة أن الانولين المستخلصة عالية الجزيئية مع وزن الجزيئي يقدر ب 11501غ / مول ودرجة البلمرة تقدر ب 63.

**كلمات مفتاحية**: الانولين، استخراج، التدفئة التقليدية، مساحة الاجابة، FTIR

**Résumé**

L'objectif de ce travail est de déterminer les conditions optimales d'extraction de l'inuline à partir des akènes d'artichaut en utilisant le mode de chauffage conventionnel. Les expériences ont été planifiées selon la méthode des surfaces de réponse en utilisant un plan composite de face centré (CCF). Les conditions optimales trouvées sont : une température de 90°C, un temps d'extraction de 30min avec un rapport pondéral de 2%, et la réponse optimale (rendement) est enregistrée à une valeur égale à 26.85%. La caractérisation physico-chimique de la substance extraite par spectroscopie FTIR montre qu'il s'agit de l'inuline, tandis que les mesures viscosimétriques prouvent que l'inuline extraite est de haute molécularité avec un poids moléculaire de 11501g/mol et un degré de polymérisation de 63.

**Mots clés** : Inuline, extraction, chauffage conventionnel, surface de réponse, FTIR

**Abstract**

The aim of this work is to determine the optimum conditions for the extraction of inulin from artichoke heart using the conventional heating method. The experiments were planned according to the response surface method using a composite face-center plan (CCF). The optimum conditions were : a temperature of 90°C., an extraction time of 30min with a weight ratio of 2%, and the optimum response (yield) was recorded at a value equal to 26.85%. The physico-chemical characterization of the extracted substance by FTIR spectroscopy shows that it is inulin, while the viscometric measurements show that the extracted inulin is of high molecular weight with a molecular weight of 11501 g/mol and a degree of Polymerization of 63.

**Key words** : Inulin, extraction, convenionnel heating, response surface, FTIR

# Sommaire

Résumé
Liste des tableaux
Liste des figures
Liste des abréviations
Introduction générale……01

**CHAPITRE I : Inuline**

I.1 Introduction……..……..……..….03
I.1 Définition ……..…..……..…..…….....03
I.3 Structure de l'inuline ……..……..……..……....04
I.4 Propriétés physico-chimique de l'inuline ……..……...05
I.4.1 Le degré de polymérisation ……...……..…05
I.4.2 Solubilité ……..……..……..05
I.4.3 Viscosité……..……..……..... 06
I.4.4 Stabilité a la chaleur ……..…….……06
I.4.5 Stabilité aux acides.……...……..……...….06
I.5 Extraction d'inuline..……..……..…….....07
I.5.1 Extraction à l'échelle pilote……..……..……..……...…..07
I.5.1.1 Extraction par chauffage classique……..……..……..……....07
I.5.1.2 Extraction par induction électromagnétique.…….……....08
I.5.1.3 Extraction par ultrasons..……...……...……08
I.5.1.4 Extraction par micro-onde…….……..……..……..…….....09
I.5.2 Extraction à l'échelle industrielle...…….……...……..……....09
I.6 Les applications d'inuline..……..…….……..……10
I.6.1 Applications alimentaires..……..……...……..……10
I.6.2 Applications pharmaceutiques…… ……...…..……...……11
I.6.3.Autres application non alimentaires……..……....……..…...12
I.7 Conclusion……..……12

## CHAPITRE II : Les Plans d'Expériences


II.1 Introduction……13

II.2 Historique……13

II 3 Définition……13

II.4 Méthodologie de recherche……14

II.4.1. Méthode classique ou passif...……14

II.4.2 Méthode actif ou statistiquement conçu ..……14

II.5 Terminologie……15

II.5.1 Variables naturelles (réelles) ou facteurs ..……16

II.5.2 Variables codées……16

II.5.3 Formules de codages……16

II.5.4 Matrice d'expériences……17

II.5.5 Domaine expérimentale et domaine d'étude……17

II.5.6 Surfaces de réponse……17

II.6 Contraintes……18

II.7 Types des plans d'expériences……18

II.7.1 Les plans D optimale……18

II.7.2 Les plans de Koshal……18

II.7.3 Les plans Rechteshaffner.……18

II.7.4 Les plans de Plackett et Burmann.....18

II.7.4.1 Les principaux avantages...……18

II.7.4.2 Les inconvénients……19

II.7.5 Les plans de Tagushi……19

II.7. 5.1 Les avantages……19

II.7. 5.2 Les inconvénients……19

II.7.6 Les plans de Box-Behnken ……20

II.7.7 Les plans sursaturés……20

II.7.8 Plans à plusieurs niveaux……20

II.7.8.1 Carrés latins ……20

II.7.8.2 Carrés gréco-latins……21

II.7.8.3 Carrés de Youden…... ……21

II.8 Conclusion……21

## CHAPITRE III : Matériel et Méthodes

III.1. Introduction…..……...……..22
III.2 Matériel et produits utilisés..……...…….22
III.2.1 Matériel …….…….……...……22
III.2.2 Produits utilisés……. ……..…. …..…….……..…….....22
III.3 Préparation de la matière végétale (les artichauts).....…….....23
III.4 Planification et extraction..……..……24
III.4.1 Planification des expériences..…….……..……25
III.4.2 Extraction de l'inuline……..…….……27
III.4.2.1 Protocole de l'extraction……..……..……...…..…….....27
III.4.2.2 Calcul de rendement (R)…….. …….……29
III.5 Caractérisation physico-chimique….. …….……...……29
III.5.1 Analyse spectroscopique FTIR..…….……..….....29
III.5.2 Viscosité intrinsèque….. …….....……29
III.5.3 Poids moléculaire (masse molaire)..…….……..……..30
III.5.4 Le degré de polymérisation.……...…….....31

## CHAPITRE IV : Résultats et discussion

IV.1. Introduction……...……...32
IV.2. Matrice de travail…… ……...……..32
IV.3 Analyse du modèle . …….…….....33
IV.4 Etude de l'effet des facteurs et leurs interactions sur le rendement.....…..……...……35
IV.5. Optimisation..……..……...……38
IV.6 Caractérisation physico-chimique.……..…….……..…...40
IV.6.1 Caractérisation FTIR……. …….…….....40
IV.6.2 Viscosité intrinsèque……. ……..……..42
IV.6.3 Poids moléculaire et degré de polymérisation……..……..……...43
IV. 7. Conclusion….. ……...……..……43
Conclusion Générale…….....44
Références bibliographiques…….....45

# Liste des tableaux et des figures

# *Liste des tableaux*


| *Tableaux* | *Pages* |
|---|---|
| **Tableau I.1** : les différentes sources d'inuline | **4** |
| **Tableau I.2**: Solubilité à long terme de l'inuline à différents températures | **6** |
| **Tableau III.1** : les produits et matériels utilisé dans l'extraction. | **23** |
| **Tableau III.2**: Composition nutritionnelle des artichauts (par 100g de matière frèche) | **24** |
| **Tableau III.3** : définition des facteurs | **25** |
| **Tableau III.4** : définition de la réponse | **26** |
| **Tableau III. 5** : Matrice d'extraction de l'inuline | **27** |
| **Tableau IV. 1:** Résultats d'extraction par plan CCF | **33** |
| **Tableau IV. 2** : Analyse de variance (ANOVA). | **35** |
| **Tableau IV. 3**: Liste d'optimisation de l'extraction | **40** |

# *Liste de Figures*


| *Figures* | *Pages* |
|---|---|
| **Figure I.1** Structure chimique de l'inuline (a) GFn, (b) Fn.n est le degré de polymérisation | **2** |
| **Figure I.2** Solubilité maximale de l'inuline native et l'inuline de haut degré de polymérisation en fonction de température | **3** |
| **Figure I.3** Hydrolyse de différents types d'inulines à pH 3.5 et 20°C | **7** |
| **Figure I.4** principe de chauffage par induction. | **8** |
| **Figure I.5** Procédés industriels pour produire l'inuline de chicorée, l'oligofructose et leurs dérivés | **10** |
| **Figure II.1** : Ensemble des réponses qui correspond à tous les points du domaine d'étude forme la surface de réponse | **17** |
| **Figure II.2 :** Plan en carrés latins pour 3 facteurs | **21** |
| **Figure III.1**: Champ d'artichaut en bord de mer. | **23** |
| **Figure III.2 :** Akènes d'artichaut : (a) après élimination des bractées, (b) après séchage, (c) après broyage | **25** |
| **Figure III.3:** points expérimentaux d'un plan CCF pour k = 2 facteurs | **26** |
| **Figure III.4:** montage d'extraction et de filtration sous vide | **28** |
| **Figure III.5:** Inuline précipitée après centrifugation | **29** |
| **Figure III.6 :** viscosimètre d'ubbelohde. | **30** |
| **Figure IV.1:** Résumé de l'ajustement du modèle. | **34** |
| **Figure IV.2:** Graphe représentant les valeurs expérimentales en fonction des valeurs prédites. | **35** |
| **Figure IV.3:** Effets des facteurs sur le rendement | **36** |
| **Figure IV.4:** Effets de temps et de la température sur le rendement. | **37** |
| **Figure IV.5:** Effet de la température et le rapport pondéral sue le rendement. | **37** |
| **Figure IV.6 :** Effet du temps et du rapport pondéral sur le rendement | **38** |
| **Figure IV.7:** Spectre FTIR pour l'inuline commercialisée. | **41** |
| **Figure IV.8 :** Spectres FTIR de l'inuline HPX et l'inuline extraite | **41** |
| **Figure IV.9:** Viscosité réduite de l'inuline extraite en fonction de la concentration. | **42** |

| | |
|---|---|
| **Figure IV.10 :** Viscosité réduite de l'inuline commerciale (HPX) en fonction de la concentration | **42** |

## *Liste des abréviations et symboles*

| ***Abréviation et symboles*** | ***Significations*** |
|---|---|
| ANOVA | Analyse de Variance |
| C | Concentration |
| CCF | Composite Centrale a Face centrée |
| DF | Degré de Liberté |
| DP | Degré de Polymérisation |
| F | Rapport de Ficher |
| FTIR | Infra-Rouge à transformée de Fournier |
| GFn | Glucose et Fructose |
| MO | Micro-Onde |
| MS | Moyenne Quadratique |
| MSR | Méthode des Surfaces de Réponse |
| OFS | FructoOligoSaccharide |
| P | Probabilité |
| PDE | Plans des Expériences |
| $Q^2$ | Coefficient de pouvoir prédictif |
| R | Rapport Pondéral |
| $R^2$ | Coefficient de corrélation |
| rend | Rendement |
| RSD | Déviation Standard des Résidus |
| SS | La Somme des Carrés |
| T | Température |
| t | temps |
| $[\eta]_{rel}$ | Viscosité relative |
| $[\eta]_{red}$ | Viscosité réduite |
| $[\eta]_{spe}$ | Viscosité spécifique |
| $[\eta]_{int}$ | Viscosité intrinsèque |

# Introduction Générale

## Introduction Générale

Les polysaccharides ont été proposés comme les premiers biopolymères qui se sont formés sur la terre. Ces macromolécules sont les éléments structuraux majeurs de la paroi des algues et des plantes (pectine, cellulose…) dont ils ont également un rôle essentiel dans le stockage de l'énergie (amidon).

De même, grâce à la diversité de leurs structures moléculaires, ces polysaccharides possèdent souvent des propriétés physico-chimiques distinctes pouvant donner lieu à des applications industrielles variées, répondant aux besoins des consommateurs et de l'industrie, et présentant généralement l'avantage d'être biodégradables et biocompatibles.

L'inuline est un polysaccharide très utilisé dans l'industrie agroalimentaire. Ce biopolymère est devenue une réalité industrielle, plusieurs recherches sur la chimie de l'inuline, ses propriétés physico-chimiques, nutritionnelles et fonctionnelles, ainsi que ses applications et ses développements futurs sont publiées. Aussi, les méthodes d'extraction ont connue un grand développement a l'échelle pilote et industrielle, et même les méthodes de l'optimisation des conditions de l'extraction en introduisant des méthodes mathématiques dans tous les processus physiques et chimiques. En se familiarisant avec le modèle mathématique d'un procédé, il est possible de le contrôler, de le maintenir à un niveau optimal, de fournir un rendement maximal du produit et d'obtenir le produit à un coût minimal.

L'objectif de notre étude est d'optimiser l'extraction de l'inuline par chauffage conventionnel en utilisant le CCF afin de déterminer les conditions optimales. Notre travail est divisé en quatre chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique sur l'inuline notamment sa structure, ses propriétés physico-chimiques ainsi que les différentes sources à partir de lesquelles on peut extraire ce polysaccharide. Nous avons aussi mentionné les différents méthodes d'extraction à l'échèle pilote et industrielle suives par l'application de l'inuline dans le domaine alimentaire et pharmaceutique.
- Dans le deuxième chapitre nous avons présenté les plans d'expériences, où une comparaison entre la méthodologie classique de recherche et celle de planification des expériences a été citée tout en présentant les principaux avantages et inconvénients. On termine ce chapitre par une terminologie et les différents types des plans d'expériences.

- Le troisième chapitre a été consacré à la description de travail expérimental, nous avons décrit la méthode de planification des expériences, la méthode d'extraction, la caractérisation physico chimique et le matériel et produits chimiques utilisés.
- Dans le dernier chapitre nous avons cité les résultats d'extraction obtenus. Les conditions optimales d'extraction de l'inuline ont été déterminées ainsi qu'une caractérisation physico-chimique de l'inuline extraite est réalisée.

Enfin cette étude s'est terminée par une conclusion générale ainsi que les perspectives.

# CHAPITRE I
# INULINE

## I.1. Introduction

Après les protéines la deuxième grande classe des polymères biologiques est celle des polysaccharides. Ces macromolécules sont produites par une grande variété d'espèces qu'elles soient végétales, animales, bactériennes ou membres de la famille des champignons**[1]**.

Ces polysaccharides ont connu, pendant les dernières années un regain d'intérêt, de fait de leur biocompatibilité et leur biodégradabilité. Ces biopolymères sont généralement très hydrophiles, dans un certain nombre de cas hydrosolubles. Ainsi, on distingue les polysaccharides de structure (cellulose, pectines) et les polysaccharides de réserve (amidon). Ils ont d'autres activités biologiques qui ont été signalés, parmi lesquelles l'activité antioxydante, l'activité anticoagulante, l'activité énergétique et antifongique**[2-4]**.

Ils sont très souvent employés, pour leurs propriétés, comme des agents texturants, épaississants ou gélifiants, dans divers domaines : agroalimentaire, cosmétique et pharmaceutique**[5]**.

L'inuline est un polysaccharide intéressant du point de vue nutritionnel ou applications industrielles. Lors de ce chapitre, on va présenter l'ensemble des informations concernant ce polymère : structure, sources, propriétés physico-chimiques, applications industrielles et méthodes d'extractions.

## I.2 Définition

L'inuline a été découverte par la scientifique allemande Valentine Rose, au début des années 1800, comme une source de carbohydrates à partir des racines *d'Inula Helenium*, et après nommé inuline par Thomson en 1817. Elle constitue une part de l'alimentation humaine depuis des siècles. Par exemple, l'oignon, plante riche en inuline, est consommé depuis plus de 5000 ans**[6,7]**.

Au début des années 1990, la production industrielle de l'inuline comme ingrédient alimentaire a commencé en Europe. Cette production utilise presque exclusivement les racines de chicorée comme matière première et se concentre aux Pays-Bas et en Belgique**[8]**.

L'inuline est un polysaccharide naturel de réserve, qui se trouve principalement dans les plantes de la famille des Astéracées telles que les racines de chicorée et les artichauts (Tableau I.1). Il appartient à une classe de fibres alimentaires appelées *Fructane*. Dans les plantes, elles sont fréquemment stockées dans des feuilles et d'autres organes agissant comme réserve de glucides. En outre, les fructanes jouent un rôle fondamental dans l'osmorégulation,

la protection de la plante contre la déshydratation induite par la sécheresse ou la congélation et ils sont impliqués dans la tolérance au stress abiotique**[9,6]**.

