République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Dr Yahia Fares de Médéa



Faculté de Technologie

Département du Génie des Procédés et Environnement

Mémoire de Fin d'Etudes pour l'Obtention du Diplôme de Master En Génie des Procédés

Option : Génie chimique

Thème

ETUDE DE L'EXTRACTION ET CARACTÉRISATION D'UN PRINCIPE ACTIF D'UNE PLANTE MEDICINALE POUR REMEDE DES BRULURES

<u>Proposé et dirigé par</u> :

Dr HADIDI

Dr M. HAMADACHE

<u>Présenté par :</u>

Belagoune Ahlem

Bensilakhal Sarah

Année universitaire 2017/2018

Remerciements

T out d'abord on rend

Grâce à Allah, le tout puissant qui nous a donné la santé et

La volonté pour arriver à ce stade.

En premier lieu, On exprime notre profonde gratitude à notre promoteur Mr HADIDI,

On tient à la remercier vivement pour sa confiance durant la réalisation de ce travail et pour

Son soutien lors des moments difficiles pour faire évoluer ce projet, on la remercie encore

Pour son encadrement, sa disponibilité, sa gentillesse.

On remercie vivement Mr HAMADACHE Mabrouk pour nous avoir faire l'honneur de participer à l'encadrement de cette mémoire et les membres des jurys qui nous font l'honneur de participer à l'examen de ce travail.

On remercie chaleureusement tous les enseignent de l'université de Médéa et en particulier

Faculté des sciences et de la technologie département du génie des procédés et environnement

un grand merci pour tous les aides tout au long de la période de nos études et merci pour les bonnes années universitaires passées.

Ce travail a été réalisé au niveau u Hall de technologie de l'Université Dr YAHIA Farés de Médéa,

On tient à présenter nos sincères remerciements à tout le personnel de ces unités et

laboratoires pour leur aide sans laquelle ce travail n'aurait pas pu voir le jour.

Toutes mes salutations à tous mes collègues de la promotion de master 2017, génie chimie

pour les sympathiques moments qu'on a passés ensemble.

Un grand merci à tous….

Dédicace

À mon père

À celui qui m'a indiqué la bonne voie en me rappelant que la science et la volonté forgent les grands esprits.je te dois ce que je suis aujourd'hui, et je ferai toujours de mon mieux pour rester ta fierté et ne jamais te décevoir.

À ma mère

À celle qui m'a donné sans rien en retour et m'a appris que la patience est la clé du succès et de la Victoire . Merci pour toutes les peines endurées, les privations et les sacrifices consentis.

À mon mari

À celle qui m'a donné sans rien en retour et m'a appris que la patience est la clé du succès et de la Victoire. Merci pour toutes les peines endurées, les privations et les sacrifices consentis.

À mes frères Ismail; henen

Pour vos encouragements, et l'amour dont vous m'avez entouré.

Je vous exprime ici, toute mon affection et mes souhaits de succès.

Et à toute la famille Belagoune et benhamouda maternelle et paternelle,

Que Dieu leur préserve bonne santé et longue vie.

À mes très chère amis takia, menale Sans oublier tous les professeurs et la promotion de génie chimie.

Tous ceux connaissant ahlem de près ou de loin

Ahlem

Dédicace

À celui qui m'a indiqué la bonne voie en me rappelant que
la science et la volonté
forgent les grands esprits.je te dois ce que je suis
aujourd'hui, et je ferai toujours de
mon mieux pour rester ta fierté et ne jamais te décevoir.
À mon père.
À celle qui m'a donné sans rien en retour et m'a appris que
la patience est la clé du
succès et de la Victoire. Merci pour toutes les peines
endurées, les privations et
les sacrifices consentis
À ma mère.
À celui qui j'aime et qui est ma joie de vivre .merci pour le
soutien qui ne
ressourçait dans les moments pénibles.

À mon frère.

À ceux qui m'ont donné tant de consolation et tendresse.
À mes cousins et cousines.

Et à ceux qui m'ont élevé et réchauffé durant mon enfance.
À Mes grands parents.

À tout la famiile Bensilakehal et Bengherbia.
À tous mes amis et surtout Loubna et Rima.
À tous mes enseignants sans exception.

À ceux qui me connaissent, et surtout qui m'aiment.
Je dédie ce modeste travail.

sarah

ملخص

يقدم هذا البحث دراسة استخلاص صلبة-سائلة لعنصر نشط من نبات طبي (le bleuet) من منطقة ولاية المدية، تتمثل عملية الاستخلاص في إدخال كتلة من جذور النبات الطبي (le bleuet) مقشر ومغسول جيدا في حجم من الماء المقطر بنسبة (15/1), يوضع الخليط حتى يغلي حتى يتم الحصول على 80 مل من المحلول،ثم يترك يبرد في الهواء الطلق ومن ثم وضعه في الثلاجة من أجل الحصول على الهلام،المنتج المتحصل عليه يتم استخدامه كمرهم لعلاج الحروق من الدرجة الأولى والثانية.تم تحديد العديد من المؤشرات مثل (حامض،إستر،تصبن) ،محتوى الميثوكسيل،محتوى الرطوبة والوزن المكافئ كذلك المنتج المتحصل عليه تم تحديده باستخدام طريقة التحليل الطيفي FTIR.

الكلمات المفتاحية : نبات طبي،استخلاص،bleuet،تحديد،علاج،حروق.

Résumé

Cette investigation présente une étude d'extraction solide-liquide d'un principe actif à partir d'une plante médicinale (Le bleuet) de la région de la wilaya de MEDEA, le procédé d'extraction consiste à émerger une masse des racines de la plante médicinale (Le bleuet) épluchés et bien lavés dans volume de l'eau distillé avec un rapport de (1/15), le mélange est porté à l'ébullition jusqu'à l'obtention un volume de 80ml de solution, ensuite est laissé refroidir à l'air libre puis on le mettre dans le réfrigérateur pour la gélification, le produit obtenu est utilisé comme pommade dans l'intérêt de remède des brûlures de premier et de deuxième degré. Les différents indices tels que (acide, ester, saponification), teneur en méthoxyles, la teneur en humidité et le poids équivalent ont été déterminé ainsi le produit obtenu est caractérisé par la méthode spectroscopie FTIR.

Mots Clés : plante médicinale, extraction, bleuet, caractérisation, remède, brûlures.

Abstract

This investigation presents a solid-liquid extraction study of an active ingredient from a medicinal plant (blueberry) in the region of the province of MEDEA, the extraction process consists of emerge a mass of roots of the medicinal plant (Blueberry) peeled and washed well in volume of distilled water with a ratio of (1/15), the mixture is brought to the boil until a volume of 80 ml of solution is obtained, then is left to cool in the open air and then put in the refrigerator for gelation, the product obtained is used as an ointment in the interest of cure of burns of first and second degree, The various indices such as (acid indice, ester, saponification), the methoxyl content, the humidity content and the equivalent weight were thus determined, the product obtained is characterized by the Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) method.

Key words: medicinal plant, extraction, cornflower (blueberry), characterization, remedy, burns.

SOMMAIRE

Résume
Liste des figures
Liste des tableaux
Abréviation
Introduction générale

chapitre I : Généralité sur les plantes médicinales

I.1 introduction…….. 1
I.2 définition de la phytothérapie…… 2
I.3 différents type de la phytothérapie…… 2
I.4 définition des principes actifs…… 2
I.5 les plantes médicinales…….. 3
I.6 importance des plantes médicinales…….. 3
I.7la description…….. 3
I.8 domaine d'application des plantes médicinales…… 4
I.9 les plantes de nos jours…….. 4
I.10 l'histoire des plantes en Algérie……. 5
I.11 la plante médicinale sélectionnée…… 5
I.11.1 le bleuet……... 6
I.11.2 noms scientifique ……... 6
I.11.3 noms communs…… 6
I.11.4 noms anglais……... 6
I.11.5 un peu d'histoire…….. 7
I.11.6 culture et récolte…….. 7
I.11.7 composition du bleuet……. 7
I.11.8 constituants chimique principaux…..... 7
I.11.9 propriétés……..... 7
I.11.10 l'utilisation du bleuet……. 8
I.11.11 classification botanique…..... 8
I.11.12 description botanique de bleuet……..... 8
I.11.13 Dosage……... 9
I.11.14 Précautions d'emploi du bleuet…….. 9

I.11.15 Contre-indications……. 9
I.11.16 Effets indésirables……. 9
I.11.17 Interactions avec des plantes médicinales ou des compléments…… 10
I.11.18 Interactions avec des médicaments……... 10
I.11.19 Des bienfaits reconnus…….. 10
I.11.20 Avertissement…… 10
I.11.21 La recherche sur le bleuet…..... 10
I.11.22 les médicaments contenant du Bleuet..... 10
I.12 conclusion…… 11

Chapitre II : Les procédés d'extraction

II.1Introduction…….. 12
II.2 Historique…… 12
II.3 Principe de l'extraction solide-liquide……. 13
II.4Mécanisme de l'extraction ……... 13
II.5 Facteurs influençant le transfert……... 15
II.6 Techniques Extractives…… 17
II.6.1 Les méthodes traditionnelles…… 18
II.6.1.1 Enfleurage……. 18
II.6.1.2 Macération……. 18
II.6.1.3distillation……... 18
II.6.1.4Entraînement à la vapeur d'eau…….. 19
II.6.1.5 Hydrodistillation …….. 19
II.6.1. Hydrodistillation sous pression……... 20
II.6.1. Turbodistillation ……. 21
II.6.1.8 Extraction par solvants volatiles……... 22
II.6.2 Les nouvelles méthodes……... 23
II.6.2.1 Extraction par ultrason…….. 23
II.6.2.2 Extraction par fluide supercritique ……... 24
II.6.2.3 Extraction par micro-ondes……... 25
II.6.2.4 Extraction par induction électromagnétique…….. 26
II.7 Conclusion……... 27

Chapitre III : Les propriétés et l'application de pectine

III.1 Introduction…… 28
III.2 Contour Historique …… 29
III.3 Origine des pectines…… 30
III.4 Extraction de la pectine…….. 31
III.5 Structure de pectine…… 33
III.6 Propriétés des pectines…… 34
III.6.1 Solubilité et précipitation des pectines……... 34
III.6.2 Stabilité des pectines…….. 34
III.6.3 Viscosité des pectines……. 35
III.6.4 Propriétés Gélifiantes des pectines……. 35
III.7 Mécanisme de gélification…….. 36
III.8 Domaines d'application…….. 36
III.8.1 Industrie alimentaire……... 36
III.8.2 L'industrie pharmaceutique…… 37
III.8.3 L'industrie cosmétique……... 37
III.8.4 La médecine…… 37
III.9 Conclusion…….. 38

Chapitre IV : Etude expérimentale, Résultat et discussion

Partie I

IV.1 Introduction…… 39
IV.2 Produits et matériels utilises……... 39
IV.2.1 Produits utilises……... 39
IV.2.2 Matériels utilises…… 39
IV.3 Préparation et conservation de la matière végétale…… 40
IV.4 Méthode d'extraction……. 41
IV.5 solubilité……. 42
IV.6 Rendement……..… 42
IV.7 prétraitement……... 42
IV.7.1 blanchiment…… 42

IV.7.2 lavage…….. 43
IV.7.3 Filtration et pressage…….. 44
IV.7.4 Séchage…….. 44
IV.7.6 l'extraction…….. 44
IV.8 Teneur en eau…… 45
IV.9 Spectroscopie infrarouge a transformée de fourier (IRTF)…… 46
IV .9.1 Principe de la spectroscopie infrarouge…… 46
IV.10 Caractérisation chimique……..... 47
IV.10.1 Indice d'acide……... 47
IV.10.1.1Mode opératoire…….. 47
IV.10.2 Indice d'ester……... 47
IV.10.2.1 Mode opératoire……. 48
IV.10.2.2 Neutralisation à blanc…… 48
IV.11 Autres indices caractéristiques……. 48
IV.11.1 Poids équivalent…… 48
IV.11.2 Teneur en methoxyle…… 49
IV.10.3Taux d'acétyles résiduels……... 49
IV.10.4Taux d'hydrolyse…….. 49

Partie II

IV.10 Résultats D'extraction de la matière végétale…….. 49
IV.11 Résultat et discussion de solubilité……... 51
IV.12 Résultat et discussion de prétraitement…… 51
IV.13 Taux d'humidité……... 52
IV.14 Résultats d'analyse de Spectroscopie infrarouge…… 52
IV.15 Calcule des indices…….. 54
IV.15.1 Indice d'acide IA…….. 54
IV.15.2 Indice d'ester et l'indice de saponification IS…….. 55
IV.15.3 Autres indices caractéristiques……. 55
Conclusion générale
Références bibliographiques

Liste des figures

Chapitre I : Généralité sur les plantes médicinales

Figure I.1: Quelques plantes médicinales…… 1

Figure I.2 : photo de bleuet……. 6

Chapitre II : Les procédés d'extraction

14

Figure II.1: Schéma des principales étapes ayant lieu lors de l'opération d'extraction solide liquide…… 14

Figure II.2: Montage d'hydrodistillation…….. 20

Figure II.3 : Principe schématisé de l'appareillage de Turbodistillation……. 22

Figure II.4: Domaines d'utilisation des Ultrasons en fonction de la fréquence… 23

Figure II.5: Appareillage d'extraction avec fluide supercritique (CO_2)…….. 24

Figure II.6 : Montage de l'hydrodistillation assistée par micro-ondes……... 26

Chapitre III : Les propriétés et l'application de pectine

Figure III.1: Structure simplifiée de différents éléments de pectines……. 33

Chapitre IV : Etude expérimentale, Résultat et discussion

Partie I

Figure IV.1 : les racines de bleuet…….. 40

Figure IV.2 : montage d'extraction par la méthode classique…… 41

Figure IV.3 :l'échantillon de l'extraction…… 42

Figure IV.4: montage de blanchiment…… 43

Figure IV.5 : lavage…… 43

Figure IV .6 : matériau séché…….. 44

Figure IV.7 : montage d'extraction de pectine……... 45

Figure IV.8:présentation graphique des résultats d'extraction (Influence de volume)….. 50

Figure IV.9:présentation graphique des résultats d'extraction **(** Influence de masse)…… 51

Figure IV.10:la solubilité d échantillon avec les quatre solvants……... 51

Figure IV.11 : taux d'humidité des racines de bleuet……. 52

Figure IV.12: Transmittance……... 53

Figure IV.13:absorbance……. 54

Liste des tableaux

Chapitre III: Les propriétés et l'application de pectine

Tableau III.1: teneur en substances pectiques de quelques végétaux……

Tableau III.2 : teneur en pectines de quelques tissus végétaux……..