**Tableau I.1 : les différentes sources d'inuline** Erreur ! Signet non défini.

| Source | Contenu en inuline (% du poids frais) | Gamme de DP |
|---|---|---|
| Banane | 0.3-0.7 | 2-5 |
| Orge | 0.5-1.5 | Pas de données |
| Chicorée | 15-20 | 2-60 |
| Ail | 9-16 | 2-50 |
| Artichaut de globe | 2-3 | 2-250 |
| Topinambour | 3-10 | 2-50 |
| Poireau | 16-20 | Pas de données |
| Oignon | 1-8 | 2-12 |
| Blé | 1-4 | 2-8 |

## I.3 Structure de l'inuline

L'inuline est un mélange d'unités de polymères linéaires de fructose et d'oligomères de fructose, dans lequel les unités de fructose sont reliées entre 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.**)**[10]**.

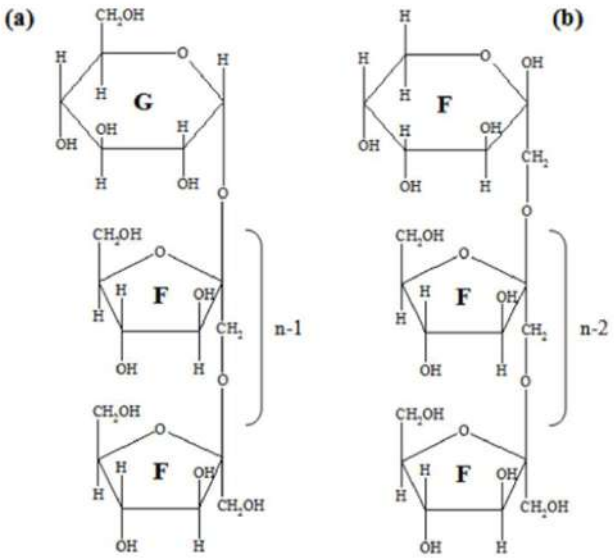



**Figure I. 1 :** Structure chimique de l'inuline (a) GFn (glucose fructose), (b) Fn.n (fructose) est le degré de polymérisation**[11]**.

Le degré de polymérisation de l'inuline (DP) dépend de nombreux facteurs, tels que la source végétale à partir de laquelle le biopolymère est extrait, le climat, les conditions de croissance, la maturité à la récolte et le temps de conservation après la récolte**[12]**.

## I.4 Propriétés physico-chimiques de l'inuline

Les propriétés physico-chimiques et fonctionnelles de l'inuline sont liées à son DP ainsi que la présence de branchements. Sous sa forme pure, l'inuline est une poudre blanche et inodore qui n'a aucun goût**[6,13]**.

### I.4.1 Le degré de polymérisation

Le degré de polymérisation est le nombre total des unités de monomères contenu dans une macromolécule. Lorsque ce degré de polymérisation (DP) est inférieur à 10, on parle d'un oligofructose (FOS) et lorsqu'il est supérieur à10, on parle d'un polysaccharide. L'inuline native possède un degré de polymérisation (DP) compris entre 2 et 60 ou supérieur**[14]**.

### I.4.2 Solubilité

Les fructanes de type inuline ayant une faible masse moléculaire sont solubles dans l'eau froide. Par contre, ceux qui présentent des DP élevés ne sont solubles que dans l'eau chaude et ils sont précipités par l'éthanol. La solubilité augmente avec la diminution de la longueur de chaîne, comme montre la **Figure I.[15,8]**.

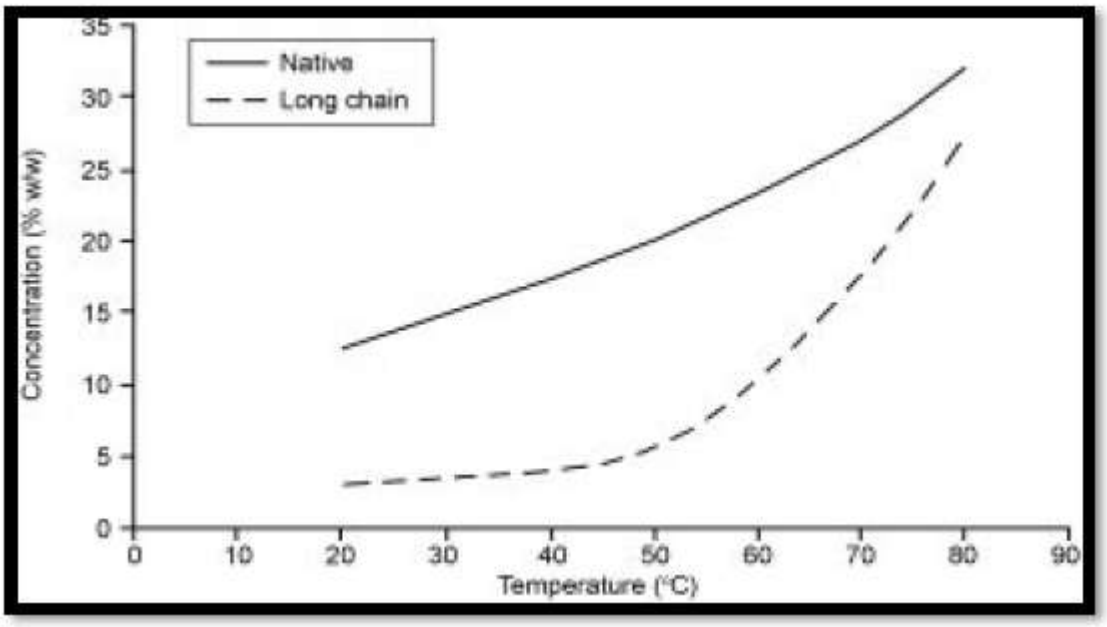



**Figure I. 2**: Solubilité maximale de l'inuline native et l'inuline de haut degré de polymérisation en fonction de température Erreur ! Signet non défini.

Le temps de stockage et la température sont des facteurs importants pour la transparence des solutions d'inuline. Un temps de stockage plus long peut entraîner un développement d'une suspension dû à la précipitation d'inulines à longue chaîne. Les concentrations nécessaires pour obtenir une solution d'inuline limpide stable dans l'eau pendant une longue période de temps sont représentées dans le Tableau I.2. Ceci est important dans le domaine alimentaire, par exemple pour le développement de boissons qui doivent rester claires pendant une plus longue période, ou dans des produits où la précipitation peut conduire à une texture rugueuse par les particules d'inuline précipitées Erreur ! Signet non défini..

**Tableau I.2:** Solubilité à long terme de l'inuline à différents températures Erreur ! Signet non défini.

| Type de l'inuline | Température de stockage | |
|---|---|---|
| | $5^{o}C$ | $20^{o}C$ |
| Inuline native | < 2.0% | < 2.5% |
| Inuline à longue chaîne | < 1.0% | < 1.5% |

### I.4.3 Viscosité

Les solutions d'inuline native dans l'eau ont une viscosité très faible tandis que l'inuline à longue chaîne ne présente qu'une viscosité légèrement supérieure en solution par rapport à l'inuline native: par exemple une solution à 20% dans l'eau a une viscosité d'environ 4,5 mPa.s à 20°C Erreur ! Signet non défini..

### I.4.4 Stabilité a la chaleur

L'inuline est stable à des températures inférieures 140°C (lorsqu'elle est dissoute à un pH presque neutre) et peut donc être traitée facilement dans la plupart des applications alimentaires. Elle se décompose à des températures supérieures à 140°C. Sous forme de poudre, la stabilité à la chaleur est beaucoup plus élevée Erreur ! Signet non défini..

### I.4.5 Stabilité aux acides

La liaison glucidique β- (2,1) dans l'inuline est susceptible à l'hydrolyse acide. Le degré d'hydrolyse dépend du pH, de la composition du produit alimentaire (teneur en matière sèche) et de la combinaison temps-température (pendant le traitement thermique ou la durée de conservation). En général, l'hydrolyse ne se produira pas à des pH supérieurs à 4. A des pH inférieurs à 4, une hydrolyse peut se produire avec une vitesse dépendante du pH et de la température réelle. Par exemple, l'hydrolyse n'est pas observée à des températures inférieures

à 10°C à n'importe quel pH compris entre 3.0 et 7.5, mais à un pH 3 et à 25°C, une hydrolyse d'environ 10% a eu lieu en 1 semaine. La **Figure I.** présente le comportement de trois solutions différentes d'inuline stockées à un pH de 3.5 et sous une température de 20°C pendant 6 mois Erreur ! Signet non défini..

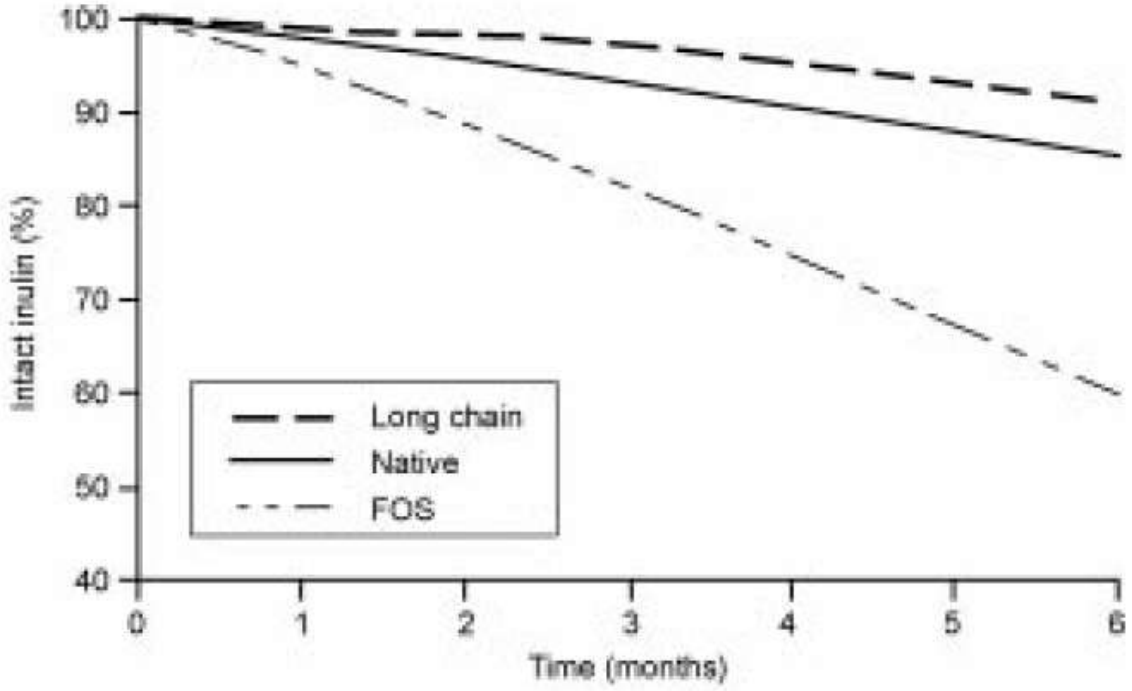



**Figure I. 3:** Hydrolyse de différents types d'inulines à pH 3.5 et 20°CErreur ! Signet non défini..

## I.5 Extraction d'inuline

En raison de sa grande disponibilité dans la nature et de son rôle significatif dans l'industrie, l'extraction, l'isolement et la caractérisation des fructanes de type inuline font encore l'objet d'attention ces dernières années Erreur ! Signet non défini.**]**.

### I.5.1 Extraction à l'échelle pilote

#### I.5.1.1 Extraction par chauffage classique

Selon cette méthode, les racines ont été nettoyées, puis tranchées dans une trancheuse de betterave et finalement extrait avec de l'eau chaude. Pour séparer les particules solides et les matières colorantes, on ajoute du carbone actif et de la terre siliceuse au jus brut, qui est ensuite filtré et évaporé sous vide. Le jus épais résultant a été chauffé à 95°C puis, pendant une période de 30h, refroidi à 4°C sans agitation. Ceci a poussé l'inuline à précipiter ou à cristalliser sous forme de substance pâteuse. Afin d'éviter que des forces de cisaillement

intensives ne détruisent la purée de cristal, on évite autant que possible le pompage ou l'agitation; Seulement alors, la filtration sur un filtre rotatif était possible**[16]**.

### I.5.1.2 Extraction par induction électromagnétique

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" 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.

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**[17]**.

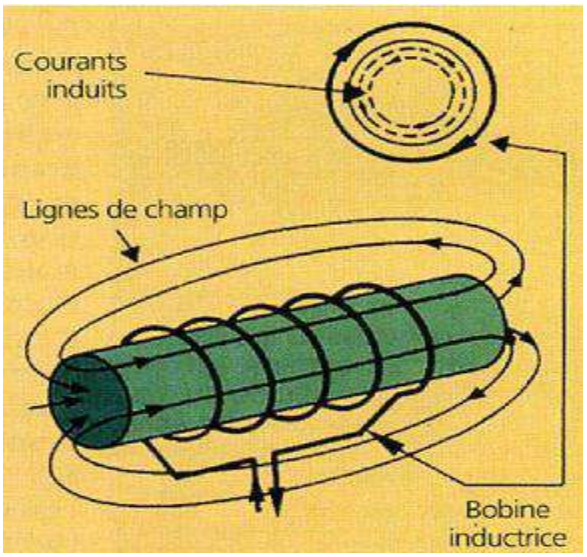



**Figure III.4** : principe de chauffage par induction.

### I.5.1.3 Extraction assisté par ultrasons

Il est souhaitable de trouver une méthode économique d'extraction de l'inuline qui présente un rendement et des activités élevés. L'application de l'ultrason semble très prometteuse pour obtenir le haut rendement et les activités, comme l'ont conclu les études sur l'extraction de protéines et de composés médicinaux, etc…

Le procédé d'extraction d'inuline à partir d'une racine de bardane par ultrasons a été réalisé en utilisant un processeur à ultrasons à 25 kHz (modèle VCX 750). Cinq grammes de poudres

de racine de bardane séchées ont été dispersés avec 75 ml d'eau distillée. La sonication a été effectuée dans une chambre en acier inoxydable à double paroi en utilisant une sonde en titane avec une face émettrice de 19 mm de diamètre qui a été maintenue immergée 1 cm sous la surface de l'échantillon pendant la sonication. La température a été maintenue constante pendant toute la sonication en faisant circuler de l'eau à travers l'enveloppe de la chambre. Les échantillons ont été exposés pour l'extraction à différentes amplitudes, temps et température**[18]**.

#### I.5.1.4 Extraction par micro-onde

L'énergie des micro-ondes (MO) est un type de rayonnement électromagnétique non ionisant avec des longueurs d'onde typiquement dans la gamme de 1 mm à 1 m, correspondant à 0,3 à 300 GHz. Néanmoins, la plupart des instruments commercialisés, à la fois pour applications domestiques et industrielles, opèrent à des fréquences fixes (typiquement 2,45 GHz). L'application de micro-ondes à un milieu favorise la migration électrophorétique des ions suivant le champ électrique produit par les micro-ondes. La direction des ions change autant de fois que le champ change son signe. La résistance du milieu à la migration ionique génère de la chaleur en raison de la collision entre les molécules. En même temps, les molécules dipolaires tentent de s'aligner sur le champ électrique. Le phénomène promu d'alignement, de randomisation et de réalignement des dipôles conduit à des collisions entre eux et les molécules environnantes, ce qui génère de l'énergie et augmente la température moyenne. En général, la conduction ionique et la rotation du dipôle se produisent simultanément et changent l'énergie des micro-ondes en thermique. Entraînant un réchauffement presque immédiat de l'échantillon**[19]**.

### I.5.3 Extraction à l'échelle industrielle

Le procédé de production consiste à extraire l'inuline naturelle des racines de chicorée par diffusion dans l'eau chaude, d'une manière très similaire à l'extraction du saccharose des betteraves sucrières**[20]**.

Une première étape d'épuration est appliquée au jus d'extrait par calcination et carbonatation à pH élevé. Les peptides résultants, les anions, tel que les phosphates, les protéines dégradées et les colloïdes sont piégés dans des blocs. Dans une deuxième étape, le jus brut est encore affiné en utilisant des échangeurs d'ions cationiques et anioniques pour la déminéralisation et du charbon actif pour la décoloration. La technologie utilisée est comparable à celle du traitement de l'amidon. Après déminéralisation et décoloration, le jus

est passé sur un filtre de 0.2 µm pour être stérilisé, puis évaporé et séché par pulvérisation**[21]**.

Le procédé décrit ci-dessus n'est pas seulement utilisé pour la production d'inuline, mais également pour la production de sirops de fructose et de sirops d'oligofructose (

). Le seul procédé supplémentaire nécessaire est une étape d'hydrolyse. Le sirop de fructose est produit en utilisant l'enzyme inulinase (Fructozyme), qui a à la fois endo- et exo-activité. Les conditions de travail sont un pH de 4.5 et une température de 60°C. Le sirop de fructose résultant a une teneur élevée en fructose, en moyenne 85% ou plus, une faible teneur en oligosaccharides (<4%) et aucun arrière-goût Erreur ! Signet non défini.**1]**.

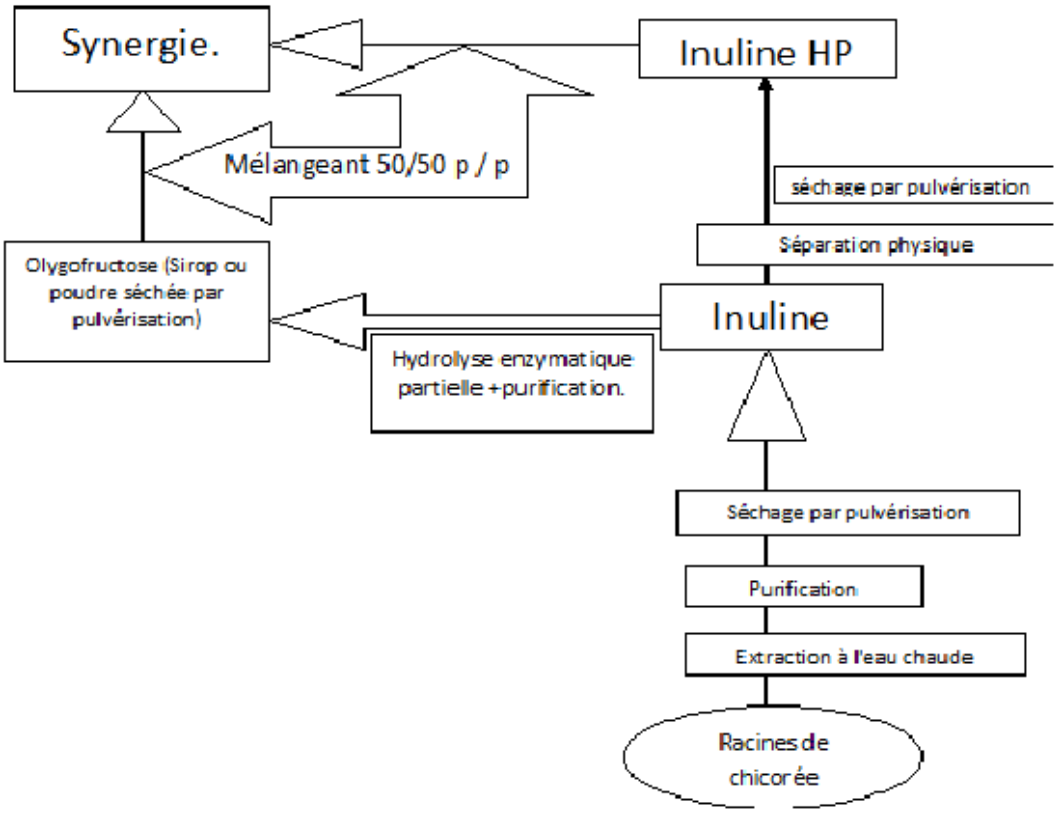



**Figure I.5 :** Procédés industriels pour produire l'inuline de chicorée, l'oligofructose et leurs dérivés Erreur ! Signet non défini.**0]**.

## I.6 Les applications d'inuline

### I.6.1 Applications alimentaires

L'inuline a toujours été un composé naturel de notre alimentation, car elle est présente dans de nombreux légumes et aliments. Dès 1912, Lewis a évalué la valeur de l'inuline comme denrée alimentaire. Van Loo Erreur ! Signet non défini.**1]** a calculé la dose

journalière d'inuline prise par habitant qui varie entre 3 et 10g dans le Benelux et entre 6 et 17g en Espagne. L'inuline est considérée comme un ingrédient alimentaire et non comme un additif. Cela a déjà été confirmé par les autorités de tous les pays de l'UE, l'Australie, le Japon, la Suède et la Suisse. Aux États-Unis, un comité d'experts a déterminé le statut GRAS (généralement reconnu comme sûre) de l'inuline. En plus de l'application de l'inuline comme une fibre soluble ou un exhausteur de goût. Une propriété unique est qu'elle peut être utilisée comme un substitut de graisse tout en gardant la texture du mélange. A cette fin, l'inuline est ajoutée à une solution aqueuse et un mélangeage à haute énergie (cisaillement) est appliqué. Après quelques heures, on obtient une structure lisse et onctueuse, idéale pour remplacer les graisses dans les tartinades, les pansements, les produits de boulangerie, les produits laitiers et même dans la glace Erreur ! Signet non défini.**1]**.

Des études cliniques effectuées à l'aide de régimes alimentaires à base de fructooligosaccharides ont montré d'autres effets parmi lesquels on trouve :

- Une diminution de la constipation.
- Une diminution de substances putréfactives dans le gros intestin.
- Une diminution du taux de glucose et d'insuline dans le sang, ce qui représente alors un intérêt dans le traitement de certains sujets diabétiques.
- Une diminution du taux de cholestérol total sanguin ainsi que des triglycérides Erreur ! Signet non défini.**5]**.

### I.6.2 Applications pharmaceutiques

La non-toxicité de l'inuline a été démontrée de façon spectaculaire par Shannon et SmithErreur ! Signet non défini. quand l'un des auteurs s'est injecté 160mg d'inuline par voie intraveineuse et «aucune perturbation, ni effet malade n'a été observé». Ce test était nécessaire avant que l'inuline puisse être utilisée comme substrat pour tester la clairance rénale. Pour les études de GFR (taux de filtration glomérulaire), l'inuline est considérée comme la norme. Le taux de GFR est une indication de la capacité des reins d'enlever une substance du sang et de la transmettre dans l'urine. L'inuline est un produit idéal pour évaluer ce GFR car il est non métabolisable, non toxique et filtré librement à travers les reins. La perméabilité d'inuline est également utilisée comme test standard appliqué aux reins artificiels Erreur ! Signet non défini.**1]**.

L'inuline est un véhicule idéal pour l'administration de médicaments dans le côlon puisque les liaisons glycosidiques β (2-1) sont stables à la gamme de pH et de force ionique observée dans le tractus gastro-intestinal humain. Une autre application de l'inuline dans la zone pharmaceutique est, Cryoprotecteur. Dans cet aspect, l'inuline peut être utilisée dans la

lyophilisation des protéines pour la protéger contre les changements de conformation et éviter la perte de son activité biologique. À cet égard, des études antérieures ont démontré que l'inuline exerce deux effets protecteurs: (i) remplace l'eau qui hydrate les protéines et (ii), une fois que la protéine est encapsulée dans une structure vitreuse, empêche son déploiement tout en préservant sa morphologie et sa cristallisation, Inhibant la cinétique des réactions de dégradation pendant le stockage Erreur ! Signet non défini.**9]**.

### I.6.3 Autres applications non alimentaires

Le fructose, l'inuline ou les jus non purifiés d'inuline extrait à partir de racines ou de tubercules, peuvent être utilisés dans de nombreuses voies différentes. Par exemple, on peut les considérer comme des précurseurs dans la production de certains produits chimiques tels que l'éthanol, l'acétone, butanol et le 2,3-butanediol. D'autre part, de nouvelles applications réalisées à base d'inuline sont actuellement recherchées dans le domaine non-alimentaire en tant que source de matériaux facilement biodégradables et renouvelables. En effet, les réactions chimiques effectuées sur les nombreux groupements hydroxyles de l'inuline donnent naissance à des nouveaux composés, en particulier des polycarboxylates comme les dicarboxyinulines qui sont des excellents agents capables de complexer les ions calcium et qui présentent ainsi des applications potentielles dans la formulation de nouveaux détergents Erreur ! Signet non défini.**5]**.

## I.7 Conclusion

Les polysaccharides, quelques soit leur origine végétale ou microbienne, possèdent des propriétés physico-chimiques et des fonctionnalités variées, permettant leur utilisation dans des applications industrielles potentielles notamment dans le domaine pharmaceutique. Nous avons présentés lors de ce chapitre des généralités sur l'inuline, un polysaccharide très utilisé dans le domaine alimentaire et son utilisation dans le domaine pharmaceutique connaît un grand progrès.

# CHAPITRE II
# PLANS D'EXPERIENCES

## II.1 Introduction

L'expérience prend une place centrale dans la science, en particulier aujourd'hui, en raison de la complexité des problèmes liés à la science. La question de l'efficacité de l'utilisation de l'expérience est donc imposée. Bernal **[22]** a estimé que la recherche scientifique est organisée de manière assez chaotique pour que le coefficient de son utilité soit d'environ 2%. Pour accroître l'efficacité de la recherche, il est nécessaire de développer les plans d'expériences (PDE).

## II.2 Historique

Les fondements des plans d'expériences ont été établit au début des années 30 par le statisticien anglais R.A Fisher en s'intéressant à la recherche agronomique. Après 1945, les plans d'expériences suscitent un regain d'intérêt dans le monde anglosaxon.

A partir des années 50, Taguchi et Masuyama élaborent des tables permettant de construire des plans d'expériences orthogonaux adaptés à la majorité des problèmes industriels. Par la suite, les méthodes initiées par Taguchi se sont répandus aux Etats-Unis puis en Europe. Ce n'est que dans les années 60 que certains travaux, adapté à l'étude de nombreux facteurs quantitatifs séduisent l'industrie chimique**[23]**.

## II.3 Définition

Les plans d'expériences, comme toute autre discipline scientifique, à sa propre terminologie, sa méthodologie et son sujet de recherche. Le titre de cette discipline scientifique lui-même indique clairement qu'il traite des méthodes expérimentales. Les PDE est une approche planifiée pour déterminer les relations de cause à effet. Par conséquent, les éléments suivants sont essentiels:

- Réduction ou minimisation du nombre total d'essais.
- Variation simultanée de tous les facteurs qui formalisent les activités de l'expérimentateur.
- Choix d'une stratégie claire qui permet d'obtenir des solutions fiables après chaque expérience.

L'objectif des PDE est de collecter le maximum d'informations pertinentes avec un minimum de temps et de ressources. Il est important de se rappeler également que les PDE devraient être aussi simple que possible et conforme aux exigences du problème**[22]**.

## II.4. Méthodologie de recherche

Les méthodologies de recherche empirique peuvent être divisées en deux grands groupes:

### II.4.1. Méthode classique ou passif

L'approche traditionnelle exige des dépenses matérielles considérables et prend plus de temps, car l'effet de chaque facteur peut être conçu pour étudier un facteur à la fois afin que toutes les autres variables indépendantes (facteurs) soient maintenues constantes.

Dans le même temps, les facteurs n'ont pas plus de 4 ou 5 valeurs différentes (niveaux de variation) car le nombre total d'essais est particulièrement important. Si, par exemple, l'effet de cinq facteurs doit être testé où chacun d'eux peut être varié à cinq niveaux, puis pour le test complet du sujet de recherche, il est nécessaire de réaliser $5^5 = 3125$ différentes combinaisons de facteurs-essais sans Les réplications d'essai ont pour but de réduire les erreurs expérimentales. Le nombre de points de conception expérimentale classés est difficile à réaliser, de sorte que, dans la pratique, leur nombre est réduit au détriment de la réduction du domaine spatial facteur déterminé ou du nombre de niveaux de facteurs. Dans les deux cas, la confiance des conclusions, basée sur les résultats expérimentaux, est réduite**[22]**.

Dans les méthodes de recherche classiques, l'objectif principal est de définir la ‘’règle / loi’’, qui a la propriété d'une catégorie absolue, à un niveau de connaissance donné. La loi est soit inconditionnellement correcte soit non. Une telle approche rend difficile l'étude d'un système complexe, car, lorsque de nombreux facteurs ont des effets complexes, il est difficile de trouver le système mathématique correct en accord avec les lois. En outre, les solutions approximatives sont insensées car nous ne pouvons pas parler de lois «mauvaises» et «bonnes»**[22]**.

### II.4.2. Méthode actif ou statistiquement conçu

Les insuffisances mentionnées dans la conception classique d'une expérience peuvent être efficacement éliminées et surmontées par la conception statistique et le calcul des résultats obtenus au moyen de méthodes d'analyse statistique. Dans les plans d'expériences, le modèle mathématique n'est pas absolu. Il ne propose qu'une idée approximative sur le sujet de la recherche et on peut parler de modèles mathématiques "bons" et "mauvais". L'essence des plans d'expériences est qu'il permet d'obtenir des solutions optimales même s'il est vraiment impossible d'obtenir un modèle mathématique fonctionnel (déterministe) et de définir précisément une règle**[22]**.

Les avantages fondamentaux des plans d'expérience par rapport à la méthode classique sont les suivants:

- Il offre des possibilités de test plus larges, les effets du facteur variant sur le résultat final, car les résultats de tous les essais sont utilisés pour calculer les effets;
- Il permet d'établir la taille des interactions factorielles, de plus, c'est la seule façon dont de telles interactions peuvent être déterminées;
- La précision des données d'une expérience active est atteinte par beaucoup moins d'essais statistiquement conçus, c'est-à-dire au même nombre de tests, une expérience active offre des informations plus complètes et plus précises;
- L'objectif final de recherche mis en place est réalisé d'une manière systématique, bien pensée et organisée en peu de temps avec beaucoup moins d'opérations et les coûts matériels les plus faibles possibles;
- Dans une expérience classique, on ne peut habituellement pas tenir compte des changements incontrôlés, des erreurs résultant de la variation matérielle et des erreurs résultant de la séquence de test;
- En faisant une expérience classique, on obtient des tableaux et des graphiques maladroits difficiles à analyser simultanément;
- Une expérience active élimine l'une des principales hypothèses d'expérimentation classique ayant trait à la nécessité de fixé les facteurs de perturbation. Un chercheur est consciemment suggéré de faire des situations aléatoires - des randomisations de sorte que les facteurs difficiles à stabiliser et incontrôlables pourraient avoir un caractère aléatoire;
- Une expérience active a une propriété successive, où chaque étape suivante est projetée et conçu sur la base des résultats d'une série précédente d'essais;
- Une expérience classique est un cas particulier d'une conception statistique active de l'expérience où l'effet individuel de certains facteurs sur la réponse du système est Testé. Du point de vue mathématique, une expérience classique offre des effets partiels, tandis que l'actif donne l'effet total, car tous les facteurs sont variant simultanément dans l'expérience.
- Il permet d'affirmer la légalité des phénomènes dans le domaine spatial expérimental dans son ensemble**[22]**.

## II.5. Terminologie

### II.5.1. Variables naturelles (réelles) ou facteurs

Ces facteurs étudiés sont notés Zj (j = 1 à k, k le nombre de facteurs). Lorsque la variable naturelle Zj prend deux niveaux dans une expérimentation, on convient de désigner par Zj (min) son niveau inférieur et par Zj (max) son niveau supérieur**[24]**.