Tableau III.3 : Conditions d'extractions par voie chimique et rendements en pectines extraites de différents fruits (synthèse des travaux publiés)…… 30

31

Chapitre IV: Etude expérimentale, Résultat et discussion

Partie II

32

Tableau IV.1: Résultats D'extraction de la matière végétale(Influence de volume)……. 49

Tableau IV.2: Résultats D'extraction de la matière végétale **(** Influence de masse)……. 50

Tableau IV.3:caractéristique spectrales…….. 52

Tableau IV.4:résultat de l'indice d'acide IA…….. 54

Tableau IV.5:l'indice d'ester et l'indice……. 55

Tableau IV.6: Poids équivalent PE, Teneur en methoxyle Meo% , Taux d'acétyles résiduels, Taux d'hydrolyse…… 55

ABREVIATION

$(C_6H_{10}O_5)_n$:cellulose.

A: l'absorbance.

AC: Taux d'acétyles résiduels.

C: Concentration (g/l)

CDTA (*) : cyclohexane-trans-1, 2-diaminetetra-acétate.

CO_2 : dioxide de Carbone.

COOH: groupements carboxyles.

DE: Degré d'estérification.

DM: Degré de méthylation.

ESAM: L'extraction par solvant assistée par micro-ondes.

Hcl: acide chloridrique.

HD: l'hydrodistillation classique.

HM: Les pectines hautement méthylées avec un degré de méthylation supérieur à 50%.

HY: Taux d'hydrolyse.

IA: Indice d'acide.

IE: Indice d'ester.

IS: l'indice de saponification.

KOH: Hydroxyde de potassium.

LM: les pectines faiblement méthyleés avec un degré de méthylation inférieur à 50%.

Meo: Teneur en methoxyle.

MS: matériau séché.

Nacl: chlorure de sodium.

NaOH: hydroxyde de sodium.

Q : la porosité.

OMS : Organisation Mondiale de la Santé.

PE: Poids équivalent.

pH: potentiel hydrogène.

SFME : L'extraction par micro-ondes sans solvant.

T: transmitance.

τ : la tortuosité.

Introduction générale

L'utilisation des plantes à des fins thérapeutiques est une pratique courante depuis des millénaires. Ce phénomène a eu un regain d'intérêt avec les premières recherches sur les multiples propriétés thérapeutiques des plantes pour tenter de donner une base scientifique à ces pratiques empiriques. Actuellement, l'intérêt pour la phyto-chimiothérapie se retrouve partout dans le monde.

Les plantes médicinales restent encore le premier réservoir de nouveau médicaments .Elles sont considérées comme sources de matière première essentielle pour la découverte de nouvelles molécules nécessaires à la mise au point de futurs médicaments. Les traitements à base de plantes reviennent au premier plan, car l'efficacité du médicament tel que les antibiotiques (considérés comme la solution quasi universelle aux infections graves) décroit.

Les plantes médicinales sont essentiellement utilisées sous deux formes :

• Comme un mélange complexe contenant un large spectre de constituants (infusion, des huiles essentielles et des extraits des teintures).

• Pure, chimiquement définie comme des principes actifs.

Les composés purs sont généralement utilisés quand les principes actifs des plantes produisent un forte et spécifique activité ou bien avaient un faible indice thérapeutique.

Le défi actuel des industries chimiques est d'envisager l'utilisation de nouveaux procédés dans l'extraction des substances naturelles qui correspondent à une meilleure qualité des produits et rentabilité des procédés .Les méthodologies développées de ces industries sont souvent enrichies par le développement de l'électronique, de l'automatique et de l'informatique.

Dans notre travail nous nous intéressons à l'extraction et la caractérisation de notre plante médicinale (Le bleuet).

Les objectifs assignés à notre travail sont: Dans un premier temps, on s'attèlera au choix de la méthode d'extraction qui nous permettra d'avoir un rendement optimale. Suite à cela, comme second objectif, déterminer les propriétés physicochimique de notre produit pour avoir une pommade dans l'intérêt de remède des brûlures.

Pour ce faire, nous avons subdivisé notre travail en quatre chapitres:

- Le premier chapitre, a été consacré à une description générale des plantes médicinales, une définition de la phytothérapie et une description de notre plante (le bleuet).

- Dans le deuxième chapitre, nous avons décrit les procédés d'extraction (le principe, le mécanisme et les facteurs influençant sur l'extraction et les techniques extractives**).**

- Dans le troisième chapitre, nous avons décrit les propriétés et l'application de pectine**.**
- Le dernier chapitre représente notre étude expérimentale qui regroupe les principaux résultats relatifs d'une part à l'extraction et la caractérisation chimique de notre plante.

Chapitre I

Généralité sur les plantes médicinales

Chapitre I Généralité sur les plantes médicinales

I.1 Introduction

Si l'on ne sait pas précisément ce que nos ancêtres mangeaient au début de l'humanité il y'a 5 à 7 millions d'années, il est certain que les plantes faisaient partie de leur alimentation quotidienne. Ils découvraient très tôt dans leur évolution que ces plantes ne représentaient pas Uniquement une source d'alimentation mais pouvaient également soulager voire guérir certaines maladies.

Aujourd'hui les principes actifs des plantes sont des composants essentiels d'une grande partie de nos médicaments et produits de soins malgré les multiples progrès de la médecine moderne, il y 'a un net regain d'intérêt vis-à-vis de la phytothérapie. Selon OMS (Organisation Mondiale de la Santé) plus de 80% de la population mondiale ont recours à la pharmacopée traditionnelle pour faire face aux problèmes de la santé.

En effet sur les 300 000 espèces végétales recensées sur la planète plus de 200 000 espèces vivent dans les pays tropicaux d'Afrique ont des vertus médicinales [1].



Figure I.1: Quelques plantes médicinales [2].

I.2 Définition de la phytothérapie

Le mot phytothérapie provient de deux mots grecs qui signifient essentiellement« soigner avec les plantes ». Il s'agit d'une pratique millénaire basée sur un savoir empirique qui s'est transmis et enrichi au fil d'innombrables générations [3].

I.3 Différents types de la Phytothérapie

- **Aromathérapie :** est une thérapeutique qui utilise les essences des plantes, ou huiles essentielles, substances aromatiques secrétées par de nombreuses familles de plantes, ces huiles sont des produits complexes à utiliser souvent à travers la peau.
- **Gemmothérapie :** se fonde sur l'utilisation d'extrait alcoolique de tissus jeunes de végétaux tels que les bourgeons et les radicelles.
- **Herboristerie :** correspond à la méthode de phytothérapie la plus classique et la plus ancienne. L'herboristerie se sert de la plante fraiche ou séchée; elle utilise soit la plante entière, soit une partie de celle-ci (écorce, fruits, fleurs). La préparation repose sur des méthodes simples, le plus souvent à base d'eau : décoction, infusion, macération. Ces préparations existent aussi sous forme plus moderne de gélule de poudre de plante sèche que le sujet avale.
- **Homéopathie :** a recours aux plantes d'une façon prépondérante, mais non exclusive, les trois quarts des souches sont d'origine végétale, le reste étant d'origine animale et minérale.
- **Phytothérapie pharmaceutique :** utilise des produits d'origines végétales obtenus par extraction et qui sont dilués dans de l'alcool éthylique ou un autre solvant. Ces extraits sont dosés en quantités suffisantes pour avoir une action soutenue et rapide. Ils sont présentés sous forme de sirop, de gouttes, de gélules, de lyophilisats [1].

I.4 Définition de principe actif

Le principe actif c'est une molécule contenu dans une drogue végétale ou dans une préparation à base de drogue végétale et utilisé pour la fabrication des médicaments.

Cette molécule présentant un intérêt thérapeutique curatif ou préventif pour l'homme ou l'animale, elle est issue de plantes fraîches ou des séchées, nous pouvons citer comme des parties utilisées: les racines, écorces, sommités fleuries, feuilles, fleurs, fruits, ou encore les graines [4].

I.5 Les plantes médicinales

La définition d'une plante médicinale est très simple. En fait il s'agit d'une plante qui est utilisée pour prévenir, soigner ou soulager divers maux. Les plantes médicinales sont des drogues végétales dont au moins une partie possède des propriétés médicamenteuses.
Environ 35 000 espèces de plantes sont employées par le monde à des fins médicinales, ce qui constitue le plus large éventail de biodiversité utilisé par les êtres humains.
Les plantes médicinales continuent de répondre à un besoin important malgré l'influence croissante du système sanitaire moderne [1].

I.6 l'importance des plantes médicinales

Le développement de l'industrie chimio-pharmaceutique a permis une révolution dans toutes les payes du monde. Les méthodes d'extraction des principes actifs sont développées, les besoins en médicaments ont augmenté et malgré l'existence des produits synthétiques.

Les médicaments traditionnelles disposent d'un temps plus court pour guérir, mais peut offrir dépendance et des effets indésirables. Les médicaments à base de plantes offrent moins de risque de dépendance et les effets indésirables sont moins fréquents.

I.7 La description

Plantes et parties de plantes (incluant semences et fruits) utilisées en parfumerie, en pharmacie ou comme insecticides, fongicides ou usages similaires, fraîches ou sèches, entières, coupées, concassées ou en poudre [5].

I.8 Domaines d'application des plantes médicinales

Les substances naturelles issues des végétaux ont des intérêts multiples mis à profit par l'industrie.
Cet intérêt pour l'utilisation des plantes est dû au fait que ces dernières guérissent sans effet secondaire défavorable. Aussi, on dénombre à titre d'illustrations, les utilisations suivantes [3] :

- **médecine :** Les plantes médicinales sont utilisées en urologie, en dermatologie, contre les ulcères d'estomac ou encore pour le traitement des désordres nerveux. Elles sont également utilisées dans le traitement de l'athérosclérose contre le diabète ou encore

pour leurs capacités anti- oxydantes. Notons également, les propriétés antimicrobiennes, antivirales, antifongiques des plantes médicinales [3].

- **Cosmétique et des parfums :** Les plantes médicinales trouvent aussi des applications dans les produits de beauté, les parfums, les produits d'hygiène et les articles de toilette.
- **Alimentation :** On les retrouve dans les boissons, les colorants, produits peu transformés tels que plantes à infusion, épices et aromates secs ainsi que dans les assaisonnements.
- **agriculture :** A titre d'exemple, les huiles d'un arbre sont utilisées en Inde dans le contrôle de divers insectes et divers parasites [3].
- **Chimie :** Détergents, colorants, vernis, feux d'artifice.

I.9 Les plantes de nos jours

Les plantes avaient une grande importance dans la vie des anciennes civilisations et cette Importance se manifeste aujourd'hui, puisque les plantes sont encore le premier réservoir de nouveaux médicaments.

En fait, la phytothérapie a toujours su rebondir d'une époque à l'autre, preuve que l'homme et les plantes ont non seulement un passé mais, un présent et un avenir communs si on ne néglige pas de les préserver et de préserver ces savoirs ancestraux, fruits d'un longue coopération transfrontalière sur notre terre patrie. C'est suite aux connaissances anciennes des bienfaits des plantes que la persévérance des Botanistes, Herboristes et Chimistes a réussi à percer le secret des métabolismes des plantes permettant ainsi l'isolement de nombreux principes actifs des végétaux tels des alcaloïdes, parmi lesquels : la morphine, la quinine, la codéine, cocaïne…etc. [6].

I.10 l'histoire des plantes en Algérie

Chaque culture a une histoire d'utilisation des plantes médicinales pour guérir les maladies.

En Algérie l'usage de plantes médicinales est une tradition de mille ans. Les premiers écrits sur les plantes médicinales ont été fait au IX ème siècle par Ishâ-Ben-Amran et Abdallah-Ben-Lounès né à Oran, et qui décrit l'usage de beaucoup de plantes médicinales, mais la plus grande production de livres a été réalisée au dix-septième et au dix-huitième siècle.

Même pendant le colonialisme Français de 1830 à 1962, les botanistes ont réussi à cataloguer un grand nombre d'espèces comme médicinales et un livre sur les plantes médicinales et

aromatiques d'Algérie a été publié en 1942 par Fourment et Roques où ils ont mentionné décrit et étudié 200 espèces. La plupart d'entre elles étaient du Nord de l'Algérie et seulement 6 espèces ont été localisées au Sahara. Le travail le plus récent publié sur les plantes médicinales algériennes est reporté dans les ouvrages de Bloued (1998) et Baba Aissa (1999).

Deux chaînes montagneuses importantes, l'Atlas Tellien au Nord et l'Atlas Saharien au Sud, séparent le pays en trois types de milieu qui se distinguent par leur relief et leur morphologie, donnant lieu à une importante diversité biologique.

Quant à la grande diversité des plantes médicinales en Algérie et leur usage, une synthèse regroupant toutes ces informations à l'échelle nationale devrait être rapidement entreprise. De tout temps, les plantes médicinales ont eu une grande influence et occupé une place importante dans la vie quotidienne en Algérie, on peut observer cette influence même sur les timbres postaux.