### II.5.2. Variables codées

Le traitement des données, issues des plans d'expériences, exige l'utilisation de variables centrées, réduites et sans dimension, désignées par « variables codées », à la place des « variables réelles ». Pour cela, on associe à chaque variable réelle Zj une variable codée xj, qui prend le niveau (– 1) pour le niveau Zj (min) et le niveau (+ 1) pour le niveau Zj (max).

Il est important de bien préciser ce que nous entendons par « variables centrées réduites » car nous donnons ici, à cette expression, un sens différent de celui qui est habituellement retenu en statistiques, où une « variable centrée réduite » est une variable de moyenne nulle et de variance unité. La théorie des plans d'expériences utilise une définition différente pour les « variables centrées réduites », centrées pour indiquer le changement d'origine et réduites pour signaler la nouvelle unité. Pour éviter toute confusion, précisons en le sens : Soit Z une variable qui au cours de l'expérimentation prend les valeurs extrêmes Zmin et Zmax, on fera correspondre à ces deux valeurs d'origine les variables centrées réduites -1 et +1 respectivement**[24 ;25]**.

### II.5.3. Formules de codage

L'établissement du modèle exprimant la réponse en fonction des paramètres opératoires, nécessite la transformation de ces derniers en variables codées ou variables centrées réduites. La formule permettant le passage des variables réelles aux variables codées est :

$$x_j = \frac{Z_j - Z_j^0}{\Delta Z_j}, \quad j=1,2,...,k$$

$$Z_j^0 = \frac{Z_{j\max} + Z_{j\min}}{2} \qquad \text{et} \qquad \Delta Z_j = \frac{Z_{j\max} - Z_{j\min}}{2}$$

Avec:

$x_1, x_2, \ldots, x_k$ : Variables centrées réduites ou variables codées;

$Z_1$, $Z_2$,…., $Z_k$ : Facteurs contrôlables (variables réelles);

$Z_1^0, Z_2^0, ..., Z_k^0$ : Variables réelles correspondantes au centre du planErreur ! Signet non défini.**4]**.

### II.5.4. Matrice d'expériences

C'est la matrice qui rassemble les niveaux pris par les variables codées pour les différentes expériences à réaliser dans le cadre du plan choisi Erreur ! Signet non défini.**4]**.

### II.5.5. Domaine expérimental et domaine d'étude

Le domaine expérimental est l'espace défini par la variation des facteurs quantitatifs et/ ou par les combinaisons des modalités des facteurs qualitatifs. Un domaine d'étude est défini comme l'ensemble de tous les points de la surface de réponse délimitée par les niveaux bas et haut de chaque facteur ; c'est donc un espace m-dimensionnel, dans lequel chaque point représente un "traitement"**[26].**

### II.5.6. Surfaces de réponse

À chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. À l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponses qui se localise sur une surface appelée surface de réponse**[25]**.

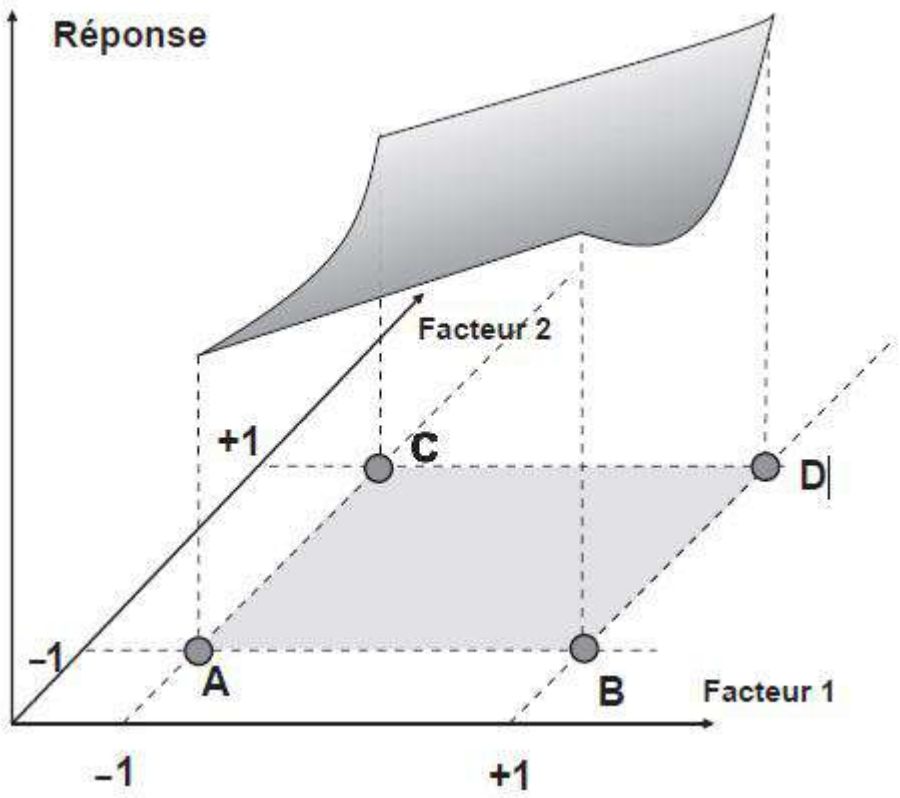



**Figure II.4** : Ensemble des réponses qui correspond à tous les points du domaine d'étude forme la surface de réponse**[25]**.

## II.6. Contraintes

Aux limites inférieures et supérieures de chaque facteur, viennent souvent s'ajouter les contraintes, c'est-à-dire des conditions pratiques particulières pour lesquelles il est exclu de réaliser des expériences. Il peut s'agir d'impossibilités manifestes ou plus simplement de limites imposées par l'expérimentateur. Ces contraintes ne sont prises en compte que lorsqu'elles viennent restreindre l'espace de recherche**[27]**.

## II.7. Types des plans d'expériences

### II.7.1. Les plans D optimale

Le plan de D optimale est très intéressant pour les chercheurs car son application fournit une précision maximale pour estimer les coefficients de régression. Le prix pour une précision plus élevée est payé par un nombre accru de points de conception, ce qui explique pourquoi ces conceptions sont moins fréquemment utilisées dans la pratique. Les points expérimentaux sont en couronnes hypercube, au milieu des bords et au centre des plans bidimensionnels Erreur ! Signet non défini.**2]**.

### II.7.2. Les plans de Koshal

Les plans de Koshal sont des plans qui permettent de déterminer uniquement les effets principaux des facteurs. On ne peut pas évaluer les interactions. Ces plans, peu connus, sont très pratiques pour dégrossir un problème. Ils offrent l'avantage de donner directement l'effet des facteurs**[28]**.

### II.7.3. Les plans de Rechtschaffner

Les plans de Rechtschaffner sont des plans factoriels simplifiés qui permettent de déterminer les effets des facteurs et les interactions d'ordre deux. Toutes les autres interactions sont supposées nulles avant même l'expérimentation Erreur ! Signet non défini.**8]**.

### II.7.4. Les plans de Plackett et Burmann

Ces plans sont utilisés pour sélectionner les facteurs les plus influents sur la réponse Y et où les interactions sont négligeables ou supposées négligeables. Les plans P B sont quelques fois dits plans de criblage. En effet, ces plans se présentent sous forme de matrices carrées orthogonales dont les éléments sont égaux à ±1 Erreur ! Signet non défini.**6]**.

#### II.7.4.1. Les principaux avantages

- Ils sont particulièrement économiques pour détecter les effets principaux ;
- Ils sont orthogonaux, permettant ainsi d'estimer les paramètres du modèle avec une précision optimale ;

- Ils sont des plans saturés, car ils comportent autant d'essais que de coefficients (correspondant aux effets principaux) à déterminer dans le modèle mathématique. Toutefois ils permettent d'étudier les interactions de 2 facteurs si le nombre d'essais n'est pas une puissance de deux sans étudier les interactions qui sont confondues avec les facteurs simples Erreur ! Signet non défini.**6]**.

#### II.7.4.2. Les inconvénients

- Ces plans n'utilisent que 2 niveaux uniquement, ne peuvent donc étudier les effets non linéaires.
- Les propriétés des plans du Plackett—Burman sont basées sur celles des matrices d'Hadamard, cela contraint toutefois l'expérimentateur à un nombre d'essais n égale à un multiple de 4 Erreur ! Signet non défini.**6]**.

### II.7.5. Les plans de Taguchi

La méthode de Taguchi vise à combiner un ensemble de techniques pour obtenir des améliorations rapides de la qualité et des coûts de production. Dans un premier temps, elle a connu un succès dans les secteurs industriels et en particulier dans le domaine agroalimentaire. Elle vise essentiellement à simplifier la mise en œuvre des plans d'expériences. Elle propose un recueil de tables et des outils d'aide au choix de la table la plus adaptée. Chaque table peut être identifiée par la forme $L_g$ ($p^f$) avec :

- g : nombre de lignes
- p : nombre de modalités (niveau des facteurs) pour l'ensemble des facteurs
- f : nombre de colonnes (nombre de facteurs + interactions) Erreur ! Signet non défini.**6]**.

#### II.7.5.1. Les avantages

Les avantages majeurs de l'approche Taguchi sont :

- Les plans associés sont préférés aux méthodes standards des plans d'expériences, d'utilisation simple et ne demandant pas des connaissances particulières en techniques statistiques.
- Ils offrent une stratégie unique des systèmes avec les caractéristiques dynamiques (variables) de la réponse.
- Ils favorisent l'analyse graphique et évitent l'analyse complexe des résultats Erreur ! Signet non défini.**6]**.

#### II.7.5.2. Les inconvénients

- Les tables ne contiennent qu'un nombre limité de plan d'expériences, ce qui oblige certains utilisateurs non avertis à modifier leur problème en fonction d'un plan cité.

- Elle ne tient compte d'aucun progrès réalisé dans l'emploi des plans d'expériences depuis 1950 (transformation des réponses, emploi des modèles non-linéaires, ... etc.) Erreur ! Signet non défini.**6]**.

### II.7.6. Les plans de Box-Behnken

Les points expérimentaux dans ce plan sont au milieu des arêtes de chacun des côtés du cube. Ce plan comporte douze essais auxquels on peut ajouter un (ou plusieurs) point central. Les plans de Box-Behnken répondent à un critère d'optimisation particulier : l'erreur de prévision des réponses est la même pour tous les points d'une sphère (ou une hyper sphère) centrée à l'origine du domaine expérimental. C'est le critère d'isovariance par rotation. Le plus connu des plans de Box-Behnken est celui qui permet d'étudier trois facteurs Erreur ! Signet non défini.**8]**.

### II.7.7. Les plans sursaturés

Un plan saturé est un plan qui comporte autant d'essais que de coefficients à déterminer dans le modèle mathématique. Les plans de Rechtschaffner, les plans de Plackett et Burman et les tables de Taguchi sont souvent des plans saturés. Un plan sursaturé est un plan qui comporte moins d'essais que de coefficients à déterminer dans le modèle mathématique. A ce titre les plans factoriels fractionnaires peuvent être considérés comme sursaturés. Mais, il existe des plans encore plus sursaturés que les plans factoriels fractionnaires. Ces plans sont utiles lorsqu'il y a beaucoup de facteurs à examiner et lorsqu'on est sûr que peu d'entre eux sont influents sur la réponse. Certains plans proposent l'étude de 66 facteurs en 12 essais ou de 272 facteurs en 24 essais. Mais l'interprétation n'est pas toujours facile Erreur ! Signet non défini.**8]**.

### II.7.8. Plans à plusieurs niveaux

#### II.7.8.1. Carrés latins

Les carrés latins sont des plans pour étudier 3 facteurs prenant chacun 3 niveaux. On réalise 9 essais au lieu de 27 pour le plan complet. Ce sont des plans factionnaire $3^{3-1}$. La disposition des points expérimentaux est telle que tous les niveaux sont représentés et qu'il n'y a pas de répétition Ces plans sont souvent utilisés pour les variables discrètes Erreur ! Signet non défini.**8]**.

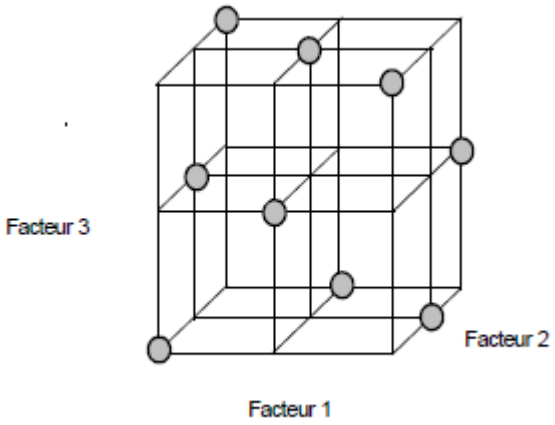



**Figure II.5 :** Plan en carrés latins pour 3 facteurs

### II.7.8.2. Carrés gréco-latins

Les carrés gréco-latins sont des plans de 16 essais permettant d'étudier 4 facteurs ayant chacun 4 niveaux. Ce sont des plans $4^{4-2}$. L'emplacement des points expérimentaux est tel que la matrice de calcul est orthogonale. Ces plans sont utilisés pour les variables discrètes Erreur ! Signet non défini.**8]**.

### II.7.8.3. Carrés de Youden

Youden a développé des plans pour deux variables discrètes prenant plus de quatre niveaux. Le principe est analogue à celui des carrés latins. On réduit le nombre des essais en retirant des points au plan complet. Ces plans sont souvent utilisés pour les variables discrètes. Ils ont servi également de base à l'établissement de plans pour simulations numériques Erreur ! Signet non défini.**8]**.

## II.8. Conclusion

Les plans d'expériences ont fait une révolution dans les recherches scientifiques, ces derniers possèdent non seulement des propriétés d'optimalités assez intéressantes, mais aussi ils permettent de déterminer l'ensemble de paramètres expérimentaux qui produisent une valeur optimale de la réponse. Si le modèle est validé, l'équation de surface de réponse peut être utilisée pour prédire la réponse étudiée à n'importe quel point du domaine expérimental Erreur ! Signet non défini.**6]**.

# CHAPITRE III
# MATERIEL ET METHODES

## III.1 Introduction

Cette partie expérimentale est réalisée au sein de Laboratoire de physico-chimique (Hall Technologie) de la faculté de science et technologie de l'université Dr. Yahia Fares de MEDEA.

Notre étude expérimentale consiste d'une part à optimiser les paramètres d'extraction d'inuline à partir des akènes d'artichauts, en utilisant la méthodologie des plans d'expériences. Et d'autre part à caractériser l'inuline extraite dans les conditions optimales.

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 rapport pondéral et le temps de contact entre la matière végétale et le solvant d'extraction).
- Faire l'analyse des résultats par les plans d'expériences (l'effet de chaque facteur et l'effet d'interaction entre eux sur l'extraction… etc.).
- Une caractérisation physico-chimique de la substance extraite.

## III.2. Matériel et produits utilisés

### III.2.1.Matériel

- Plaque chauffante/ agitateur (AREC)
- Installation de filtration sous vide
- Centrifugeuse. (Hettich)
- Balance.
- pH-mètre de type Hanna
- Thermomètres.
- Chronomètres.
- Spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier

### III.2.2.Produits utilisés

Les produits utilisés lors de cette étude expérimentale sont résumés dans le tableau ci-dessous

**Tableau III.1** : les produits et matériels utilisé dans l'extraction.

| Produits | Masse molaire (g/mol) | Pureté (%) | Fournisseur |
|---|---|---|---|
| Sulfate de Magnésium héptahydraté ($MgSO_4$, $7H_2O$) | 246.5 | 99 | Sigma |
| Hydroxyde de calcium $Ca(OH)_2$ | 74 | 95 | Sigma-aldrich |
| Hydroxyde de sodium (NaOH) | 40 | 97 | Sigma |
| Ethanol ($C_2H_5OH$) | 46 | 96° | Sigma-aldrich |
| Inuline commerciale | 4140 | 99.5 | Orafti |

### III.3. Préparation de la matière végétale (les artichauts)

Pendant les dernières années l'artichaut a connu un intérêt croissant, une ancienne plante avec nouvelles utilisations. Etant une plante originaire de Méditerranée, les deux premiers pays producteurs sont naturellement l'Italie (60% du volume européen), l'Espagne (27%) et la France se situe au troisième rang au niveau européen (7%)**[29]**.



**Figure III. 6**: Champ d'artichaut en bord de mer.

La composition nutritionnelle des fleurs d'artichauts est représentée par le tableau III.1.

**Tableau III.2**: Composition nutritionnelle des artichauts (par 100g de matière fraiche)**[30]**.

| Composants | Qté. | Min - Max |
|---|---|---|
| Eau | 85.8 g | 84.1 - 89.9 g |
| Protéines | 2.9 g | 2.89 - NC g |
| Lipides | 0.227 g | 0.2 - 0.34 g |
| Acides gras saturés | 0.075 g | - |
| Glucides | 4.84 g | - |
| Sucre | 0.99 g | - |
| Fibres | 5.05 g | 1.8 - 8.9 g |

| Vitamines | Qté. | Min - Max |
|---|---|---|
| Provitamine A Béta-carotène | 8 µg | - |
| Equivalent Vitamine A | 1.33 µg | - |
| Vitamine B2 | 0.02 mg | NC - 0.08 mg |
| Vitamine B3 | 1 mg | NC - 1.11 mg |
| Vitamine B5 | 0.34 mg | 0.24 - NC mg |
| Vitamine B6 | 0.02 mg | NC - 0.08 mg |
| Vitamine B9 | 50 µg | NC - 89 µg |
| Vitamine C | 3.7 mg | 1 - 9.1 mg |
| Vitamine E | 0.19 mg | - |

| Minéraux et oligo-éléments | Qté. | Min - Max |
|---|---|---|
| Calcium | 43.1 mg | 21 - 54.8 mg |
| Cuivre | 0.0831 mg | 0.04 - 0.16 mg |
| Fer | 0.647 mg | 0.45 - 1.12 mg |
| Iode | 0.5 µg | - |
| Magnésium | 41.8 mg | 11 - 69.2 mg |
| Manganèse | 0.166 mg | 0.08 - 0.3 mg |
| Phosphore | 40 mg | NC - 73 mg |
| Potassium | 411 mg | 286 - 692 mg |
| Sélénium | 10 µg | - |
| Sodium | 61.5 mg | 15 - 141 mg |
| Zinc | 0.326 mg | 0.15 - 0.5 mg |

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, on s'intéresse seulement aux akènes de l'artichaut, ils ont été isolés et séparés des bractées, lavés plusieurs fois avec l'eau, puis séchés dans l'étuve à 55°C pendant 24h. 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 1.25mm (**Figure III.2**). La matière végétale obtenue est conservée dans des flacons en verre pour usage ultérieur.

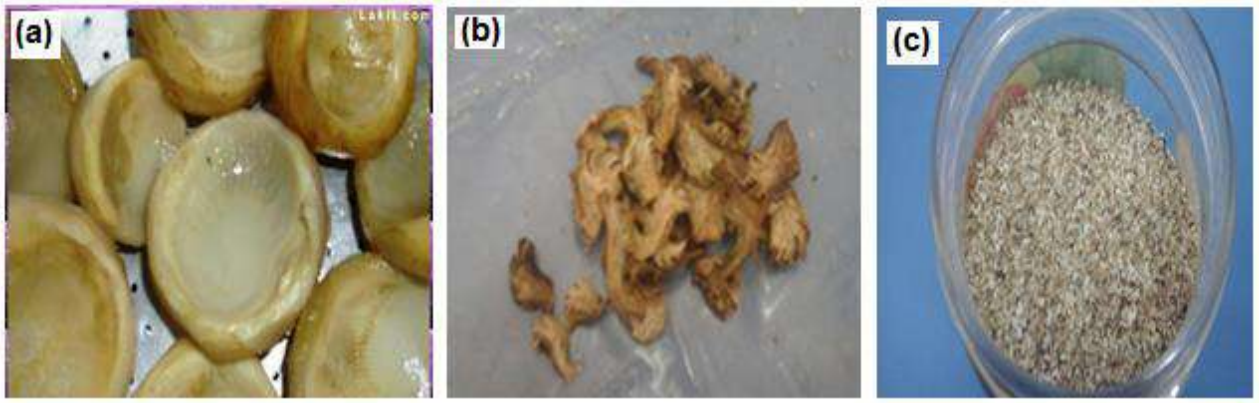



**Figure III. 7** : Akènes d'artichaut : (**a**) après élimination des bractées, (**b**) après séchage, (**c**) après broyage

## III.3 Planification et extraction

### III.3.1 Planification des expériences

Dans notre travail on a utilisé le programme MODE 6.0 pour la planification des expériences, il est un programme Windows pour la génération et l'évaluation des modèles expérimentaux statistiques. En utilisant ce programme, on a créé une matrice de travail.

La première étape est de définir les facteurs et leurs intervalles de variation ainsi que les réponses. Le tableau  représente les facteurs choisis et leurs limites.

**Tableau III.3** : définition des facteurs

| Nom | Abbr | Unité | Intervalle |
|---|---|---|---|
| **température** | T | °C | 55 - 90 |
| **temps** | Temps | min | 30 - 120 |
| **rapport pondéral** | R | % | 2 - 10 |

**Tableau III.4** : définition de la réponse (rendement)

| Nom | Abbr | Unité |
|---|---|---|
| **rendement** | rend | % |

La deuxième étape est de choisir la méthode selon les objectifs à atteindre qui sont :

- Trouvez la réponse optimale, dans notre étude, on cherche à optimiser le rendement d'extraction.
- Le deuxième objectif est de comprendre comment la réponse change dans une direction donnée en ajustant les variables de conception.

Suivant les objectifs si dessus la méthode choisie est la méthode de surface de réponse (RSM).

La dernière étape est de choisir le model le plus approprié qui est le plan composite à faces centrées(CCF). C'est un plan ou le domaine expérimental est un domaine cubique, il présente trois parties :

- Le plan factoriel : c'est un plan factoriel complet ou fractionnaire à deux niveaux par facteurs. Les points expérimentaux sont aux sommets du domaine d'étude.
- Le plan en étoile : les points du plan en étoile sont sur les axes et ils sont, en général, tous situés à la même distance du centre du domaine d'étude.
- Les points au centre du domaine d'étude. On prévoit toujours des points expérimentaux situés au centre du domaine d'étude, et cela aussi bien pour les plans factoriels que pour les plans en étoile**[25]**.

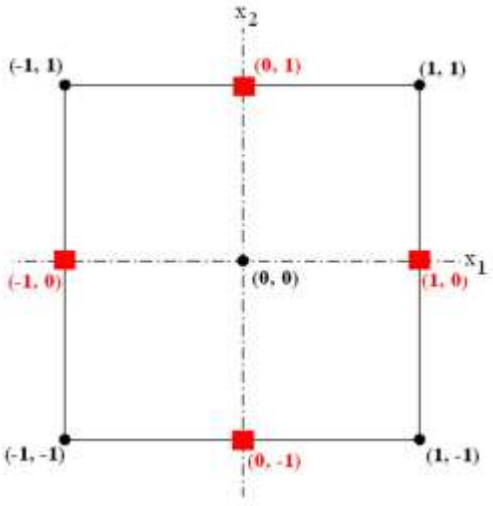



**Figure III. 8**: points expérimentaux d'un plan CCF pour k = 2 facteurs**[31]**.

Après la sélection de toutes les conditions d'extraction notamment la température, le temps d'extraction ainsi que le rapport pondéral, le programme a généré une matrice contenant 17 expérience dont 3 expériences représentent les points centraux (Tableau III. ), il faut signaler que notre objectif est de maximiser la quantité extraite d'inuline (rendement d'extraction).

**Tableau III. 5** : Matrice d'extraction de l'inuline

| Exp No | température ($X_1$) | temps ($X_2$) | rapport pondérale ($X_3$) | rendement (Y) |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 55 | 30 | 2 | |
| 2 | 90 | 30 | 2 | |
| 3 | 55 | 120 | 2 | |
| 4 | 90 | 120 | 2 | |
| 5 | 55 | 30 | 10 | |
| 6 | 90 | 30 | 10 | |
| 7 | 55 | 120 | 10 | |
| 8 | 90 | 120 | 10 | |
| 9 | 55 | 75 | 6 | |
| 10 | 90 | 75 | 6 | |
| 11 | 72,5 | 30 | 6 | |
| 12 | 72,5 | 120 | 6 | |
| 13 | 72,5 | 75 | 2 | |
| 14 | 72,5 | 75 | 10 | |
| 15 | 72,5 | 75 | 6 | |
| 16 | 72,5 | 75 | 6 | |
| 17 | 72,5 | 75 | 6 | |

### III.3.2. Extraction de l'inuline

#### III.3.2.1. Protocole de l'extraction

L'extraction de l'inuline par chauffage conventionnel passe par les étapes suivantes :

- **Extraction dans l'eau chaude**

Lors de cette étape, nous avons introduit une quantité de la matière végétale dans 100ml d'eau distillée de température bien précisée, la quantité de la matière végétale, la température et le temps

de contacte (matière végétale/ eau) sont mentionner dans la matrice de travail (**Tableau III.** ). A la fin le mélange est filtré et récupéré (**Figure III.4**).

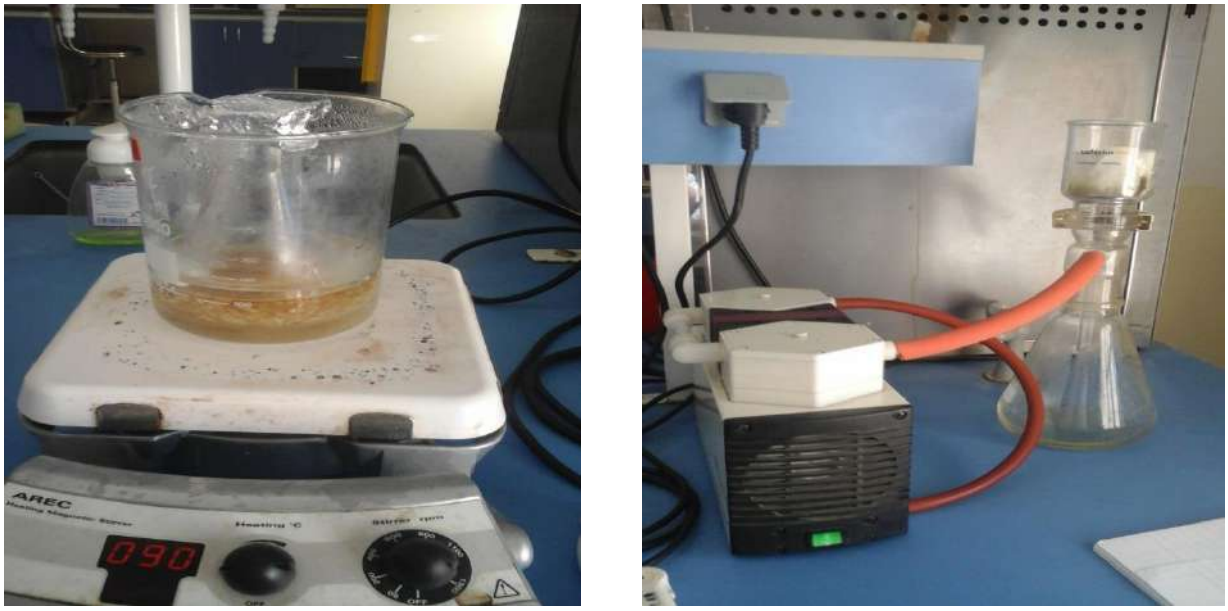



**Figure III. 9**: montage d'extraction et de filtration sous vide

- **Clarification de filtrat**

Le filtrat obtenu est un mélange d'inuline et des colorants. Dans le but d'éliminer ces colorants, nous avons augmenté le pH de l'extrait jusqu'à 9.4 et on a chauffé le mélange à la température de 70°C. Après l'ajustement de pH et la fixation de température, nous avons ajouté une quantité bien déterminée de sulfate de magnésium heptahydraté et d'hydroxyde de calcium. Le mélange est laissé sous agitation pondant 15min puis filtré. Le filtrat récupéré a subit une deuxième clarification de 15min.

- **Précipitation et récupération de l'inuline**

Après la clarification nous avons récupéré l'inuline solubilisée dans la solution. Pour la précipiter, nous avons ajouté l'éthanol froid avec un volume égal à trois fois le volume de la solution clarifiée ($V_{éthanol} = 3*V_{solution}$). La suspension obtenue est centrifugée à la vitesse de 6000 trs/min pendant 5min (**Figure III.5**). A la fin, l'inuline précipitée a été récupérée et séchée à l'air libre pendant 24h.



**Figure III. 10**: Inuline précipitée après centrifugation

### III.3.2.2. Calcul de rendement (R)

Le rendement d'une extraction est calculé suivant la formule III.1, il est exprimé en pourcentage :

$$R\ (\%) = \frac{la\ masse\ de\ l'inuline\ extrait}{la\ masse\ de\ matiére\ végétale\ traitée} \times 100 \qquad \text{III.1}$$

## III.4 Caractérisation physico-chimique

### III.4.1 Analyse spectroscopique FTIR

Pour les inulines extraite et commerciale, les analyses ont été effectuées à l'aide d'un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) Bruker modèle Tensor II. Les spectres d'absorption ont été enregistrés dans la gamme de nombres d'onde comprise entre 400 et 4000$cm^{-1}$.

### III.4.2 Viscosité intrinsèque

La viscosité intrinsèque donne le volume spécifique occupé par la molécule individuelle. Les mesures de viscosité des solutions aqueuses de polymères ont été effectuées avec un viscosimètre Ubbelohde à 25°C. Quatre dilutions ont été préparées à partir d'une solution mère de concentration 8g/L. Le pH de la solution a été maintenu neutre et le temps d'écoulement des solutions a été mesuré à quatre concentrations différentes. A partir du temps d'écoulement des solutions polymérique (t) et celle du solvant ($t_0$, pour l'eau distillée), on a obtenu la viscosité relative ($\eta_{Rel}$ = t / $t_0$). La viscosité spécifique ($\eta_{Sp}$), la viscosité réduite ($\eta_{red}$) et la viscosité inhérente ($\eta_{Int}$) ont été calculées en utilisant les relations mentionnées ci-dessous respectivement :

$$\eta_{sp} = \eta_{rel} - 1 \qquad \text{III.2}$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{C} \quad \text{III.3}$$

$$\eta_{int} = \lim_{C\to 0}\left(\frac{\eta_{sp}}{C}\right) \quad \text{III.4}$$

Où 'C' représente la concentration de polymère en g/ml, la viscosité réduite ($\eta_{red}$) a été tracée en fonction de la concentration. La viscosité intrinsèque a été obtenue à partir du point d'intersection après extrapolation de graphe**[32]**.



**Figure III.6** : viscosimètre d'ubbelohde.

### III.4.3 Poids moléculaire (masse molaire)

De la dépendance de la viscosité intrinsèque sur la masse molaire moyenne en $M_m$, la masse moléculaire peut être discutée. Exprimé par l'équation de Mark et Houwink :

$$[\eta] = k \times M_m^a \quad \text{III.5}$$

Avec k et a sont des constantes dépendantes de nature de polymère et le solvant utilisé.

Pour les fractions ayant une masse molaire inférieure à 50 000 g/mol, Kitamura et al. **[33]**ont précisé la valeurs de k et a qui sont respectivement $6.76*10^{-3}$ et 0.71 (équation III.6) :

$$[\eta] = 6.76 \times 10^{-3} \times M_m^{0.71} \quad \text{III.6}$$

Depuis l'équation (III.6) la masse molaire d'inuline est obtenue selon la formule suivant **[34]**:

$$[M_m] = \sqrt[0.71]{\frac{[\eta]}{6.76\times10^{-3}}} \quad \text{III.7}$$

### III.4.4 Le degré de polymérisation

Le degré de polymérisation est calculé comme étant le rapport entre le poids moléculaire de l'inuline et le poids moléculaire de fructose représenté par la formule suivante :

$$DP = \frac{M_{inuline}}{M_{fructose}} \quad \text{III.8}$$

# CHAPITRE IV
# RESULTATS ET DISCUSION

## IV.1. Introduction

Lors du chapitre trois, on a décrit toutes les méthodes appliquées dans cette étude expérimentale. A présent, ce chapitre est réservé aux résultats obtenus ainsi que toutes les interprétations concernant les trois parties de cette étude.