Plusieurs espèces se trouvent répondues sur certaines d'hectares dans toutes les régions du pays et parmi les plantes médicinales qui ont acquis une très grande importance, les plantes de la famille des composées qui constituent la plus vaste subdivision du règne végétal.

L'Algérie attache encore de l'importance à ces plantes, puisque dans le Domaine des industries pharmaceutiques, il existe un projet visant le développement de l'utilisation des principes actifs d'origine végétale dans la fabrication des médicaments.

I.11 La plante médicinale sélectionnée

La plante étudiée ont été choisies en fonction de leur emploi très fréquent en Algérie.

I.11.1 le bleuet

Le Bleuet est une plante bisannuelle 0,30 à 0,80 m poussant en Europe dans les champs de céréales que l'on utilise entière qui fleurit de mai à septembre. Son odeur subtile exhale le pollen, et le miel sui sort de la ruche [7].



Figure I.2 :photo de bleuet[8].

I.11.2 Noms scientifiques

Cyranus segetum *ou*Centaureacyanus [8].

I.11.3 Noms communs

bleuet, centaurée bleuet, audifoin, barbeau, blavelle, bleuet des champs, casse-lunettes, fleur de Zacharie, Ambiton, blavéole,blavette,bleu-bleu,centaurée des montagnes,chevalot cornaille.

I.11.4 Noms anglais

Corn-flower, bachelor's button, bluebottle, boutonniere flower, hurt sickle, cyani flower, *Centaurea cyanus.*

I.11.5 Un peu d'histoire

Dans l'antiquité le Bleuet soignait les yeux bleus et le Plantain les yeux foncés. Son nom lui vient du grec « kentaurion » car le centaure Chiron l'aurait utilisé pour soigner ses plaies après avoir été blessé par Hercule.

Son appellation « casse-lunette » lui a été donnée au XVIIe siècle, à l'époque où les apothicaires pilaient les fleurs de Bleuet avec de la rosée ou de l'eau de pluie pour préparer les

eaux calmantes pour les yeux fragiles ou irrités. Plus qu'une thérapeutique l'eau de Bleuet est utilisée par les femmes depuis le Moyen-âge comme produit cosmétique, car elle a la propriété de faire briller les yeux et d'illuminer le regard.

Des propriétés « magiques » lui sont même conférée : le Bleuet a été utilisé depuis des milliers d'années pour favoriser l'amour pur et profond. On le mélangea avec d'autres plantes du même genre afin de créer un encens très puissant capable d'attirer à soi l'amour de sa vie [8].

I.11.6 Culture et récolte

Il ornait les champs de céréales avec le coquelicot et les marguerites, mais à notre époque où les herbicides sont roi, il disparaît peu à peu, le tri des semences contribue aussi à sa raréfaction. Les champs de blé ont perdus leur belle couleur bleutée [8].

I.11.7 Composition du bleuet

- **Parties utilisées :** En phytothérapie, on utilise les pétales ou les fleurs séchées, les feuilles, les graines et les racines.
- **Principes actifs :** Flavonoïdes, chitine, anthocyanosides, composés acétyléniques [8].

I.11.8 Constituants chimiques principaux

Centauréine, pigment bleu (cyanine), centaurine [8].

I.11.9 Propriétés

Antirhumatismale, Sédatif, Astringent, Diurétique, Expectorant, Stomachique, Laxatif [8].

I.11.10 L'utilisation du bleuet

Le bleuet est utilisé depuis fort longtemps**,** en phytothérapie pour soigner bon nombre de maladie plus ou moins graves :

- **Utilisation interne :** Diurétique. Stimulant du métabolisme digestif. Cholagogue léger. Expectorant. Anti-inflammatoire, décongestionnant des bronches. . Favorise la digestion et traite les troubles gastriques. Renforce l'activité du foie et la résistance aux

infections. Traitement des plaies et des affections ulcéreuses. Irritation des yeux et des paupières, conjonctivite. Atténue les douleurs rhumatismales.

- **Utilisation externe :** Calmant ophtalmique.

I.11.11 Classification botanique

Famille des astéracées *(*Asteraceae) [8].

I.11.12 Description botanique du bleuet

Le bleuet est une plante herbacée, souvent adventice des champs de céréales. Elle est annuelle ou bisannuelle. Ses tiges sont vert grisâtre et ont un aspect velouté ; elles peuvent avoir une hauteur variant de 20 cm à 1 m. Les feuilles du bleuet sont lancéolées ou pennatilobées, étroites et allongées. Les fleurs sont de grands capitules solitaires bleus, qui peuvent être, également, blancs ou pourpres. Elles sont situées sur les sommités. Les fleurons périphériques sont nettement plus grands que ceux situés à l'intérieur. Les fruits sont des akènes duveteux. La floraison a lieu entre le mois de mai et le mois de juillet. Les fleurs doivent être récoltées au début de l'éclosion [9].

I.11.13 Dosage

Le bleuet est souvent utilisé dans des préparations conditionnées et standardisées, généralement sous forme d'eau de bleuet ou d'infusions.

Des préparations faites maison sont réalisables [9] :

- **En décoction ou en collyre :** pour le traitement des irritations des yeux et des paupières, des conjonctivites (d'où son nom de "casse-lunettes") et pour lutter contre les inflammations de la peau et des muqueuses. Faire bouillir à feu doux, pendant 5 minutes, 20 à 40 g par litre de capitules entiers. Cette décoction peut également être utilisée en gargarismes, lors d'affections de la gorge ou d'enrouements. Une autre préparation consiste à porter à ébullition 10 g de fleurs de bleuet dans 250 ml d'eau, puis à laisser infuser 15 minutes. Cette décoction s'utilise tiède, en compresses ou en bains d'yeux, trois fois par jour, jusqu'à guérison complète.

- **En tisane ou infusion :** pour favoriser la digestion. Mettre 3 à 4 g de fleurs séchées dans une tasse d'eau bouillante. Consommer deux tasses par jour, pour lutter contre les rhumes tenaces, les bronchites ou en cas d' inflammation. A prendre après les repas, comme dépuratif ou comme diurétique, pour lutter contre les troubles gastriques.

- **En bains :** pour soulager et traiter les plaies ulcéreuses.

- **En bière :** les feuilles sont utilisées pour soulager les douleurs rhumatismales. Faire macérer, durant huit à quinze jours, 25 g de fleurs dans un litre de bière. Boire un verre avant les repas, en cas de crise. Cette préparation est utilisée contre la goutte, les coliques néphrétiques ou la rétention d'urine.

- **En lotion pour raffermir, tonifier et rafraîchir l'épiderme :** 1/3 d'eau distillée de bleuet, 1/3 d'eau distillée de rose, 1/3 d'eau distillée d' hamamélis .

- **En poudre :** les graines servent de laxatif léger chez l'enfant. 2 g de graines de bleuet en poudre, dans une cuillère à soupe de miel. A prendre le matin, à jeun, pour un effet laxatif. En cas d'ictère, prendre 4 g de graines en poudre, mélangés à du miel, une fois par jour pendant quatre jours.

I.11.14 Précautions d'emploi du bleuet

Il n'y a pas de précaution particulière, lorsque le bleuet est utilisé dans les doses thérapeutiques indiquées. Toutefois, il est recommandé de consulter un médecin ou un pharmacien, en particulier pour les préparations faites maison. Il convient aussi de récolter les fleurs justes après leur éclosion. Elles doivent être arrachées une à une, puis séchées en couche mince et à l'ombre, dans un endroit aéré. Une fois sèches, les fleurs seront conservées dans un endroit sec et dans l'obscurité [8].

I.11.15 Contre-indications

Pas de contre-indication connue [8].

I.11.16 Effets indésirables

Pas d'effet indésirable connu [8].

I.11.17 Interactions avec des plantes médicinales ou des compléments

Aucune interaction détectée [8].

I.11.18 Interactions avec des médicaments

Pas d'interaction connue [8].

I.11.19 Des bienfaits reconnus

Les tisanes et les infusions de bleuet favorisent la digestion et ont une fonction diurétique reconnue. En utilisation externe, le bleuet permet de soigner les conjonctivites et de soulager les yeux et les paupières, même si cette dernière utilisation relève désormais de la tradition et du savoir empirique. Les pétales ont une légère action fortifiante et stimulante, alors que les graines servent de laxatif léger chez l'enfant. Les feuilles sont utilisées pour soulager les douleurs rhumatismales [9].

I.11.20 Avertissement

Afin d'obtenir une efficacité maximale et sans risques, il est fortement conseillé de consommer des préparations conditionnées et standardisées, aux doses recommandées. Pour les préparations faites maison, il convient de respecter les doses indiquées. Dans tous les cas, il est conseillé de consulter un médecin ou un pharmacien [9].

I.11.21 La recherche sur le bleuet

Aucune recherche officielle n'est actuellement effectuée sur le bleuet. Il est souvent considéré comme une mauvaise herbe et fait désormais partie des plantes messicoles qui ont tendance à disparaître. Les recherches sur le bleuet concernent, aujourd'hui, davantage la cosmétique [9].

I.11.22 les médicaments contenant du Bleuet

Hydrolat de bleuet ,Phytothérapie, Aromathérapie ,Homéopathie , douces, Compléments, Forum Phytothérapie ,Forum Médecines douces ,Forum Compléments alimentaires, Forum Homéopathie [8].

I.12 Conclusion

Les plantes médicinales restent encore le premier réservoir de nouveau médicaments .Elles sont considérées comme sources de matière première essentielle pour la découverte de nouvelles molécules nécessaires à la mise au point de futurs médicaments.
En Algérie les plantes médicinales présentant une grande richesse en flore spontanée.

Chapitre II

Les procédés d'extraction

Chapitre II Les procédés d'extraction

II.1 Introduction

L'origine de l'extraction de principes actifs végétaux se perd dans la nuit des temps.
L'homme a en effet découvert très tôt les bienfaits des végétaux et les premières techniques Pour en retirer ce que l'on appelle aujourd'hui un "extrait". Ces premiers extraits étaient obtenus par extraction aqueuse essentiellement ou fermentation alcoolique et selon des procédés tels que l'infusion, la macération, la décoction. La simplicité de ces procédés, les outils, les matériaux ou encore les modes de chauffe d'alors faisaient de l'extracteur un homme de l'art plutôt qu'un scientifique [10].

Thématiques visant à mettre en œuvre des méthodes de plus en plus performantes, car cette industrie s'est intéressée au rendement et à la qualité des extraits. Ces efforts sont focalisés dans la modification ou le développement des techniques efficaces de production, de concentration et de purification des extraits aromatiques.

La conception et le dimensionnement des installations sont des étapes indispensables à l'évaluation de la faisabilité d'un procédé de production. Pour une bonne extraction, il ne suffit pas de prendre en considération la solubilité du soluté désiré ou non désiré. L'extraction solide-liquide à partir de la matrice végétale est une opération unitaire complexe en raison de la nature même du substrat. Les résistances au transfert de matière dues à la structure végétale et la localisation des composés recherchés peuvent être déterminantes. L'étude passe généralement par des essais pilotes, souvent coûteux. La description et la modélisation des phénomènes de transfert de soluté répondent à deux objectifs : l'établissement d'un modèle de représentation de ceux-ci observés à l'échelle de la paillasse en mode discontinu et l'intégration des connaissances ainsi acquises dans un modèle global pour constituer un outil complet de simulation du comportement du contacteur solide-liquide [11].

II.2 Historique

En effet, l'extraction est présentée, la plupart du temps, comme un procédé de séparation par lequel un matériau peut être traité par différentes méthodes. Dans le cas particulier des huiles essentielles, d'une façon générale, l'extraction est faite par entraînement à la vapeur d'eau. Cette méthode est un procédé de séparation basé sur la différence de composition entre l'eau et la vapeur produite pendant l'exécution de l'opération unitaire [12,13].

Sur le plan historique, le développement des procédés d'extraction a ces origines dès l'antiquité [14]. Au cours du 18ème siècle, commence l'utilisation de solvants d'origine pétrochimique pour extraire les matières naturelles [15].

En 1855, un procédé pour extraire la graisse à partir d'arêtes, d'os et de bois a été breveté par E. Deiss, qui utilise le disulfure de carbone comme solvant. Une année plus tard, le même auteur a développé une méthode pour l'extraction des huiles de graines et il a construit une usine productrice d'huile d'olive à Marseille [16].

En 1838, A. Payen réussit à extraire du bois un composé de formule $(C_6H_{10}O_5)_n$ auquel il donne le nom de cellulose, ensuite 8 ans plus tard, C. Schönbein obtient la nitrocellulose, 1er polymère artificiel, par action d'un mélange sulfo-nitrique sur la cellulose [17].

En 1958, V. Dodane et VD. Vilivalam ont discuté la déacetylation de chitosan obtenu à partir de chitine naturel ainsi les propriétés physico-chimique des dérives obtenus. Ces derniers ont était utilisés dans le domaine biomédical et pharmaceutiques [18].

II.3 Principe de l'extraction solide-liquide

L'extraction solide-liquide est l'opération fondamentale qui a pour but d'extraire, de séparer, de dissoudre soit par immersion soit par percolation d'un liquide, un ou plusieurs composants (liquide ou solide) mélangés à un solide. C'est une opération de transfert ou d'échange de matière entre une phase solide, qui contient la matière à extraire et une phase liquide, le solvant d'extraction [19].

La complexité de la structure et la variabilité de la matière végétale (avec les saisons, les récoltes, ...etc.) ainsi que la large variété des composés à extraire (différents poids moléculaires, polarité, lien avec la structure, ...etc.) ont conduit à l'apparition d'une grande variété de technologies d'extraction [20].

II.4 Mécanisme de l'extraction

L'extraction solide-liquide est réalisée par contact intime entre le solide et le solvant.

Au cours de l'extraction, la concentration du soluté dans le solide varie sans interruption, ce qui explique un état non stationnaire de transfert de matière. Une série de processus successifs ont lieu traduisant l'interaction entre le solide contenant initialement le soluté, et le solvant effectuant la séparation ; ces processus concernent :

- La diffusion du solvant au sein de la matrice solide.
- La dissolution du soluté dans le solvant.

- La diffusion du soluté dissous dans le solvant de la matrice solide vers la surface.
- Le transfert par convection ou diffusion du soluté contenu dans la solution près du solide vers la masse du restante du solvant [21].

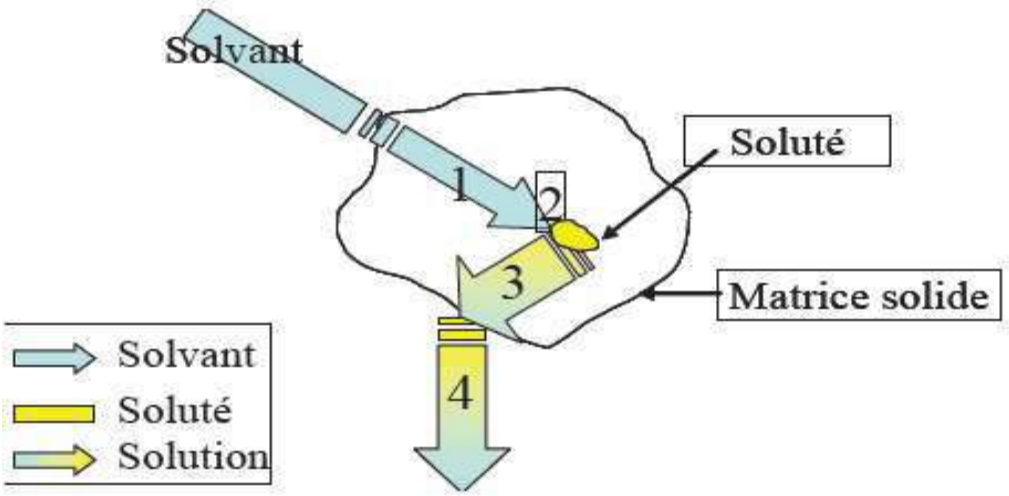


Figure II.1: Schéma des principales étapes ayant lieu lors de l'opération d'extraction solide liquide [21].

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

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

La diffusion de la solution enrichie vers la surface extérieure du solide joue un rôle également important dans la cinétique de transfert de matière. La vitesse globale d'extraction devra prendre en compte les diverses vitesses de diffusion dans le solide [19].

II.5 Facteurs influençant le transfert

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

➢ Influence de la matière végétale solide

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

transfert interne. Réduire la taille des particules diminue la longueur de diffusion du solvant et

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

La porosité ϱ de la matière végétale est généralement élevée. En outre, la taille des pores n'est pas uniforme compte tenu de la complexité de la structure végétale. Elle comprend des cavités de tailles variables, d'autres éléments constitués de contours solides et un intérieur liquide ou entièrement vide. La tortuosité τ est donc très variable. De plus, elle est difficilement accessible à la mesure contrairement à la porosité [19].

➢ Influence du soluté

Le soluté à extraire influence la diffusion par sa structure moléculaire, sa taille, sa localisation, sa répartition et ses liaisons dans la matière végétale avec d'autres composés. Il a été montré que la vitesse de diffusio diminue quand la taille moléculaire augmente. Par exemple : les vitesses d'extraction des composants hydrosolubles sont dans l'ordre décroissant suivant : acides acétiques > sucre > phénol >pectines [22].

Les substances à extraire, localisées à l'intérieur des cellules, se présentent sous forme libre alors que celles qui participent à la structure sont liées à d'autres composés.

Leurs concentrations varient selon les conditions climatiques de croissance, les conditions de récoltes, l'état de maturité et le conditionnement, c'est pourquoi elles varient beaucoup d'un lot à l'autre et au sein d'un même lot.

Plusieurs auteurs ont tenté de proposer des corrélations pour le coefficient de diffusion en fonction des caractéristiques du soluté [19].

- **Influence du solvant**

Un solvant est, par définition, une substance qui a le pouvoir de former avec d'autres substances une solution homogène.

Les solvants souvent utilisés sont l'eau, les alcools (méthanol, éthanol), les hydrocarbures (hexane), le CO_2 supercritique. Comme dans le cas de soluté, la taille des molécules de solvant exerce une influence sur la diffusion. Il est également question de sélectivité, afin d'extraire le maximum de soluté et le minimum des autres constituants du cytoplasme et plus généralement de la matière végétale, car il faut par la suite séparer le soluté des autres molécules extraites. Le choix d'un solvant à faible viscosité et de masse volumique peu élevée est recommandé pour faciliter la diffusion dans le solvant, l'agitation et la séparation mécanique [19].

Le choix du solvant se fait selon plusieurs critères [23] :

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

Dans l'industrie alimentaire ou pharmaceutique, le choix du solvant est très important.

Les normes et les règles d'hygiène et de sécurité sont très strictes.

Il ne doit pas en rester dans les produits finaux ou bien les traces doivent être suffisamment insignifiantes pour être inoffensives.

- **Influence de la température**

L'élévation de la température favorise généralement l'accroissement de la solubilité et de la diffusivité du soluté et la diminution de la viscosité de la solution.
La température opératoire est limitée par les risques d'extraire des composés nuisibles, par les risques de dégradation thermique du soluté et par la sécurité de l'installation (risque d'incendie) [23].

- **influence de temps d'extraction**

Les quantités de substances extraites sont fonction du temps de séjour du matériel au sein du solvant (temps nécessaire à la pénétration du solvant à l'intérieur des vacuoles, dissolution du composé….. etc.
Généralement, une élévation de la température traduisant l'agitation moléculaire permet de diminuer les temps de contact, sans diminution notable du rendement [23].

- **Influence de l'agitation**

Une agitation mécanique des particules dans le solvant permet le maintien en suspension de celles-ci et l'homogénéisation du milieu. Elle a donc une grande influence sur le transfert de la matière à l'interface solide-liquide [24].

- **Influence de l'humidité**

En règle générale, les matières végétales sont séchées pour faciliter leur conditionnement et surtout leur stockage. Un surplus d'humidité peut donc détériorer le substrat. De plus, lors de l'utilisation de solvants hydrophobes, la diffusivité est inversement proportionnelle à la teneur en eau du solide [19].

II.6 Techniques Extractives

Les procédés d'extraction sont basés sur la différence de solubilité des composés présents dans un mélange et dans un solvant. Nous nous intéressons ici à l'extraction à partir d'un système solide, la plante. Il existe plusieurs techniques d'extraction des produits à haute valeur ajoutée présents dans les plantes. Ces techniques peuvent être dites conventionnelles (utilisées depuis longtemps) et nouvelles (développées plus récemment). Les techniques conventionnelles utilisent des solvants organiques (tels que l'hexane, l'acétone, le méthanol,

l'éthanol…. etc.) ou l'eau et se réalisent, en général, à pression atmosphérique. Les nouvelles techniques utilisent des pressions et/ou des températures élevées [25].

II.6.1 Les méthodes traditionnelles

II.6.1.1 Enfleurage

C'est la méthode la plus ancienne, développée dans le Sudd la France en parfumerie, pour retirer l'arôme des fleurs qui supportent mal des températures élevées. On applique une couche de gras (30mm) des deux côtés d'une plaque de verre encadrée de bois (60 x 80cm). Environ 50 à 80g de pétales séchés sont étendus sur le gras et on monte ainsi un ensemble de plusieurs cadres, les uns par-dessus les autres. L'absorption des huiles de fleurs par le gras peut prendre de 24 h (jasmin) à 72 h (tubéreuse). On remplace le matériel par des pétales frais jusqu'à ce que le gras soit saturé complètement. À la fin on extrait le gras à l'alcool, qu'on concentre sous pression réduite, pour Cobtenir "l'absolu" .Cette méthode laborieuse, qui demande une grande habileté, est de moins en moins employée au profit de l'extraction par solvant [26].

II.6.1.2Macération

Dans ce procédé, on réduit le temps de l'enfleurage par immersion des pétales dans un corps gras chauffé à 45-60C^0 pour une période de 1 à 2 heures. Après chaque immersion (on en fait une vingtaine en moyenne), le gras est filtré et séparé des pétales de fleurs. La suite du procédé, pour l'obtention de l'absolu, est la même que dans l'enfleurage. La macération est surtout utilisée pour les fleurs délicates qui perdent leurs arômes très rapidement après la cueillette [27].

II.6.1.3 La distillation

La distillation peut être définie comme un procédé de séparation des composés d'un mélange, qui est basé sur la différence de leur volatilité relative. Dans le cas des huiles essentielles, la distillation est habituellement menée selon deux objectifs : la récupération et le fractionnement. La première opération consiste en la séparation de l'huile à partir de la matière végétale, tandis que la deuxième, est la séparation d'un composé à partir du mélange constituant l'huile [2].

II.6.1.4 Entraînement à la vapeur d'eau

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des huiles essentielles. A la différence de l'hydrodistillation, cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter. De la vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange « eau + huile essentielle ». Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique : l'huile essentielle. L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile [28].

L'hydrodiffusion est une variante de l'entraînement à la vapeur. Dans le cas de l'hydrodiffusion, le flux de vapeur n'est pas ascendant mais descendant. Cette technique exploite ainsi l'action osmotique de la vapeur d'eau. Le principe de cette méthode réside dans l'utilisation de la pesanteur pour dégager et condenser le mélange « vapeur d'eau – huile essentielle » dispersé dans la matière végétal.

Comme pour l'entraînement à la vapeur d'eau, l'hydrodiffusion présente l'avantage de ne pas mettre en contact le matériel végétal et l'eau. De plus, l'hydrodiffusion permet une économie d'énergie due à la réduction de la durée de la distillation et donc à la réduction de la consommation de vapeur [29].

II.6.1.5 Hydrodistillation

Le précède d'hydrodistillation est la distillation d'un mélange d'eau et d'un produit naturel. Elle consiste à porter a ébullition le mélange, puis a condenser les vapeurs qui se dégagent, c'est-a-dire de les ramener a 1'état liquide, afin de récupérer les aromes.

Par ailleurs, quelque soit la nature du composé organique, la température d'ébullition du mélange est inférieure a $100C^0$ sauf quelques exceptions telles que le dichloromethane.

On récupère ainsi un mélange de substances organiques et d'eau. La température du mélange reste constante jusqu'a 1'épuisement d'un des réactifs.

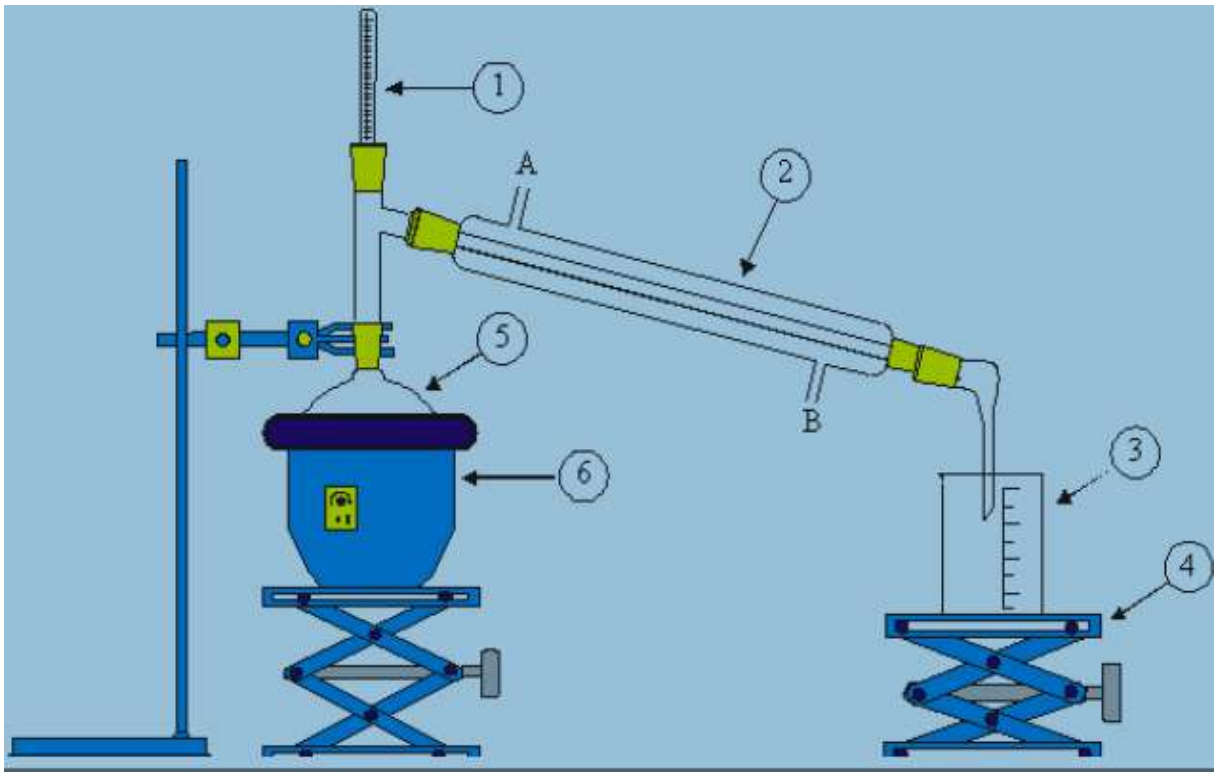


Figure II.2: Montage d'hydrodistillation [32].

1- thermomètre.2- réfrigérant.3- bicher.4- support.5- ballon.6- chauffe ballon.