- Planification des expériences d'extraction d'inuline en utilisant le plan d'expérience CCF
- Analyse des résultats du modèle mathématique généré par le logiciel Modde 6.
- Caractérisation physico-chimique de l'inuline extraite dans les conditions optimales citées auparavant.

## IV.2. Matrice de travail

La matrice d'expériences de l'extraction de l'inuline à partir des akènes des artichauts de type plan composite centré à face centré est donnée dans le Tableau IV.1. Les valeurs de rendements expérimentales sont insérées dans la matrice, il existe 17 valeurs avec 3 répétitions pour le calcul de l'erreur pure. La méthode de régression multiple linéaire a été utilisée pour corréler la réponse avec les 3 facteurs selon un polynôme de second ordre (équation IV.1).

$$Y = \beta_0 + \sum \beta_i X_i + \sum \beta_{ii} X_i^2 + \sum \beta_{ij} X_i X_j \qquad (i, j = 1, 2 \; ou \; 3) \qquad \text{(IV.1)}$$

Avec :

| | |
|---|---|
| $i$ ; j | Facteur 1, 2 ou 3 |
| Y | Réponse prédite (rendement) |
| $\beta_0$ | Terme de décalage |
| $\beta_i$ | Terme représentant l'effet linéaire |
| $\beta_{ii}$ | Terme représentant l'effet quadratique |
| $\beta_{ij}$ | Effet des interactions |
| $X_i$ et $X_j$ | Variables indépendantes codées |

L'équation du modèle de régression quadratique pour Y est défini comme suit :

$$Y = 5.63253 + 3.03X_1 + 0.193X_2 - 6.86X_3 + 3.100X_1^2 + 1.845X_2^2 + 1.45X_3^2 - 0.637X_1X_2 - 3.837X_1X_3 - 0.237X_2X_3 \qquad \text{(IV.2)}$$

**Tableau IV. 4:** Résultats d'extraction par plan CCF

| Exp No | Exp Name | Température ($X_1$) | Temps ($X_2$) | rapport pondéral ($X_3$) | Rendement (Y) |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | N1 | 55 | 30 | 2 | 12,5 |
| 2 | N2 | 90 | 30 | 2 | 27 |
| 3 | N3 | 55 | 120 | 2 | 13 |
| 4 | N4 | 90 | 120 | 2 | 26,5 |
| 5 | N5 | 55 | 30 | 10 | 4,8 |
| 6 | N6 | 90 | 30 | 10 | 5,5 |
| 7 | N7 | 55 | 120 | 10 | 5,9 |
| 8 | N8 | 90 | 120 | 10 | 2,5 |
| 9 | N9 | 55 | 75 | 6 | 5,5 |
| 10 | N10 | 90 | 75 | 6 | 10,5 |
| 11 | N11 | 72,5 | 30 | 6 | 4,83 |
| 12 | N12 | 72,5 | 120 | 6 | 8,66 |
| 13 | N13 | 72,5 | 75 | 2 | 10,5 |
| 14 | N14 | 72,5 | 75 | 10 | 2,2 |
| 15 | N15 | 72,5 | 75 | 6 | 7,5 |
| 16 | N16 | 72,5 | 75 | 6 | 7,5 |
| 17 | N17 | 72,5 | 75 | 6 | 4,83 |

## IV.3. Analyse du modèle

D'après l'analyse de graphe de l'ajustement de modèle (figure IV.1) nous avons remarqué que la valeur de $R^2$ est proche à 1, ce qui signifie que la correspondance du modèle aux données est bien. D'un autre côté le pouvoir prédictif du modèle pour de nouvelles conditions expérimentales est aussi bien car la valeur du constant $Q^2$ est supérieure à 0.5. Nous avons aussi remarqué que la valeur de la validité du modèle est supérieure à 0.25 **[35]**, donc la différence entre l'erreur de modèle et l'erreur pure n'est pas grand (ils sont aux même range). Le dernier paramètre est la reproductibilité qui permet de comparer la variation de la réponse sous les mêmes conditions par rapport à la variation totale de la réponse, une valeur supérieure à 0.5 indique une petite erreur pure et un bon contrôle de l'installation expérimentale.

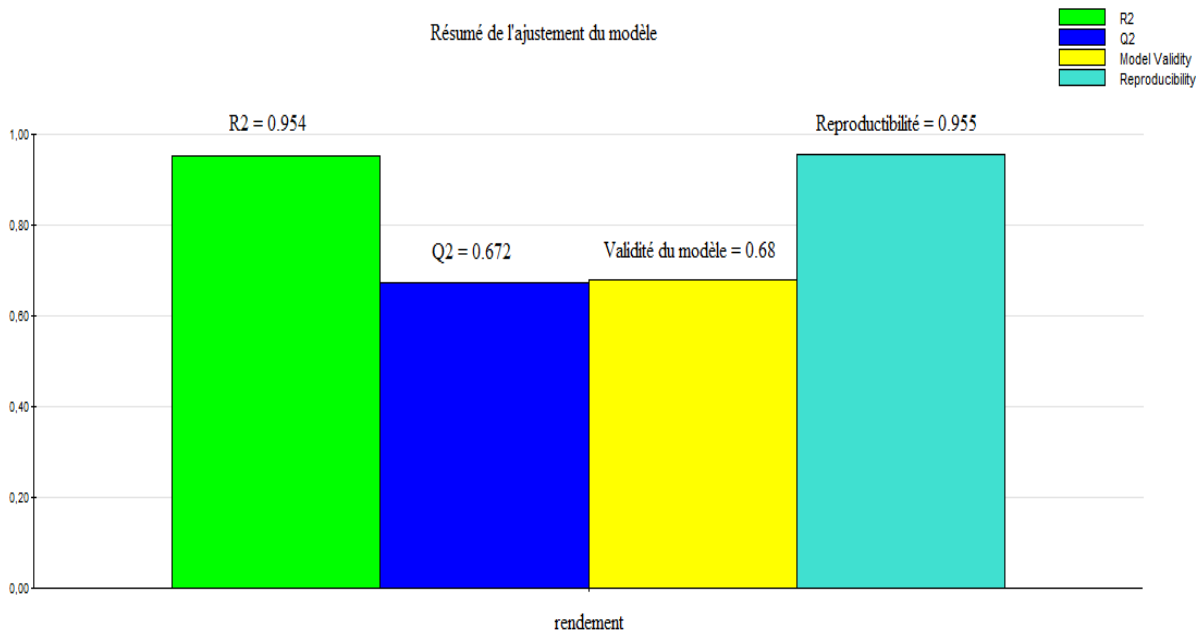



**Figure IV. 11**: Résumé de l'ajustement du modèle.

Les résultats observés sur la figure IV.1 sont confirmés par l'analyse de variance (ANOVA) (tableau IV.2). Le tableau est composé de sept colonnes, la première est réservée à la réponse (rendement d'extraction), les Autres colonnes représentent respectivement : degré de liberté (DF), la somme des carrés (SS), la moyenne quadratique (MS), le rapport de Fischer (F) et la probabilité (P). Les deux valeurs de coefficient de Ficher (**F ;** la moyenne quadratique du modèle divisée par celle de la valeur résiduelle**)** représentent la qualité de la régression et le manque d'ajustement respectivement. La valeur de **P** pour la régression (**P=**0.001) montre que le modèle est statistiquement bien aux sien d'intervalle de confiance de 95%, même chose pour le manque d'ajustement.

**Tableau IV. 5** : Analyse de variance (ANOVA).

| rendement | DF | SS | MS | F | p |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | (variance) | | |
| Totale | 17 | 2340,59 | 137,682 | | |
| Constante | 1 | 1500,62 | 1500,62 | | |
| | | | | | |
| Total corrigé | 16 | 839,977 | 52,4986 | | |
| Régression | 9 | 801,188 | 89,0209 | 16,0649 | **0,001** |
| Résiduelle | 7 | 38,7892 | 5,54131 | | |
| | | | | | |
| Manque d'ajustement (erreur du modèle) | 5 | 34,0366 | 6,80732 | 2,86467 | **0,0279** |
| Erreur pure (erreur de replication) | 2 | 4,7526 | 2,3763 | | |
| N = 17 | Q2 = 0,672 | | | | |
| DF = 7 | $R^2$ = 0,954 | | | | |
| | $R^2_{Adj.}$ = 0,894 | | | RSD = 2,354 | |

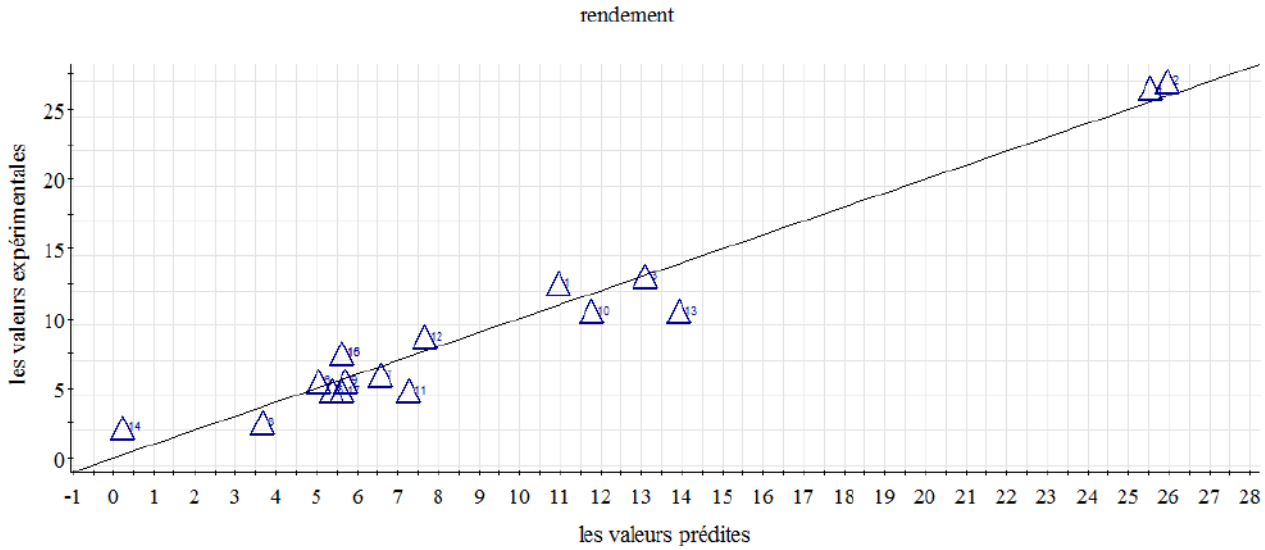



**Figure IV. 12**: Graphe représentant les valeurs expérimentales en fonction des valeurs prédites.

Les valeurs expérimentales et prédites représentées sur la Figure IV.2 sont proches de la ligne de régression ce qui prouve que le modèle mathématique représente bien les résultats expérimentales.

## IV.4. Etude de l'effet des facteurs et leurs interactions sur le rendement

L'effet des facteurs et de l'interaction entre eux a été étudié en utilisant des graphes évalués par le programme, ces effets représentent les coefficients des facteurs du modèle polynomial, une valeur positive des coefficients des équations représente une relation directe entre le facteur et la

réponse tandis qu'une valeur négative indique une relation inverse entre le facteur et la réponse.

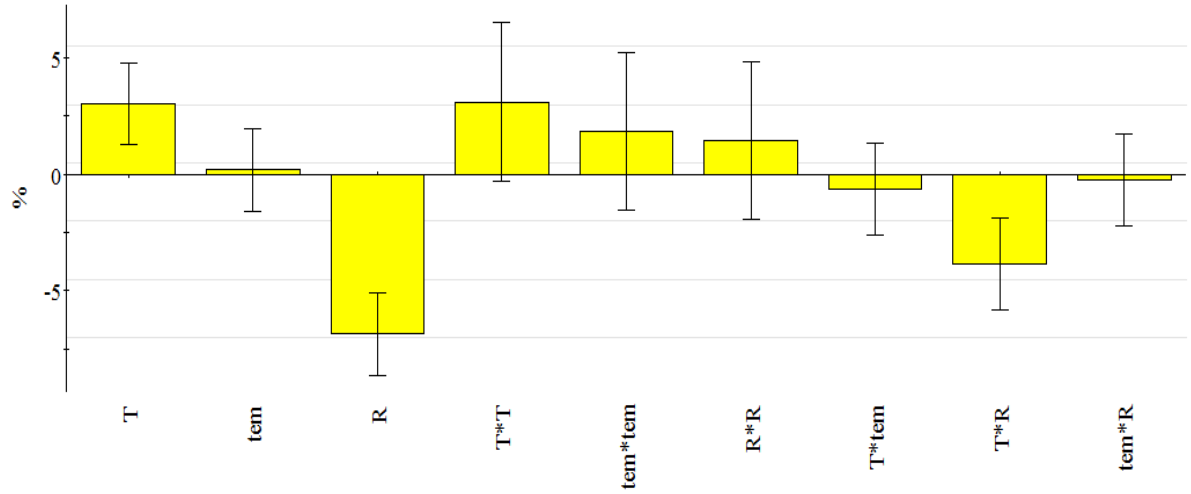



**Figure IV. 13**: Effets des facteurs sur le rendement

A partir de la **Figure IV.3**, on peut déduire que la température ($X_1$) et le temps ($X_2$) d'extraction possède un effet positif sur le rendement d'extraction (Y), cela signifie que le rendement augmente avec l'augmentation de la température et le temps mais l'effet du temps est presque négligeable par rapport à celui de la température, d'autre part l'effet de rapport pondérale ($X_3$) est négatif cela montre l'existence d'une relation inversement proportionnelle entre le rapport pondéral et le rendement d'extraction. L'effet quadratique des trois facteurs favorise l'extraction de l'inuline, cet effet est plus remarquable dans le cas de la température, tandis que les interactions des différents facteurs présentent un effet négatif

Afin d'illustrer les interactions entre les facteurs et leurs effets sur le rendement, nous avons établi des tracés de conteurs. Celle-ci est une représentation graphique d'une surface de réponse à deux dimensions en fonction de deux facteurs et le troisième facteur a été fixé.

La Figure IV.4 représente l'effet de temps et de la température sur le rendement d'extraction d'inuline, le rapport pondéral est fixé à la valeur centrale (R = 6%). Nous avons observé que le rendement augmente quand la température accroître et le temps diminue donc la relation est proportionnelle entre la température ($X_1$) et le rendement (Y) et inversement proportionnelle entre le temps ($X_2$) et le rendement (Y), une température de 90°C et un temps de 30 min correspondants a une zone optimale avec un rendement de 13.14%.