La préparation de décoctions permet de faire « éclater» les cellules végétales qui renferment les composés organiques odorants. La présence des résidus végétaux solides rend d'ailleurs difficile la séparation de ces phases par décantation ou filtration. Le mélange est alors porte a ébullition puis, a 1'aide d'un réfrigérant a eau, la condensation de ce mélange gazeux provoque sa séparation en deux phases liquides :

- Une phase organique supérieure, dite huile essentielle, contenant la majorité des composes odorants.
- Une phase aqueuse inférieure, dite eau aromatique, qui n'en contient que très peu de composes odorants [33].

II.6.1.6 Hydrodistillation sous pression

Afin de traiter des matières premières pour lesquelles il est difficile d'extraire l'huile essentielle ou pour les essences difficilement entraînables, l'hydrodistillation à pression élevée représente une bonne alternative. Cette technique est en outre utilisée pour le santal, le girofle ou les rhizomes de vétiver, de gingembre et d'iris. Cependant, bien que le travail sous

pression conduise à une amélioration du rapport d'entraînement donc à des économies d'énergie, une température élevée peut emmener une modification voire une altération de l'huile essentielle obtenue.

D'autre part, le prix et les contraintes des équipements à mettre en œuvre contribuent à freiner cette technique [34].

II.6.1.7 Turbodistillation

La turbodistillation est un procédé d'hydrodistillation accélérée en discontinue, Son objectif est de limiter les inconvénients d'une longue durée d'extraction ou d'une surpression.
Cette technique est prédestinée aux matières premières végétales difficiles à traiter comme les racines, les ligneux ou les graines, comme cela a été le cas pour la badiane de Chine ou les graines de céleri. Elle représente une alternative à des hydrodistillations de longue durée ou en surpression. Le réacteur contenant la matière végétale est équipé d'une turbine qui permet d'une part, la dilacération des matières végétales, d'autre part, une agitation turbulente, d'où un meilleur coefficient de transfert thermique et une augmentation de la surface de vaporisation (Figure II.3) .Outre le recyclage des eaux de cohobage, ce procédé permet la récupération des fractions les plus volatiles grâce à un système de condensation secondaire. La présence d'une colonne à plateaux contribue à l'enrichissement des vapeurs en huile essentielle, d'où une amélioration du rapport d'entraînement [35].



Figure II.3 : Principe schématisé de l'appareillage de Turbodistillation (DCFAROMAPROCESS) [36].

II.6.1.8 Extraction par solvants volatiles

L'extraction par solvant organique volatil reste la méthode la plus pratiquée. Les solvants les plus utilisés à l'heure actuelle sont l'hexane, cyclohexane l'éthanol moins fréquemment le dichlorométhane et l'acétone Le solvant utilisé doit satisfaire à certaines conditions, dont les plus importantes sont [34] :

- Être un bon solvant des produits odorants.
- Avoir un point d'ébullition assez bas (de 50 à 80C^0).
- Inerte vis à vis des constituants à extraire.
- Être à moindre coût.
- Ne pas être nuisible pour les humains ou manipulateurs (Propriétés cancérigènes ou toxiques par exemple) [37].

Cette extraction se fait dans un appareil extracteur de Soxhlet qui est une pièce de verrerie utilisée en chimie analytique et en chimie organique, et permet de faire l'extraction par solvant continue d'une espèce chimique contenue dans une poudre solide. Cet appareil porte le nom de son inventeur : Franz von Soxhlet. L'emploi restrictif de l'extraction par solvants organiques volatils se justifie par son coût, les problèmes de sécurité et de toxicité, ainsi que la réglementation liée à la protection de l'environnement [38].

II.6.2 Les nouvelles méthodes

II.6.2.1 Extraction par ultrason

Les ultrasons sont des ondes mécaniques qui sont capables de se déplacer dans un milieu élastique à une fréquence supérieure à la limite maximale d'audibilité de l'oreille humaine (16 kHz).

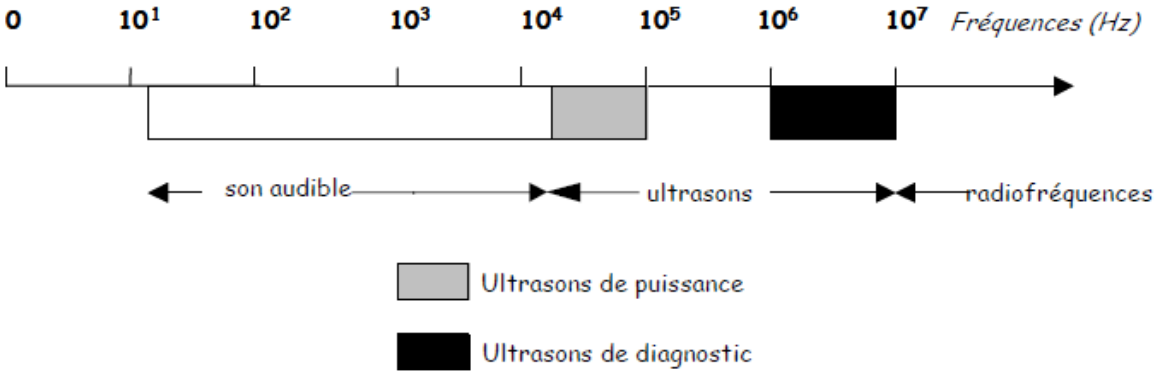


Figure II.4: Domaines d'utilisation des Ultrasons en fonction de la fréquence [39].

Cette technique est apparue en 1950, avec des équipements de taille de laboratoire.

Elle représente une adaptation de l'hydro distillation ou de l'extraction par solvant organique. En effet la matière première est immergée dans l'eau ou dans le solvant, et dans le même temps, elle est soumise à l'action des ultrasons. Cette technique et été développée pour l'extraction de certaines molécules ayant un intérêt thérapeutique.

Les ondes sonores utilisées ont une fréquence de 20KHZ à 1 MZ induisant de vibrations mécaniques dans le solide, le liquide ou le gaz, à travers une succession de phases d'expansion et de compression, comme au cours d'un phénomène de cavitation, les bulles, formées par l'expansion, vont se développer puis dégonfler.

Si ces bulles se situent près d'une surface solide, alors le dégonflement sera asymétrique, ce qui produira des jets de liquide ultra-rapides.

Les mécanismes d'extraction impliquent deux phénomènes physiques :

- Les molécules peuvent parfois traverser la paroi cellulaire par simple diffusion.
- Après destruction des parois cellulaires, le contenu de ces cellules peut-être « Lessivé» afin de récupérer l'ensemble des molécules emprisonnées jusqu'alors.

Les ultra-sons permettent d'améliorer ces deux phénomènes. Ils pourraient augmenter le rendement, diminuer la quantité de solvant nécessaire et/ou le temps de traitement [40].

II.6.2.2 Extraction par fluide supercritique

Le CO_2 est le fluide le plus employé pour l'extraction de matières premières aromatiques. L'appareil permet de mettre en contact le matériel végétal et le CO_2 et de varier les conditions de température et de pression pour que ce fluide agisse tantôt comme un gaz (viscosité, diffusion), tantôt comme un liquide (densité, pouvoir de solubilisation). Les composés solubles seront alors extraits et séparés. On ajuste donc ces paramètres selon la nature des produits que l'on veut extraire, ce qui nous permet d'être très sélectif et d'obtenir les différents constituants de manière séquentielle. Précisons que cette technologie est celle qui altère le moins l'extrait végétal. Les avantages de ce procédé sont les suivants :

- Le CO_2 est totalement inerte chimiquement, il est naturel, non toxique et de bon marché.
- On utilise des basses températures pour la mise en œuvre.
- En fin de cycle, la séparation entre le solvant d'extraction et le soluté pour obtenir l'extrait est facile (simple détente qui ramène le CO_2 à l'état gazeux), avec une récupération quasi-totale et peu coûteuse.
- Les frais de fonctionnement, à l'échelle pilote ou de laboratoire, sont réduits (le CO_2 est continuellement recyclé).

L'extraction au CO_2 supercritique est une technique intéressante qui apporte de nouvelles notes olfactives (méthode d'extraction plus complète et moins dégradante que la vapeur d'eau). Cependant son installation industrielle reste coûteuse et l'appareillage est encore envahissant[41].

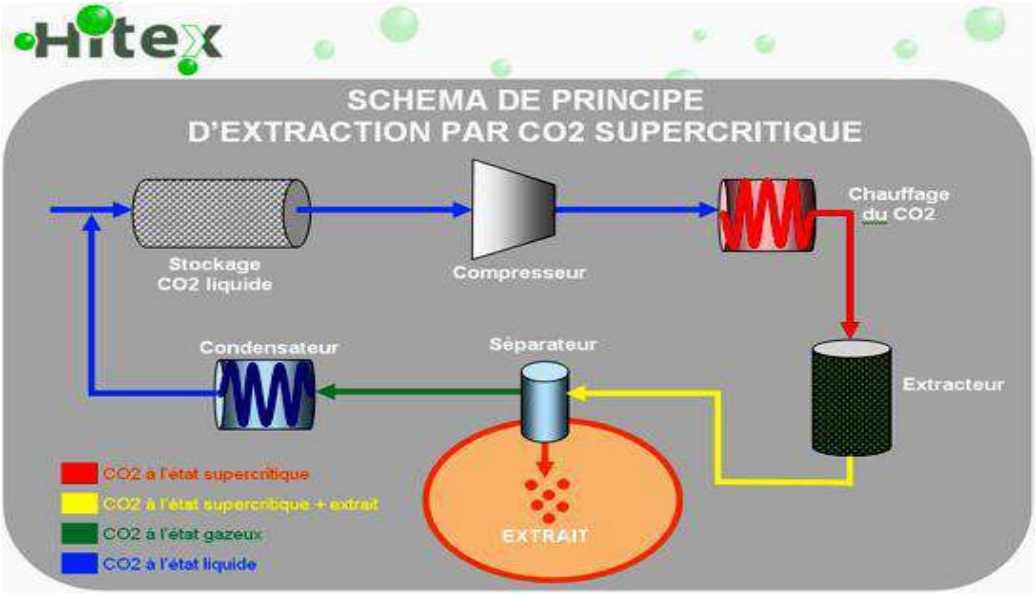


Figure II.5: Appareillage d'extraction avec fluide supercritique (CO_2) [29].

II.6.2.3 Extraction par micro-ondes

Gonzler, Gedye et d'autres en 1986, furent les premiers à présenter une technique d'extraction par micro-ondes en vue d'une analyse chromatographique.

Ce procédé consistait à irradier par micro-ondes de la matière végétale broyée ou non au préalable en présence d'un solvant absorbant fortement les micro-ondes (le méthanol) pour l'extraction de composés polaires ou bien en présence d'un solvant n'absorbant pas les micro-ondes (hexane) pour l'extraction de composés apolaires. L'ensemble était chauffé sans jamais atteindre l'ébullition durant de courtes périodes entrecoupées par des étapes de refroidissement. Après, une étape de séparation par centrifugation, les échantillons étaient directement injectés sur colonne chromatographique. Le procédé original sera par la suite quelque peu modifié et enrichi, à savoir :

- L'extraction par micro-ondes sans solvant(SFME).
- L'hydrodistillation par micro-ondes sous vide pulse.
- L'extraction par solvant assistée par micro-ondes(ESAM).

Les travaux sur cette technique ont continué d'avancer, aujourd'hui, plus de 1500 articles ont été publiés sur le sujet d'extraction par micro-ondes [42]. .Dans ces derniers, la SFME est le plus souvent comparée à l'hydrodistillation classique. [43].

ont appliqué la SFME pour l'extraction d'huile essentielle à partir d'Ocimum basilicum.

Les huiles essentielles ont été extraites en 30 min par SFME, contre 4-5 h pour l'hydrodistillation et elles étaient plus riches en composés oxygénés. La technique SFME est donc plus économique, en temps, en énergie et en matière première.

ont mis en évidence les avantages de l'hydrodistillation assistée par micro-onde du Thymus vulgaris L : un temps d'extraction plus court (75 min contre 4h pour HD) ; un rendement amélioré (2.44 %contre 2.39% pour HD) et un impact environnemental moindre [44].

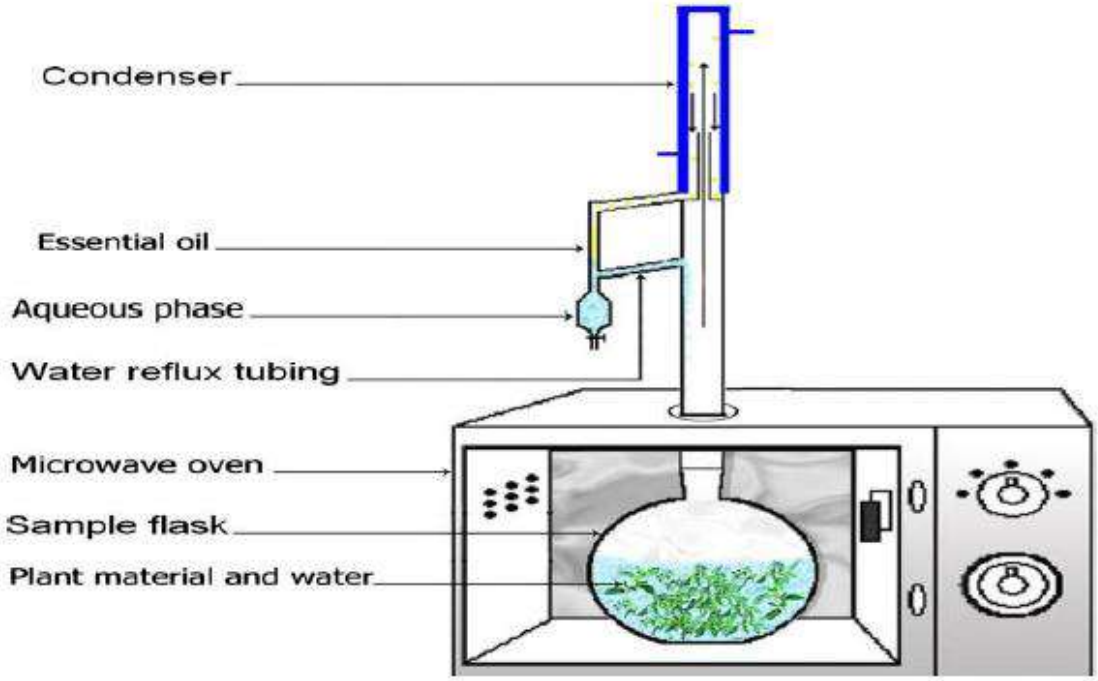


Figure II.6: Montage de l'hydrodistillation assistée par micro-ondes [44].