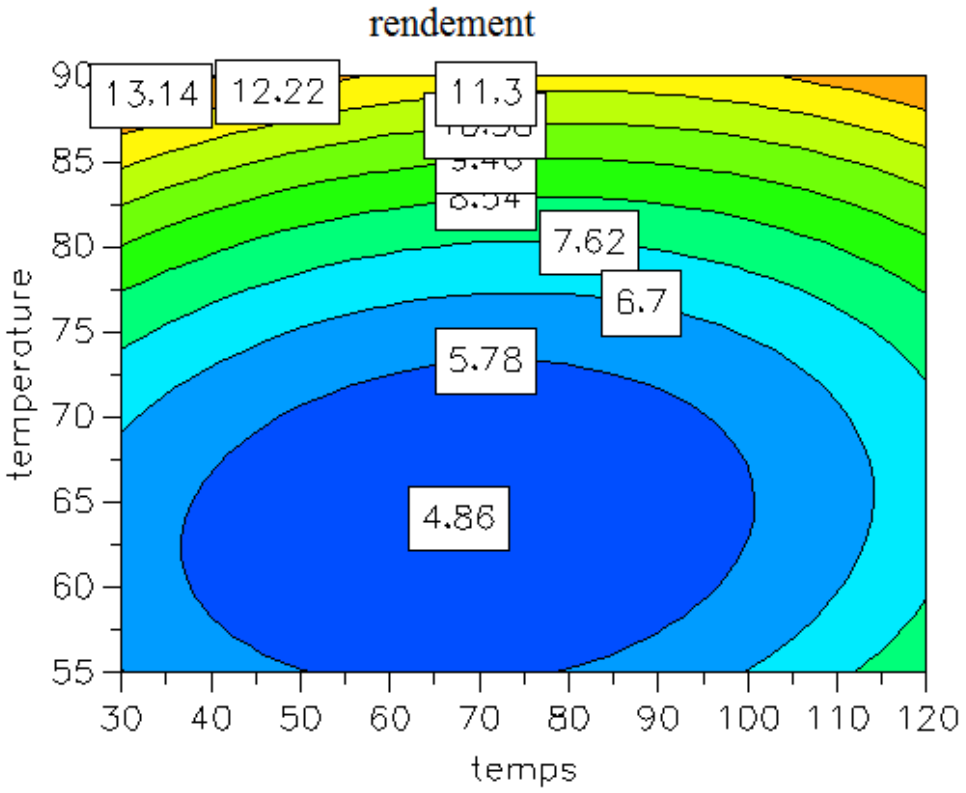



**Figure IV. 14**: Effets de temps et de la température sur le rendement d'extraction.

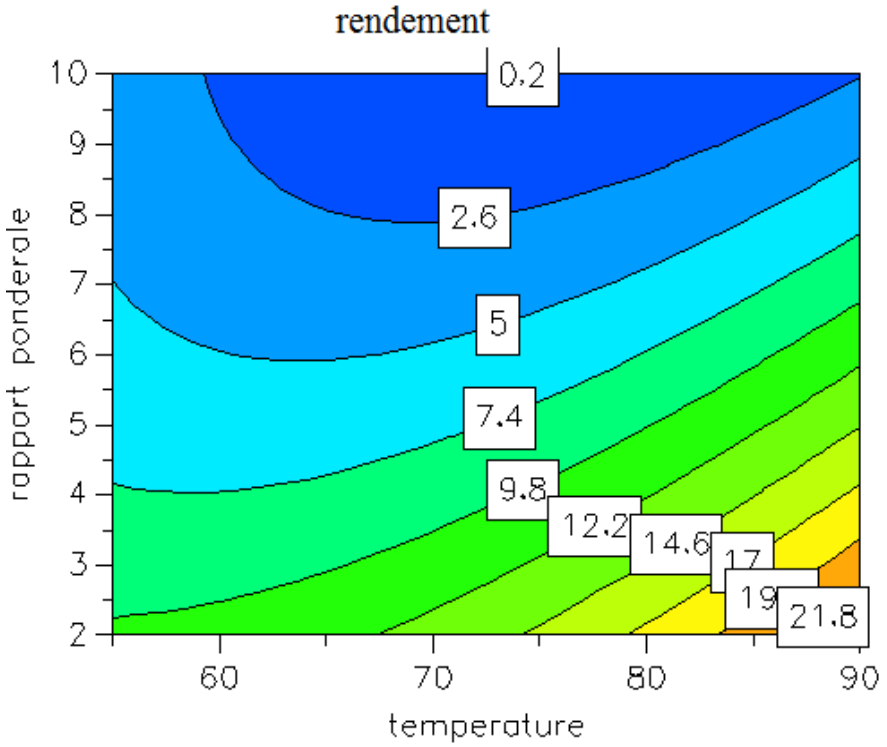



**Figure IV. 15:** Effet de la température et le rapport pondéral sue le rendement d'extraction.

La **Figure IV.5** décrit l'effet de la température ($X_1$) et le rapport pondéral ($X_3$) sur le rendement d'extraction, le temps a été maintenu constant à la valeur centrale (75 min), nous avons observé une relation inversement-proportionnelle entre le rapport pondéral et la température d'un côté et le rendement de l'autre côté. La zone optimale a été observée à une température de 90°C et un rapport pondéral de 2% avec un rendement d'extraction de 21.8%.

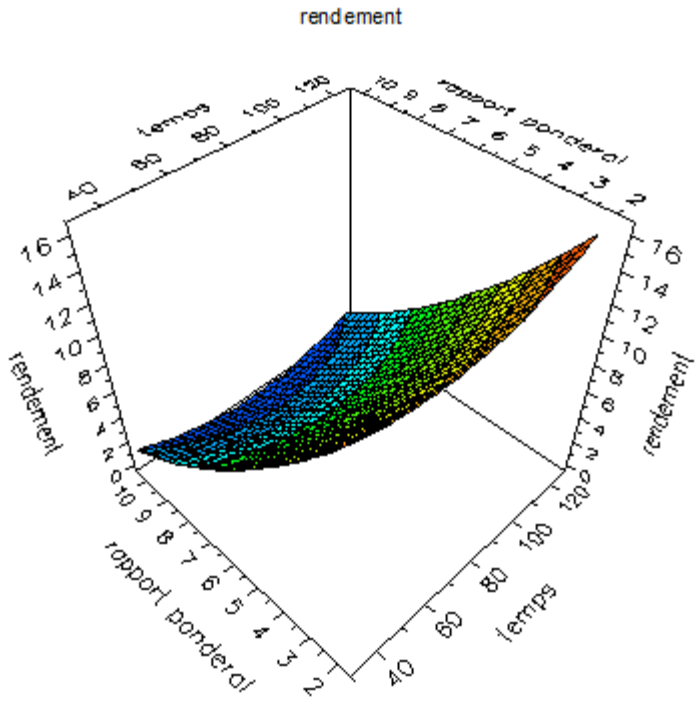



**Figure IV. 16** : Effet du temps et du rapport pondéral sur le rendement

La Figure IV.6 montre l'effet du temps et le rapport pondéral sur le rendement, la température a été fixée à la valeur centrale (72.5°C). Le rendement présente une relation inversement-proportionnelle avec le rendement d'extraction, une zone optimale a été remarquée à un temps compris entre 90 min et 110 min et un rapport pondéral entre 2% et 3%.

## IV.5. Optimisation

Le principal but de la planification des expériences selon la méthode de surface de réponse est d'optimiser la condition optimale de l'extraction, pour atteindre cet objectif le programme (MODDE 6.0) utilise la méthode de simplexe Nelder Mead avec les fonctions de réponse définies, pour optimiser une fonction de désirabilité globale combinant la désirabilité individuelle de chaque réponse. Pour la réponse Y la fonction de désirabilité est calculé comme suit**[35]** :

$$f(g(Y)) = 100 \times (e^{\lambda g(Y)} - 1) \qquad \text{(IV.3)}$$

Avec

$$g(Y) = 100 \times \left( {(Y - P)}/{(T - P)} \right) \quad \text{(IV.4)}$$

T = cible désirée par l'utilisateur

P = la valeur de la réponse la plus faible calculé à partir de simplexe de départ.

λ = paramètre de mise à l'échelle calculé selon l'équation suivante :

$$\lambda = - {\ln[\frac{100}{(100-limit)}]}/{100 \times \frac{(L-P)}{(T-P)}} \quad \text{(IV.5)}$$

$$\text{Ou } limit = 90 + 80 \times \log_{10}(w) \quad \text{(IV.6)}$$

W = le poids (importance) attribué à la réponse, c'est un nombre entre 0.1 et 1 (valeur par défaut)

L = la valeur de la réponse acceptable la plus mauvaise défini par l'utilisateur

Quand la réponse doit être maximisée, L est la valeur acceptable la plus faible avec T > L et quand la réponse doit être minimisée, L est la valeur acceptable la plus grand avec L > T.

L'un des paramètres joindre avec l'optimum trouvé est la distance globale à la cible D, elle est évaluée comme suivant :

$$\text{D} = \log_{10}[\frac{\sum(w_i(\frac{y_i-T}{T-L})^2)}{M}] \quad \text{(IV.7)}$$

Avec M = nombre de réponses. Si 'y' situé entre T et L la valeur de D est égale 0. Les autres paramètres donnés sont le nombre d'itération et les valeurs optimales des facteurs.

L'objectif de notre étude est de maximiser la valeur de rendement. A partir de tableau d'optimisation, on observe que les valeurs optimales des facteurs influençant l'extraction sont situées sur la ligne 3 avec une température de 90°C, un temps d'extraction de 30 min et un rapport pondéral de 2%. Dans ces conditions la valeur de rendement prédite et de 25.9637%. Pour vérifier la validité de l'optimisation, une expérience d'extraction a été réalisée selon ces conditions, une valeur de rendement de 26.85% a été obtenue ce qui prouve que le modèle est valide.

**Tableau IV. 6**: Liste d'optimisation de l'extraction

| température | temps | rapport pondérale | rendement | iter | log(D) |
|---|---|---|---|---|---|
| 90 | 116,555 | 2,2473 | 24,445 | 141 | 0,0749 |
| 55,0704 | 30,0049 | 2 | 10,9587 | 228 | 1,6027 |
| 90 | 30 | 2 | 25,9637 | 33 | -0,602 |
| 89,9999 | 67,9418 | 2 | 23,9889 | 186 | 0,2057 |
| 84,75 | 120 | 2 | 22,0994 | 163 | 0,6026 |
| 90 | 30 | 2 | 25,9637 | 33 | -0,602 |
| 90 | 120 | 2 | 25,5497 | 144 | -0,3598 |
| 90 | 95,5737 | 2,1697 | 23,6233 | 120 | 0,298 |

## IV.6. Caractérisation physico-chimique

L'inuline extraite est soumise à un ensemble de caractérisation physico-chimiques notamment l'analyse structurale par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), mesure viscosimétrique, la détermination du poids moléculaire ainsi que le degré de polymérisation (DP). Les propriétés obtenues sont comparées avec les propriétés physico-chimiques de l'inuline commerciale de haute molécularité (DP=23) obtenue à partir de la société ORAFTI.

### IV.6.1. Caractérisation FTIR

Les spectres infrarouge de l'inuline commerciale et l'inuline native sont représentés sur les figures IV.7 et IV.8 respectivement.

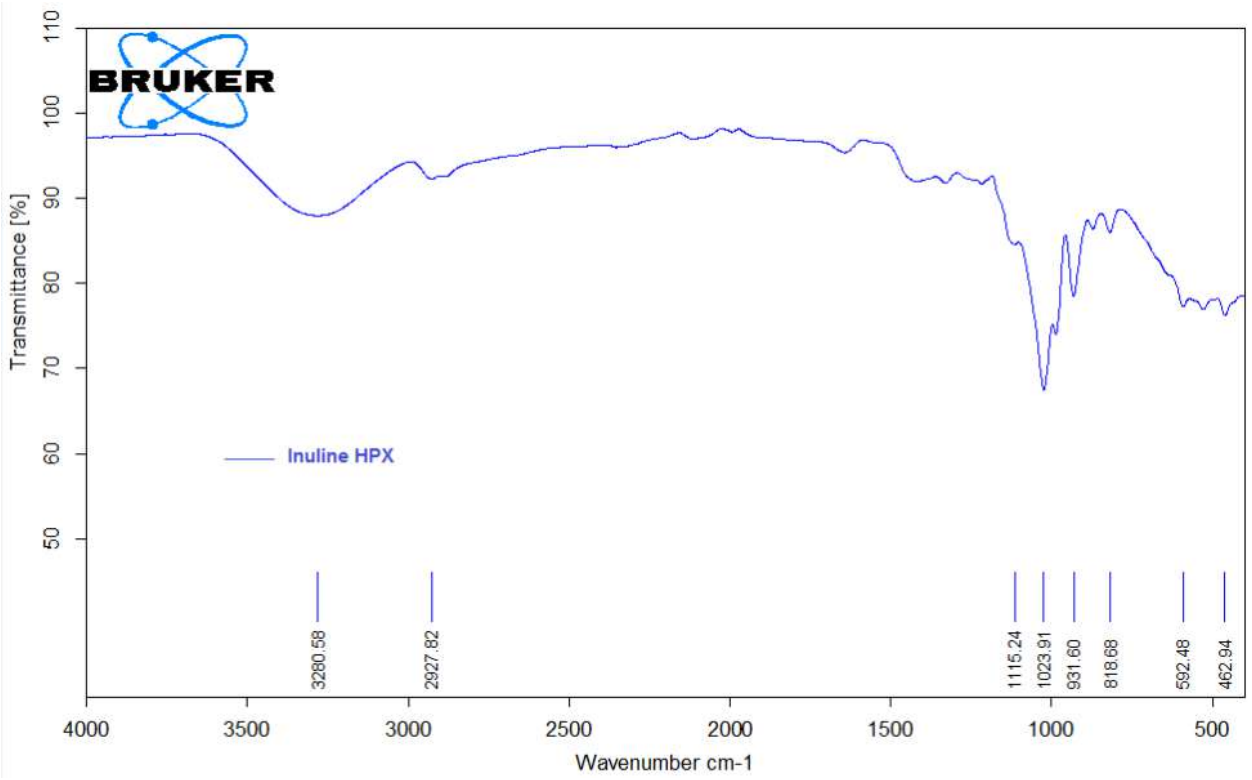



**Figure IV. 17**: Spectre FTIR pour l'inuline commercialisée.

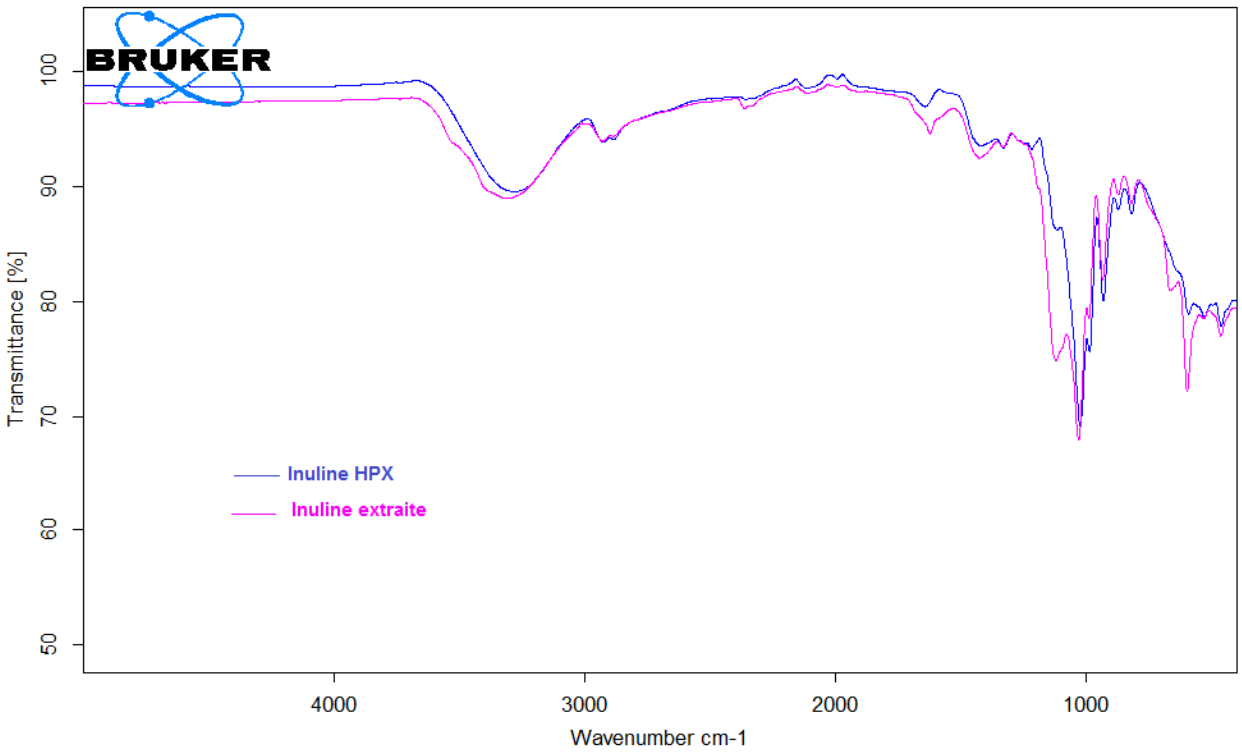



**Figure IV. 18** : Spectres FTIR de l'inuline HPX et l'inuline extraite

Les spectres obtenus sont proches et ils présentent les piques suivants :

- Un pic entre 3309 $cm^{-1}$ et 3280 $cm^{-1}$ qui représentent le groupement hydroxyle OH
- Un deuxième pique à 2929$cm^{-1}$ représentant la liaison C-H

- Un pic à 1120 $cm^{-1}$ présente la liaison C-OH
- Des piques à 1023 et 1029 $cm^{-1}$ qui représentent la liaison C-O-C
- Un pic est observé à 855cm-1 représente la forme pyranoside de glucose.