II.6.2.4 Extraction par induction électromagnétique

Le principe du processus de chauffage par induction assistée par champ magnétique consiste à utiliser la propriété de conductivité électrique des solutions acides ou basiques. Pour ces liquides fortement conducteurs, ce sont les ions qui assurent le transport du courant sous l'effet d'une différence de potentiel. Le mouvement ionique provoqué par l'action d'une différence de potentiel alternative entraîne un échauffement de la solution [45, 46].

Trois principaux phénomènes, électrique, thermique et hydrodynamique, sont présents et sont mutuellement couplés. L'énergie électrique apportée au produit est transformée en énergie thermique par l'effet Joule. L'efficacité de ce type de chauffage est influencée parla nature de la solution d'électrolytes et ses propriétés physiques et électriques.

L'induction électromagnétique a pour particularité de générer la chaleur directement àl'intérieur du matériau à chauffer. Cette particularité présente de nombreux atouts par rapport aux méthodes de chauffe plus standards, notamment la réduction des temps de chauffe et des

Rendements élevés, ou encore la possibilité de chauffer de façon très locale. Les hautes densités de puissance mises en jeu permettent d'obtenir des vitesses de chauffe très rapides.

En 2006, Lucita Lagunez Rivera avait étudié cette nouvelle méthode d'extraction en faisant progresser la compréhension des phénomènes liés au chauffage par induction

électromagnétique directe dans les systèmes d'extraction des produits naturels. L'étude apportée sur l'extraction de l'huile essentielle des graines de carvi [35].

Megateli S [47] avait étudiée la méthode d'extraction par induction magnétique sur un ensemble des plantes médicinales (Ruta chalepensis ; grain de cumin) afin d'exploiter cette technique émergente dans l'extraction des différents métabolites secondaires.

II.7 conclusion

La recherche dans le domaine de l'extraction ne cesse de croître. Trouver ou inventer de nouveaux procédés plus efficaces en terme de réduction de temps, de rendement ou de sélectivité, mais aussi œuvrer vers une chimie «verte » (moins de solvants, d'énergie et de rejets) sont les grands enjeux. Cette intégration montrera notamment les potentialités de technologies innovantes et respectueuses de l'environnement, en matière d'extraction des produits naturels et même valorisation des coproduits de l'industrie agroalimentaire.

Les technologies traditionnelles d'extraction sont séculaires et elles ont certes démontrés leur efficacité, mais aussi leurs limites en termes de productivité, de rentabilité et de qualité des extraits, la nécessité de dépasser ces limites a favorisé l'émergence de technologies nouvelles. [48].

Chapitre III

Les propriétés et l'application de pectine

Chapitre III Les propriétés et l'application de pectine

III.1 Introduction

Les pectines constituent une famille de polysaccharides branchés et hétérogènes présents dans les parois cellulaires primaires et les régions intercellulaires des végétaux supérieurs. Ce sont des macromolécules de nature glucidique, composées essentiellement d'acides galacturoniques. Le terme "pectines" ou substances pectiques est le terme générique qui recouvre d'autres termes de signification structurale plus précise, il s'agit en fait d'un ensemble de polysaccharides dont les éléments distinctifs sont la présence d'acides galacturoniques partiellement méthyle-estérifiés et la présence de faible quantité de rhamonose.

Ces pectines jouent un rôle structural important dans le maintien de l'architecture cellulaire et participe également dans le métabolisme végétal, notamment au niveau de l'expansion et de la défense cellulaire. Plusieurs aspects de la physiologie des plantes, la pathologie des plantes et la texture des fruits et des légumes sont liés aux substances pectiques, dont les propriétés de gélification remarquables leur font un additif principal dans les industries alimentaires.

Car elles ne sont pas métabolisées pendant le passage par l'appareil digestif humain, les pectines appartiennent à la classe de fibre diététique. Les pectines font partie de notre régime comme constituants des produits alimentaires des légumes et des fruits consommés dans leur présentation traditionnelle. Sans compter les fruits et les légumes, qui contiennent autour 5-10% de pectine, quelques sous-produits de l'industrie alimentaire peuvent être considérés comme de bonnes sources des pectines (pulpes de betterave, marcs de pommes et les écorces d'agrumes…etc.)

Selon leur degré de méthylation, les pectines sont classées en pectines hautement méthylées (HM) avec un degré de méthylation supérieur à 50% (DM > 50%) et pectines faiblement méthyleés (LM) avec un degré de méthylation inférieur à 50% (DM < 50%). Environ 80% de la production mondiale de pectines HM est employée dans la fabrication des confitures et des gelées, mais les pectines trouvent de nombreuses d'autres applications en dehors de l'industrie alimentaire principalement pour des buts pharmaceutiques (agent stabilisant) [47].

III.2 Contour Historique

Les propriétés gélifiantes de certaines substances contenues dans les fruits, sont utilisées depuis longtemps dans la fabrication des confitures.

Le mot « Pectine » vient du mot grec « Pectos », signifiant le « Coagulât ». La découverte de ce composé chimique (pectine) a été faite par "Vauquelin" en 1790, mais le chimiste français "Braconnot" (en 1824) était le premier qui la caractérisera comme composant actif de fruits responsable de la formation de gel en présence de sucre et en milieu acide et suggéra le nom "pectine".

Depuis ce premier rapport, un effort considérable a été consacré par des scientifiques aux différents aspects des pectines, y compris la structure moléculaire, la localisation dans les parois cellulaires, et les propriétés rhéologiques et biologiques de la matière extraite. Smolenski en 1924 était le premier qui a appelé une substance polymère d'acide galacturonique en pectine. En 1930, Meyer et Marque ont découvert la formation des chaînes de la molécule de pectine. Et Schneider et Bock en 1937 ont établi la formule de la pectine.

L'isolement commercial des pectines à partir de matières premières choisies a commencé au début du vingtième siècle, et depuis une gamme étendue de littérature au sujet de la chimie, de la production et des propriétés fonctionnelles des pectines a été produite. Le travail de Kertesz (1951) a fourni un examen étendu de la connaissance de tous les aspects concernant les pectines a ce moment-là, la présence des résidus d'acides galacturoniques méthylés liés en α (1,4) a été une évidence pour l'existence des pectines. La présence d'autres composants (méthylpentose, xylose, acide acétique….. etc.) accompagnés des arabinanes et des galactanes a été montrée, mais leur incorporation dans la structure pectique n'a pas été prouvée.

En 1922, Ghrre et Hammes mettaient au point une méthode d'estimation des pectines, basée sur l'insolubilité des pectates de calcium. La structure des rhamnogalacturonanes et des chaînes latérales a été élucidée au début des années 70. En 1965, les pectines avaient été utilisées dans l'industrie essentiellement en tant qu'agent gélifiant dans les confitures ou les gelés, par la suite d'autres domaines d'application ont été identifiés tels que de nos jours, les pectines sont employées comme fibre diététique, et comme des stabilisateurs dans les systèmes de produits laitiers acides [47].

III.3 Origine des pectines

La pectine occupe une place particulière parmi les polysaccharides des membranes cellulaires végétales et se différencie surtout par sa structure et ses propriétés des autres polysaccharides constitutifs des membranes cellulaires.

Comme l'amidon et la cellulose, la pectine est un carbohydrate structural présent dans toutes les plantes**.** Seules les céréales n'en comportent pas**.** Les substances pectiques sont les composants intégraux des structures des cellules et jouent un rôle important en tant que matériel de cimentage dans les lamelles moyennes des parois des cellules primaires.

Les substances pectiques sont abondantes dans les fruits et les légumes et largement responsables de leur fermeté et forment la rétention de leur tissu (tableau III.1). Le processus de la maturation implique l'hydrolyse enzymatique et la dépolymérisation des substances pectiques mère, pour rapporter en partie des pectines solubles.

La teneur en pectines d'un tissu végétal varie selon l'origine botanique et anatomique de ce végétal (tableau III.2). Les marcs de pomme (teneur en pectines 15-20%) et les écorces des agrumes (30-35%) constituent les sources industrielles de pectines [48 ,49].

Tableau III.1: teneur en substances pectiques de quelques végétaux [49 ,52].

Origine	Teneur en pectines (% de la matière sèche)
Pomme	4.5
Carotte	10
Raifort	15
Tomate	3
Marc de pomme	15-20
Capitules de tournesol	25
Marc de betterave	15-20
Albédo des agrumes	30-35

Tableau III.2 : teneur en pectines de quelques tissus végétaux [48].

Tissu végétal	Teneur en pectine (% de la matière sèche)
Fibre de coton	0.7
Pépins de citron	6.0
Ecorce de citron	32
Pulpe de citron	25

III.4 Extraction de la pectine

En industrie, les principales fonctionnalités recherchées des pectines sont les propriétés gélifiantes. Il s'agit donc de produire des pectines solubles en milieu aqueux capable de former des gels dans des conditions précises.

Actuellement les recherches sur les pectines s'orientent vers d'autres applications, leur activité émulsifiante et la stabilité des émulsions d'huile dans l'eau la plupart des pectines solubles des fruits passent dans le jus. L'extraction consiste à solubiliser les pectines restant dans les pulpes ou les écorces, à l'aide d'acide dilué à chaud. Les deux matières premières qui servent à produire des pectines commerciales sont les pelures (humides ou sèches) d'agrumes et des marcs (secs) de pomme.

Leurs teneurs sont relativement importantes : 10 – 15 % pour les marcs secs de pommes [51,52] et 20 – 30 % pour les pelures sèches d'agrumes [51, 53,54].

En général après extraction industrielle du jus de citron ou de pomme, les marcs de pommes sont rapidement séchés tandis que les pelures d'agrumes sont d'abord blanchies avant d'être séchés, pour éviter une désintégration de matière, lors de l'extraction des pectines et pour empêcher tout développement de microorganismes susceptibles de produire des enzymes de dégradation des pectines, et augmenter la stabilité du produit pendant le transport et le stockage [51,55].

Les conditions d'extraction (pH, température, temps et ratio : solide-liquide) doivent être optimisées pour obtenir chaque type de pectine avec des rendements acceptables.

Pour des pH de l'ordre de 1.5 à 3 et des températures de 60 à 100 C^0, la durée de l'extraction Peut varier de 30mn à plusieurs heures.

Tableau III.3 : Conditions d'extractions par voie chimique et rendements en pectines extraites de différents fruits (synthèse des travaux publiés) [56].

condition d'extraction					rendements (%)	références
Matières premières	Agents de solubilisation	pH	Température En ° C	Temps en min		
Capitules de tournesols	Hexameta phosphate	5	65	20	11.4	Sahari et al (2003)
Marcs de pommes	Hcl	1,8	85	30	24.89	Hwang et al (1998)
Marcs de pommes	Acide citrique	-	50-100	30-80	5,7-16,8	Macron et al (2005)
Marcs de pommes	Acide nitrique	2,5	80	60	39,6	Constenla et al(2002)
Fraises	-CDTA (*) -Hcl -NaOH	4,8-5	38	6 h	20 ,8 4 20	Legentil et al (1995)
Pulpes de mangues	-Hcl -eau desionisée -oxalate d'ammonium	1,5 - 4,6	85 75 85	60 60 60	26,3 13,2 31,8	Koubala et a (2007)
Pulpes de galgals	Hcl	-	38	60	20,8	Attri et Maini (1995)
Citrons	Acide nitrique	1,6	80	60		Akhatr et al (2002)

(*) CDTA : cyclohexane-trans-1, 2-diaminetetra-acétate.

III.5 Structure de pectines

La structure des pectines est souvent idéalisée par la succession de zones dites lisses constituées d'acides homogalacturoniques et des zones dites hérissées constituées d'un squelette principal formé de rhamnogalacturonane branché par des chaînes latérales d'oses neutres.

Ces trois entités, homogalacturonane, rhamnogalacturonane et chaînes latérales d'oses neutres forment les domaines constitutifs des pectines [57].

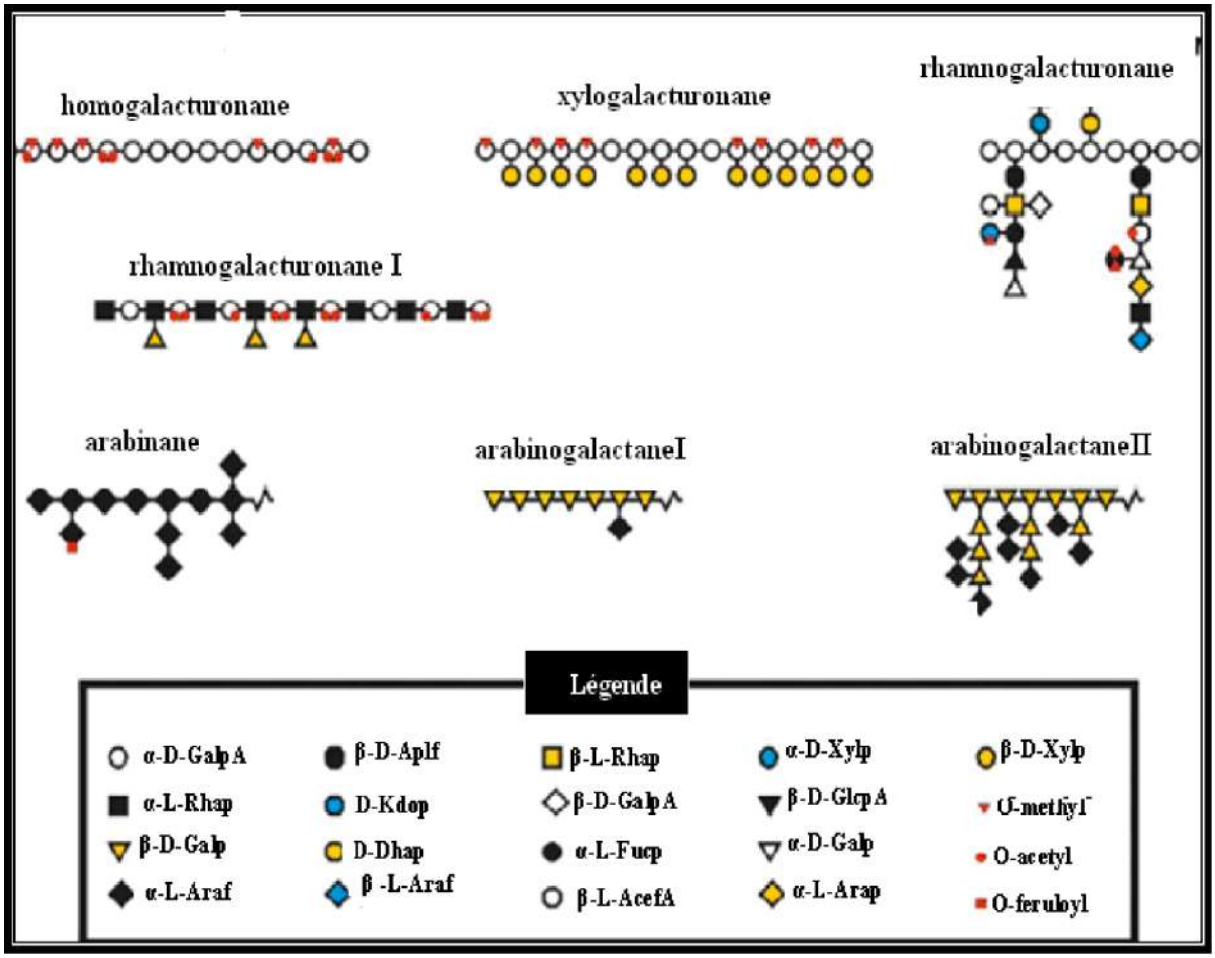


Figure III.1: Structure simplifiée de différents éléments de pectines [58, 59,60].

III.6 Propriétés des pectines

III.6.1 Solubilité et précipitation des pectines

Les pectines se comportent comme des poly-électrolytes grâce à la présence de groupements carboxyliques dans leur squelette [51,53, 61].

La solubilité des pectines dépend de divers paramètres dont entre autres :

- Le solvant, sa nature et sa force ionique.
- La nature de la pectine et sa concentration.
- Le pH de la solution.
- La température de la solution.
- Les contre- ions d'autres polymères existants dans la solution.
- Le degré de polymérisation.
- L'ionisation des groupements carboxyles et leur distribution.

Selon Lopes da Silva et Roa (2006), il faut ajouter à ceux-là : le degré d'amidation qui entraîne une forte rigidité des macromolécules. Celle-ci est la conséquence d'une individualisation, des molécules pectiques, favorisée par la dissociation des fonctions acides carboxyliques en C-6, des résidus d'acides galacturonique et leur stabilisation par répulsion Électrostatique [64].

Par conséquent, tout solvant susceptible de favoriser la dissociation se présente comme un bon agent de solubilisation des pectines.

En général les pectines sont solubles en milieux aqueux (eau, solutions tampons à faible force ionique) comme le formamide, le diméthyle-formamide, et le glycérol [63].

Dans un milieu aqueux il se produit d'abord un gonflement des chaînes, puis celles-ci s'individualisent et la solubilisation proprement dite a lieu. Ce processus se traduit par une Augmentation de la viscosité du milieu.

A noter, les propriétés poly-électrolytiques des pectines influencent énormément son Utilisation comme ingrédient dans l'aliment.

III.6.2 Stabilité des pectines

La stabilité maximale des pectines a lieu à pH 4 [66,65], Pour des pH < 3 et à basse température, les groupements acétyles et méthyles sont déstabilisés et les sucres neutres sont hydroxylés. Si la température est élevée l'hydrolyse est accélérée [64].

En milieu alcalin et à basse température les groupements estéres sont saponifiés. En milieu neutre et à température ambiante la saponification est accompagnée de la réaction de dépolymérisation, cette dégradation à lieu uniquement dans les liaisons glycosides et dans les résidus méthylés de l'acide galacturonique. A des températures > 60 C^0, cette dégradation à lieu qu'à pH légèrement acide (pH proche de 5) [63].

III.6.3 Viscosité des pectines

La viscosité des pectines est inférieure à celle de la plupart des autres gommes, il est donc rare d'utiliser les pectines pour augmenter la viscosité d'un produit, toutefois, les pectines ont des effets intéressants du fait du comportement newtonien de leur solutions à faible concentration [61].

En règle générale, la viscosité intrinsèque des pectines dépend seulement des dimensions de la chaîne du polymère. Ce paramètre peut être déterminé à partir de la viscosité de la solution diluée, qui reflète les caractéristiques moléculaires importantes de ces composés.

Les solutions diluées des pectines ont montré un comportement newtonien classique jusqu' à approximativement 0.5 % qui est due à leur propriétés polyélectrolytes, et dépend du degré d'estérification, du pH, et de la concentration ionique [61].

Ces propriétés sont particulièrement remarquables chez les pectines d'agrumes possédant des poids moléculaires élevés. Elles sont alors utilisées dans des produits comme les jus de fruits concentrés pour restituer la viscosité caractéristique des jus.

III.6.4 Propriétés Gélifiantes des pectines

Un gel est un réseau tridimensionnel de macromolécules incluant un solvant. Celui-ci, est provoqué par des changements physiques ou chimiques qui tendent à diminuer la solubilité de la pectine, favorisant la formation de cristallisations locales . La gélification consiste en l'association des chaînes de polygalacturonate, par formation des zones de jonctions.

La présence des zones « chevelues » et surtout des coudes [65] .Un gel peut être «chimique» ou «physique» selon la nature des interactions existantes entre les constituants du réseau.

La pectine a été employée comme agent gélifiant en nourriture pendant plus de cent années. Sans compter la gélification, la pectine a beaucoup d'autres utilisations dans l'industrie alimentaire: par exemple, comme agent épaississent, stabilisant, texturant,…etc.

III.7 Mécanisme de gélification

Les gels de pectines sont des gels physiques formés par associations locales entre chaînes macromoléculaires au niveau de zones de jonctions. La nature exacte de la zone de jonction dépend de la structure chimique des pectines et doit être d'une longueur minimale pour être stable compte tenu des caractéristiques du milieu [66].
Un gel de pectine peut être considéré comme un système dans lequel le polymère est dans un état entre entièrement dissous et précipité. Dans ce cas, les segments des chaînes de molécule sont joints ensemble par cristallisation limitée pour former un réseau tridimensionnel dans lequel de l'eau, du sucre et d'autres corps dissous sont tenus ensemble.

La formation d'un gel, d'un état où le polymère est entièrement dissous, est provoquée par des changements physiques ou chimiques qui tendent à diminuer la solubilité de la pectine et ceci favorise la formation de la cristallisation locale. Les substances pectiques, une fois extraites des végétaux peuvent former des gels. Cette formation de gel nécessite la constitution des réseaux macromoléculaires tridimensionnels [67].

III.8 Domaines d'application

La pectine, héteropolysaccharide anionique hydrosoluble d'origine végétale, est largement utilisée en tant qu'agent gélifiant, épaississant, et stabilisant dans l'industrie alimentaire, principalement pour les produits à base de fruits. Cependant les industries pharmaceutiques et cosmétiques sont également des secteurs où les différentes propriétés de la pectine sont utilisées.
Dans plusieurs applications les pectines de pomme sont caractérisées par les propriétés de gélification supérieures par rapport aux pectines d'agrumes [47].

III.8.1 Industrie alimentaire

Les différentes utilisations des pectines en industrie alimentaire peuvent être résumées comme suit :

- Préparation des confitures et des gelées : La pectine est rajoutée aux confitures pour compenser les variations de la teneur en pectine de fruits. La pectine est incorporée dans la confiture pour améliorer sa consistance.
- Confitures pour yaourt et produits laitiers divers.
- En confiserie dans les pâtes à fruits et confiseries gélifiées.

- Produits pour fourrage et décor (biscuiterie et pâtisserie) : la pectine a pour rôle de limiter les migrations possibles de l'humidité d'une couche à une autre.
- Produits pauvres en matière sucrée (laits gélifiés, sauces de nappage ou de décors aux fruits pour crèmes glacées…) [47].

III.8.2 L'industrie pharmaceutique

Dans le sang, les pectines ont une action immunologique par l'activité de formation des anticorps et une action détoxifiante sur les métaux lourds (Plomb). Elles ont par ailleurs, une action antidiarrhétique et antivomitive. Les pectines protègent les vaisseaux sanguins contre l'athérosclérose par la diminution d'absorption intestinale des lipides et du cholestérol.
Dans des applications pharmaceutiques, la pectine a beaucoup d'intérêt comme excipient pour des systèmes de la libération des médicaments. La libération du médicament du côlon peut être réalisée avec des formes galéniques contenant la pectine, seul ou en combinaison avec d'autres polymères. Le profil de dégagement du médicament peut être changé en fonction du degré d'estérification. La pectine a des propriétés bioadhesives, qui peuvent être exploitées pour la libération nasale. De plus, la pectine est une fibre alimentaire soluble qui diminuerait les risques de cancer du colon.

Formes galéniques : La pectine peut être formulée en solution, gel, ou un film et être employée en sirops, suspensions, pastilles, pâtes, comprimés, et capsules [47].

III.8.3 L'industrie cosmétique

Les propriétés de la pectine sont utilisées dans une variété d'applications personnelles de soin, y compris des produits de peau et de cheveux. Les gels de pectine peuvent être employés pour préparer des pâtes sans utilisation des agents tensioactifs.
Dans l'industrie cosmétique, la pectine est utilisée dans la fabrication des vernis, des huiles et des crèmes, comme elle est utilisée aussi comme un agent épaississant et stabilisant dans les gels pour les cheveux, les lotions et les shampooings [47].

III.8.4 La médecine

De par ses propriétés physicochimiques intrinsèques, la pectine peut jouer un rôle bénéfique en nutrition humaine en piégeant un certain nombre d'éléments présents de la lumière intestinale, ceux cités ci-dessous sont parmi ces effets bénéfiques :

- La régulation du taux de cholestérol hépatique ;la pectine assure une activité hypocholestérolémiante, en effet une dose de 6g/jour de pectine réduit à 13 % le taux de cholestérol [52,68, 69, 70].
- La fixation des substances toxiques tels que les radio-nucléotides et les métaux lourds [71].
- l'effet ou activité anti-cancer de divers types, notamment ceux de la prostate, du sein et du Colon [52,68, 71].
- L'amélioration de la digestibilité des protéines.
- La pectine présente une activité anti-inflammatoire.
- Elle est considérée comme une fibre alimentaire, réglant ainsi le transit intestinal, absorbant les sels biliaires et présentent une action sur la satiété [54].
- les pectines sont considérées comme des ingrédients prébiotique spécifiques, qui favorisent la croissance d'organismes bénéfiques dans le colon, tout en freinant le développement et l'activité des organismes pathogènes [68 ,71].

La pectine en tant qu'agent prébiotique, en combinaison avec un organisme probiotique permet :

- D'améliorer la santé intestinale.
- De renforcer le système immunitaire.
- D'accroître la résistance à la maladie [71].

III.9 Conclusion

La pectine constitue un groupe d'hétéropolysaccharide, extraite à partir des parois cellulaires de la plupart des plantes, qui est largement utilisée comme agent épaississant, gélifiant, stabilisant, et émulsifiant dans plusieurs produits alimentaires pharmaceutiques et cosmétiques ainsi que son rôle bénéfique en nutrition humaine.

Chapitre IV

Étude expérimentale, Résultat et discussion

Chapitre IV **Etude expérimentale, Résultat et discussion**

Partie I

IV.1 Introduction

Ces dernières années, l'utilisation des plantes médicinales a connu un essor important. Plusieurs facteurs peuvent expliquer cet engouement par exemple : le développement technologique et l'industrie chimique, la diminution du pouvoir d'achat, le coût élevé des médicaments conventionnels, la méfiance vis-à-vis des produits de synthèse, l'envie de consommer Bio « naturel ». Ces différents facteurs justifient l'utilisation de la médecine traditionnelle et/ou alternative pour les populations dans les pays développés.

Dans le but de mettre au point de nouvelles molécules naturelles et de pouvoir satisfaire aux besoins de santé des populations, nous nous sommes intéressés à présenter notre travail, nous exposerons les résultats et discussions se rapportant à l'étude d'extraction du plante médicinale, à leur caractérisation physicochimique, à la formulation d'une crème cicatrisante à base du bleuet, aux Propriétés anti-inflammatoire.

IV.2 Produits et matériels utilises

IV.2.1 Produits utilises

- Matière végétal (les racines de bleuet).
- Eau distillée.
- d'acide chlorhydrique Hcl de 0.1M.
- Ethanol.
- Chlorure de sodium Nacl.
- Hydroxyde de potassium KOH 0,1 M.
- Phénolphtaléine.