### IV.6.2. Viscosité intrinsèque

Les résultats d'expérience de la détermination de viscosité intrinsèque de l'inuline extraite dans les conditions optimales sont mentionnés dans la **Figure IV.9**. Cette dernière présente la variation de la concentration de la viscosité réduite en fonction de la concentration de l'inuline. D'après le graphe la valeur de la viscosité intrinsèque est égale 5.1653 ml/g.

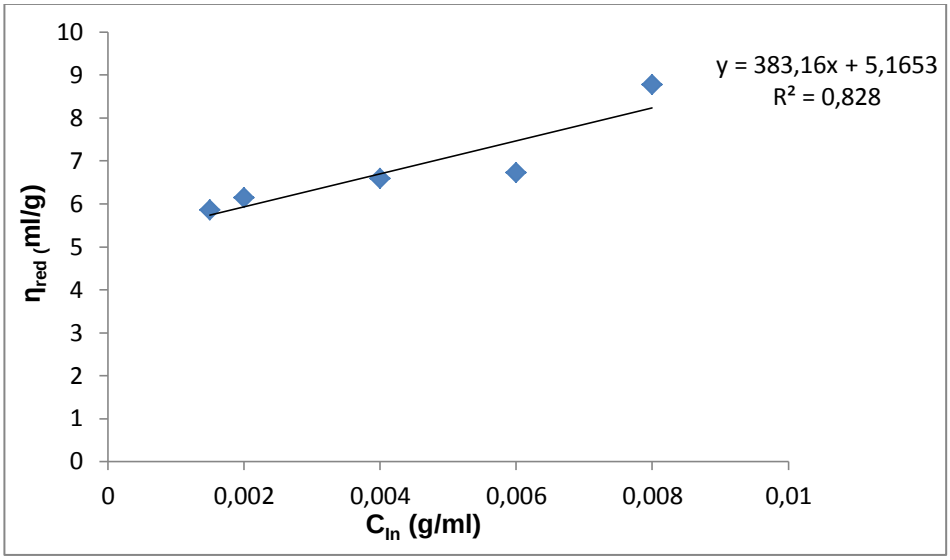



**Figure IV. 19**: Viscosité réduite de l'inuline extraite en fonction de la concentration.

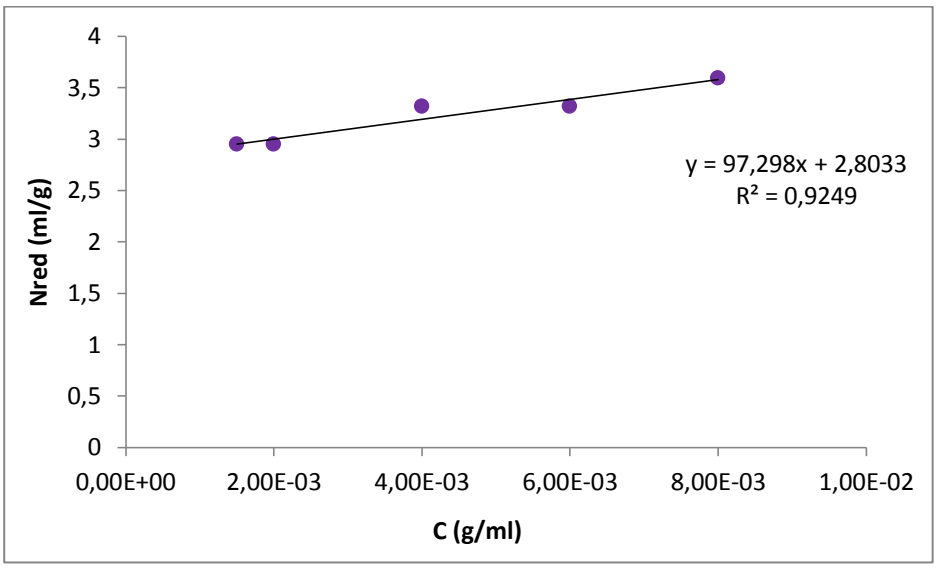



**Figure IV. 20 :** Viscosité réduite de l'inuline commerciale (HPX) en fonction de la concentration

La viscosité de l'inuline commerciale a été mesurée en utilisant le même protocole opératoire que celui utilisé pour l'inuline extraite, les résultats obtenus sont schématisée sur la **Figure IV.10**. La viscosité intrinsèque de l'inuline commerciale trouvée est égale à 2.80ml/g.

### IV.6.3. Poids moléculaire et degré de polymérisation

Le poids moléculaire des inulines commerciale et extraite a été calculé selon l'équation III.7 du chapitre précédent. Les valeurs obtenues sont de 4855 et 11501g/mol pour l'inuline commerciale et l'inuline extraite respectivement. Le degré de polymérisation est calculé en divisant la masse moléculaire de l'inuline par la masse molaire de fructose. Les résultats obtenus sont de 63 pour l'inuline extraite et de 27 pour l'inuline commerciale. D'après le degré de polymérisation calculé, on constate que l'inuline extraite est de haute molécularité

## IV.7. Conclusion

Dans ce travail le plan d'expérience centré à face centré est utilisé pour optimiser l'extraction par chauffage conventionnel, la méthode utilisée pour l'optimisation est la méthode de surface de réponse. L'analyse du modèle prouve de bonnes corrélations entre les facteurs (température, temps et rapport pondérale) et la réponse (rendement). Le principal facteur qui influe l'extraction est la température. La caractérisation physico-chimique par infrarouge montre que la substance extraite est l'inuline.

# Conclusion Générale

## Conclusion Générale

Ce présent travail a pour objectif l'optimisation de l'extraction de l'inuline à partir des akènes d'artichaut comme source végétale. L'optimisation a été réalisée en utilisant la méthodologie des plans d'expérience. Trois facteurs ont été étudiés à savoir la température, le temps d'extraction et le rapport pondéral.

Pour ce faire, nous avons procédés dans un premier temps au traitement de la matière végétale dans le but d'avoir des grains séchés de taille comprise entre 0.63 et 1.25mm. Le mode de chauffage utilisé lors de l'extraction de l'inuline est le chauffage conventionnel, dans ce mode de chauffage, les facteurs cités auparavant sont facilement contrôlable.

La méthode de surface de réponse a été utilisée pour déterminer l'effet de chaque facteur sur l'extraction et optimiser les valeurs de ces facteurs afin de maximiser le rendement, l'analyse a prouvé que la corrélation entre les valeurs prédites et expérimentales est bien avec un coefficient d'ajustement ($R^2$) de 0.954.

La comparaison des effets des facteurs a démontré que la température influe positivement sur le processus d'extraction contrairement au rapport pondéral qui possède un effet négatif sur l'extraction. Les conditions optimales trouvées sont : une température de 90°C, un temps d'extraction de 30min avec un rapport pondéral de 2%, et la réponse optimale (rendement) est enregistrée à une valeur égale à 26.85%.

La caractérisation physico-chimique de l'inuline extraite sous les conditions optimales est réalisée par spectroscopie FTIR et la mesure viscosimétrique, les résultats obtenus sont comparés avec ceux de l'inuline commerciale prise comme standards. Les spectres FTIR obtenus montrent que la substance extraite est de l'inuline, tandis que le poids moléculaire élevé (11501g/mol) ainsi que le haut degré de polymérisation (63) calculés à partir de mesure viscosimétriques prouvent que l'inuline extraite est de haute molécularité

Ce travail et loin d'être accompli, il serait intéressant de faire une caractérisation détaillée de l'inuline extraite en utilisant la résonance magnétique nucléaire (RMN), la diffraction des rayons X (DRX), et la calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Ainsi il sera judicieux d'utiliser d'autres méthodes d'extraction comme l'extraction par ultrason et micro-ondes afin déterminer la méthode la plus efficace qui donne le meilleur rendement.

# Références bibliographiques

# *Références bibliographiques*

**[1]** Yves RUFF, biopolymères dynamiques: oligo-et polysaccharides, thèse pour obtenir le grade de docteur, université louis pasteur de Strasbourg institut de science et d'ingénierie supramoléculaires, (12 janvier 2008).

**[2]** Coviello, T., Matricardi, P., Marianecci, C., Alhaique, F, Polysaccharide hydrogels for modified release formulations. Journal of Controlled Release, 119 (2007), 5–24.

**[3]** Covis R., Synthèse de polysaccharides amphiphiles à partir de dextrane et application à la stabilisation d'émulsions directes et inverses, thèse pour obtenir le grade de docteur, institut national polytechnique de lorraine, **(**04/02/2011).

**[4]** Youmbai, A., Contribution à l'étude des polysaccharides hydrosolubles de quelques plantes de la famille des Apiaceae récoltées dans la région de Ghardaïa (Sahara septentrional Algérien), mémoire en vue d'obtention du diplôme de magister, (17/11/2015).

**[5]** Claire, M. " Ingénierie rationnelle de la dextrane-saccharase SR-S : compréhension du mécanisme de polymérisation pour la synthèse des dextranes de taille contrôlée", (avril 2006).

**[6]** Alexandra, C., Bolivar, P., Napoleão, E., Adalberto, P., Attilio, C., José, A., Inulin-type fructans: A review on different aspects of biochemical and pharmaceutical technology. journal of Carbohydrate Polymers, 101 (2014) 368–378.

**[7]** Loginova, K., Mise en œuvre de champs électriques pulsés pour la conception d'un procédé de diffusion à froid à partir de betteraves à sucre et d'autres tubercules alimentaires (étude multi-échelle), thèse pour obtenir le grade de docteur, Université de Technologie de Compiègne, (1er juin 2011).

**[8]** Phillips, G., O., Williams, P, A, , Handbook of hydrocolloids Second edition, Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC (2009).

**[9]** Sébastien, N., Michel, P., Christian, F., Claude, D., Christophe, S , Effect of water uptake on amorphous inulin properties, journal of Food hydrocolloids, 23 (2008) 922–927.

**[10]** Johanne Mireille Odette Tournié, Méta-analyse des effets de l'oligofructose et de l'inuline sur le risque de cancer colorectal dans deux modèles murins : rats traités par un carcinogène et souris Min, thèse pour obtenir le grade de doctorat Université Paul-Sabatier de Toulouse (2006).

**[11]** Sébastien, N., Christophe, S., Hélène, F., Christian, F., Claude, D., Jean-Claude, V., Michel, P, Isolation and identification of inulooligosaccharides resulting from inulin hydrolysis. Journal of AnalyticaChimicaActa 604 (2007) 81–87.

**[12]** Wanpen S., Tanaboon S , Influence of harvest time and storage temperature on characteristics of inulin from Jerusalem artichoke (*Helianthus tuberosus* L.) tubers. Journal of Postharvest Biology and Technology 37 (2005) 93–100.

**[13]** Franck, A, Technological functionality of inulin and oligofructose. British Journal of Nutrition 87 (2002) 287–291.

**[14]** Hoebregs, H. Fructans in foods and food products, Ion-exchange chromatographic method: collaborative study. Journal of AOAC International,Vol.80, 1029–1037. 1997.

**[15]** François W ARNOT, recherche de marqueurs glucidiques et protéiques lies au stade de maturité de la racine de chicorée industrielle, 13 janvier 1997.

**[16]** A. Fuchs (Ed.) Inulin and Inulin-containing Crops 1993 Elsevier Science Publishers B.V.

**[17]** M. WANSER Sven, Simulation des phénomènes de chauffage par induction. Application à la trempe superficielle, thèse présentée devant l'école centrale de Lyon pour obtenir le titre de docteur (07/02/1995).

**[18]** Elnaz Milani,1 Arash Koocheki2* & Q. Ali. Golimovahhed, Extraction of inulin from Burdock root (Arctium lappa) using high intensity ultrasound, International Journal of Food Science and Technology 2011.

**[19]** Kishan Gopal Ramawat, Jean-Michel Mérillon, Polysaccharides Bioactivity and Biotechnology, Springer International Publishing, 2015.

**[20]** Marcel Roberfroid, Inulin-Type Fructans Functional Food Ingredients, CRC PRESS LLC 2005.

**[21]** Herman van Bekkum Harald Roper Fons Voragen, Carbohydrates asOrganic Raw Materials I11, 1996.

**[22]** Z˘ivorad R. Lazic, Design of Experiments in Chemical Engineering, 2004.

**[23]** Mr. Abed Belkacemi, Optimisation et caractérisation de la formulation d'un hydrogel a l'aide des plans d'expériences, 2010.

**[24]** Dr. YAHIAOUI Idris, Les plans d'expériences Initiation à la construction et l'analyse des plans factoriels complets à deux niveaux et du plan composite centré, Université A. MIRA – Bejaia Faculté de Technologie Département de Génie des Procédés, cour 2014/ 2015.

**[25]** Jacques Goupy ; Lee Creighton, INTRODUCTION AUX PLANS D'EXPÉRIENCES, 3eme édition, ISBN 2 10 049744 8, Dunod, 2005.

**[26]** Kimouche Karima, Etude de quelques plans d'expériences associées aux surfaces de réponse, THESE Présentée pour l'obtention du diplôme de Magister, Soutenue le : 2008.

**[27]** Stéphane VIVIER , Stratégies d'optimisation par la méthode des plans d'expériences et Application aux dispositifs électrotechniques modélisés par éléments finis, THESE Présentée en vue d'obtenir le grade de DOCTEUR Soutenue le 11/07/2002.

**[28]** Jacques GOUPY, Tutoriel LES PLANS D'EXPERIENCES, Revue MODULAD, 2006.

**[29]** COCHENNEC Marie, Le mildiou de l'artichaut, modèle _épidémiologique et moyens de lutte, Mémoire de Fin d'Etudes (2012).

**[30]** http://www.aprifel.com/fiche-nutri-produit-composition-artichaut,72.html.

**[31]** KHODER Khaled, Optimisation de composants hyperfréquences par la technique des plans à surfaces de réponses, thèse pour obtenir le grade de Docteur de l'Université de Limoges (16/12/2011).

**[32]** Rahul, R ., Usha, J ., Gautam, S ., Sumit, M , Carboxymethyl inulin: A novel flocculant for wastewater treatment, International Journal of Biological Macromolecules 63 (2014) 1– 7.

**[33]** Kitamura, S., Hirano, T., Takeo, K., Mimura, M., Kajiwara, K., Stokke, B.T., Harada, T., "Conformation of (2→1)-beta-D fructan in aqueous solution", International Journal of Biological Macromolecules, 16 (1994) 313-317.

**[34]** D. Wolffa ., S. Czapla ., A.G. Heyer ., S. Radosta ., P. Mischnick ., J. Springer , Globular shape of high molar mass inulin revealed by static light scattering and viscometry, journal of Polymer 41 (2000) 8009–8016

**[35]** Umetrics AB, Guide d'utilisateur de MODDE 6.0 (12/04/2001).