IV.2.2 Matériels utilises

- Ballon monocol (1000ml).
- Chauffe ballon.
- Balance analytique.
- Thermomètre**.**

- Cronos.
- Bain marie.
- Centrifugeuse.
- Agitateur.
- PH-mètre.
- étuve.
- Spectroscopie infrarouge.
- Les bécher.
- Erlenmeyer.
- Eprouvette gradue.
- verre de montre.
- Burette.
- Compresse.
- papier filtre.
- Baron magnétique.

IV.3 Préparation et conservation de la matière végétale

En va prendre la plante et mettez a l'air libre pour assurer de la bonne conservation de notre plant. Ensuite, conservée dans des boites propres.

Jusqu'au moment de l'utilisation, la matière végétale est débarrasse tous les feuilles et les tiges, garde seulement les racines, ensuit nettoyer et éplucher bien les racines.



Figure IV.1 : les racines de bleuet avant et après le nettoyage.

IV.4 Méthode d'extraction

Cette partie vise dans sa globalité à extraire le gel des racines de bleuet en utilisant le chauffage classique avec la variation des trois paramètres :

- Influence de volume de l'eau distillée.
- influence de masse de la matière végétale.



Figure IV.2 : montage d'extraction par la méthode classique.



Figure IV.3 :l'échantillon de l'extraction.

IV.5 solubilité

Une masse d'échantillon est extraite de 2g plus 20ml de solvant, puis agite pendant 30min et a chaque fois change le solvant (acétone, éthanol, propanol, eau distillée).

IV.6 Rendements

Le rendement d'une extraction est calculé comme étant le rapport entre la masse de Fractions extrait et la masse de la matière première végétale traitée, il est exprimé en Pourcentage et représenté par la formule suivante [20]:

$$\eta = \frac{M_f}{M_i} \times 100 \qquad \text{(IV.1)}$$

η : Rendement de l'extraction en(%).

M_f : Masse de la matière végétale extraite en (g).

M_i : Masse de la matière végétale utilisée au début de l'extraction en (g).

IV.7 prétraitement

IV.7.1 blanchiment

Chauffage de la matière végétale 40g dans l'eau distillée a une température de 90 c^0 pendant 10 min, avec un rapport résidu/eau de 1/25.

Cette opération a pour but l'inhibition des enzymes pectinolytiques qui peuvent dégrader le matériau végétal ainsi que pour la dénaturation des protéines.



Figure IV.4: montage de blanchiment.

IV.7.2 lavage

Plusieurs lavages à l'eau distillée ont été Effectues Just.



Figure IV.5 : lavage.

IV.7.3 Filtration et pressage

L'élimination du maximum d'eau.

IV.7.4 Séchage

Le matériau est séché dans l'étuve à $50c^0$-$60c^0$ pour 3h a5h.



Figure IV .6 : matériau séché.

IV.7.6 l'extraction

Un échantillon de matériau séché (37 g) est extraite avec l eau distillée (925ml) avec un rapport MS/Eau:1/25,le pH est ajuste a 1-1.2 avec l ajout de l acide chlorhydrique 0.1M a 37 c^0,puis chauffée dans un ballon monocole pendant 4h et20min a$90c^0$ ensuit une filtration avec la compresse et le papier filtre .le jus obtenu est clarifie par centrifugation (3000 trs/min pendant 15 min) .la pectine est précipitée et filtre a travers un papier filtre .enfin séché dans l'étuve a $50c^0$.



Figure IV.7 : montage d'extraction de pectine

IV.8 Teneur en eau

Le taux d'humidité des espèces végétales étudiés est déterminé selon la pharmacopée

Européenne à partir d'une masse de matière végétale introduite dans une étuve pour séchée jusqu'au poids constant, après refroidissement.

La différence entre les deux masses pesées masse initiale et la masse séchée représente la quantité d'eau contenue dans la matière végétale.

Il est calculé selon la formule suivante:

$$H = \frac{M_0 - M}{M_0} \times 100 \qquad \text{(IV.2)}$$

Avec :

H : Taux d'humidité en %.

M_0 : Poids de l'échantillon à l'état frais en g.

M : Poids de l'échantillon après séchage en g.

IV.9 Spectroscopie infrarouge a transformée de fourier(IRTF)

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier est un moyen de diagnostic basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau Analysé.

Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques de la nature des liaisons chimiques présentes dans une molécule, D'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau et obtenir de nombreuses informations microscopiques sur leur conformation et leurs éventuelles interactions.

IV .9.1 Principe de la spectroscopie infrarouge

Lorsque la longueur d'onde (l'énergie) apportée par le faisceau lumineux est voisine de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière va absorber le rayonnement et on enregistrera une diminution de l'intensité réfléchie ou transmise. Le domaine infrarouge entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} (2.5 – 25 μm) correspond au domaine d'énergie de vibration des molécules.

Toutes les vibrations ne donnent pas lieu à une absorption, cela va dépendre aussi de la géométrie de la molécule et en particulier de sa symétrie. Pour une géométrie donnée on peut déterminer les modes de vibration actifs en infrarouge grâce à la Théorie des Groupes. La d'électronégativité des atomes et de leur masse.

Par conséquent à un matériau de composition chimique et de structure donnée va correspondre un ensemble de bandes d'absorption caractéristiques permettant d'identifier le matériau.

L'analyse s'effectue à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier qui envoie sur l'échantillon un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'onde auxquelles le matériau absorbe et les intensités de l'absorption.les spectromètre infrarouges représentent ,en fonction de la longueur d'onde, le rapport en chaque point des intensités transmises avec ou sans échantillon .ce rapport ,appelé transmitance T, peut être remplace par son pourcentage (%T)ou par l'absorbance $A=\log(1/T)$.enfin, dans le domaine infrarouge moyen, il est fréquent d'exprimer les longueurs d'onde sous forme de nombre d'onde(en cm^{-1}).

IV.10 Caractérisation chimique

IV.10.1 Indice d'acide

L'indice d'Acide IA est le nombre qui exprime en milligrammes la quantité d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des Acides libres présents dans 1g de substance [2] .

IV.10.1.1Mode opératoire

On dissolve une masse de 4g dans une erlenmeyer avec quelque ml d'eau distillée plus deux ou trois goutte de Phénolphtaléine sans couleur puis neutralise la solution avec Hydroxyde de potassium 0,1 M

Vous notez le volume d'hydroxyde de potassium.

Je vous refaite la même manipulation avec une autre masse. La neutralisation est terminée lorsque la couleur rose.

L'indice d'acide est calcule par la relation suivante :

$$IA = \frac{(C \times V) M_{KOH}}{m} \qquad \text{(IV.3)}$$

V: Volume d'hydroxyde de potassium nécessaire a cette neutralisation.

M_{KOH} : La masse moléculaire d'hydroxyde de potassium égale 56,11 $\frac{g}{mol}$.

C : La concentration de la solution d'hydroxyle de potassium 0.1 M .

m : La masse en gramme de la prise d'essai.

IV.10.2 Indice d'ester

L'indice d'ester IE est le nombre qui exprime en milligrammes la quantité d'hydroxyde de potassium nécessaire à la saponification des esters présents dans 1g de Substance.

Il est calculé à partir de l'indice de saponification IS et l'indice d'acide IA [3].

$$IE = IS \qquad \text{(IV.4)}$$

IV.10.2.1 Mode opératoire

On dissolve une masse de 3g avec quelque ml d'eau distillée on la mettre dans un erlenmeyer puis on ajoute 30ml d'hydroxyde de potassium 0.1M est porte a reflux dans bain marie durant 25min plus trois goutte de Phénolphtaléine puis neutraliser avec l'acide chlorhydrique 0.1M puis note le volume nécessaire.

IV.10.2.2 Neutralisation à blanc

On prend 30ml d'hydroxyde de potassium 0.1M en la mettre dans un erlenmeyer plus trois goutte de Phénolphtaléine puis on le neutralise par l'acide chlorhydrique 0.1M puis on note le volume nécessaire.

L'indice d'ester est calcule par la relation suivante :

$$IE = \frac{[(C \times V_b) - (C \times V_R)]M_{KOH}}{m} \qquad \text{(IV.5)}$$

V_R : Volume d'acide chlorhydrique nécessaire à neutralisation.

V_b : Volume d'acide chlorhydrique nécessaire à la neutralisation a blanc.

M_{KOH} : La masse moléculaire d'hydroxyde de potassium égale 56,11 $\frac{g}{mol}$.

C : La concentration de la solution d'hydroxyle de potassium 0.1 M .

m : La masse en gramme de la prise d'essai.

IV.11 Autres indices caractéristiques

Poids équivalent, teneur en methoxyle, taux d'acétyles résiduels et taux d'hydrolyse.

IV.11.1 Poids équivalent

0.5g de pectine plus humidifie par l'éthanol 5ml puis 1g de chlorure de sodium et 100ml d'eau distillée libre co_2 sont ajoutes et le mélange est agite jusqu'à la dissolution complète de la pectine, puis six goutte de Phénolphtaléine sont ajoutes et le mélange est titre avec d'hydroxyde de potassium 0.1M jusqu'à ce couleur de l'indicateur rose, la solution est gardée pour la détermination du contenu en methoxyle.

$$PE = \frac{poidsdéchanttillon\,(g) \times 100}{volumeNaoH(ml) \times normaliteNaoH} \qquad \text{(IV.6)}$$

IV.11.2 Teneur en methoxyle

On ajoute a la solution auparavant 25 ml l'hydroxyde de potassium 0.1M, avec une agitation continue. Apres un séjour de 30min a la température ambiante, 25 ml d'acide chlorhydrique 0.1M est additionnée et la solution obtenu est titrée par l'hydroxyde de potassium 0.1M Jusqu'au virage de l'indicateur vers la couleur rose.

La formule donnant la teneur en methoxyle (Meo), exprimé pourcentage est donnée par la relation suivante :

$$Meo = \frac{volumeNaoH(ml) \times normaliteNaoH}{poidsdéchantillon \times 1000} \times 31 \times 100 \qquad \text{(IV.7)}$$

IV.10.3 Taux d'acétyles résiduels (% en poids)

$$AC = IE \times 0.0767 \qquad \text{(IV.8)}$$

IV.10.4 Taux d'hydrolyse (% en moles)

$$HY = \frac{100 - 0.1535IE}{100 - 0.749} \times 100 \qquad \text{(IV.9)}$$

Partie II

IV.10 Résultats D'extraction de la matière végétale

Tableau IV.1: Résultats D'extraction de la matière végétale (**Influence** de volume).

Influence de volume(60 g)			
V(ml)	m_f (ml)	m/v	η (%)
800	8.13	60/800=0.075	13.55
700	7.11	60/700=0.086	11.85
500	13.2	60/500=0.12	22

L'évolution de rendement de procédé d'extraction en fonction du rapport ((m/V) une masse des racines de notre plante (Bleuet) (la même quantité m est égale 60g) pour différents volumes d'eau distillée (8ooml, 700ml et 500ml) est présenté sur la figure IV. 8 d'après les résultats obtenu le rendement est maximum pour un volume est égale à 500ml par contre le minimum est obtenu pour un volume est 700ml et un rendement est égale à 13.55 pour un

volume de solvant est égale à 800 ml ce la explique que une étude d'optimisation de procédés d'extraction est nécessaire.

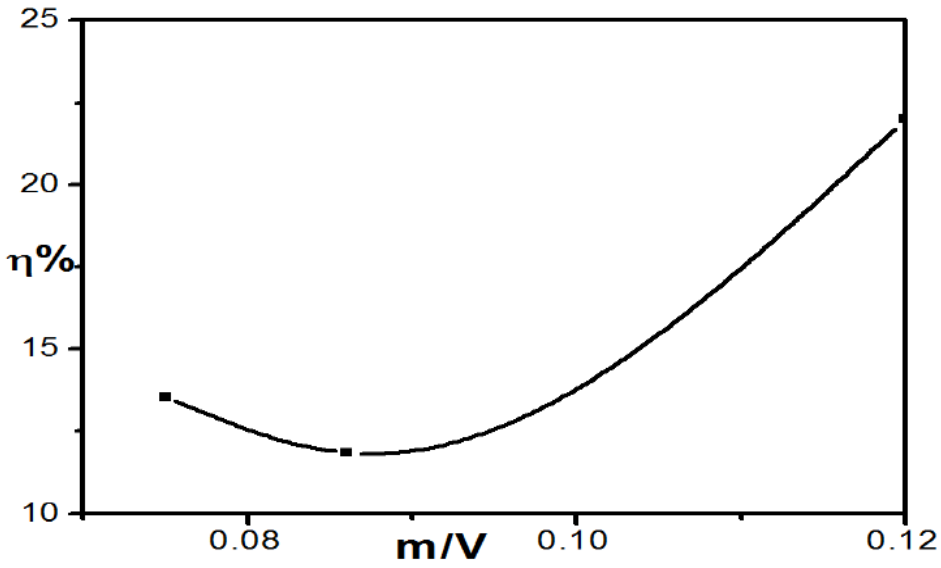


Figure IV.8:présentation graphique des résultats d'extraction (Influence de volume) .

Tableau IV.2: Résultats D'extraction de la matière végétale **(** Influence de masse).

Influence de masse (900 ml)			
m_i(g)	m/v	m_f(g)	η(%)
80	80/900=0.09	8.05	10.06
60	60/900=0.07	27.19	45.31
40	40/900=0.04	5.29	13.22

La figure IV.9 montre la variation de rendement de procédé d'extraction de notre Bleuet pour différent masse des racines bien épluché et très bien lavée (40g, 60g et 80g) dans un volume d'eau distillé est 900ml comme solvant, d'après ces résultats l'optimum de rendement (45.31%) est obtenu pour une masse est égale à 60g par contre le minimum (10.06%) est obtenu pour une masse est égale à 80g et un rendement est égale à 13.22% est obtenu pour une masse m= 40 g ce la peut être due que au quantité du principe actif qui se trouve dans les racines de notre Bleuet qui est une propriété intrinsèque pour chaque racine.

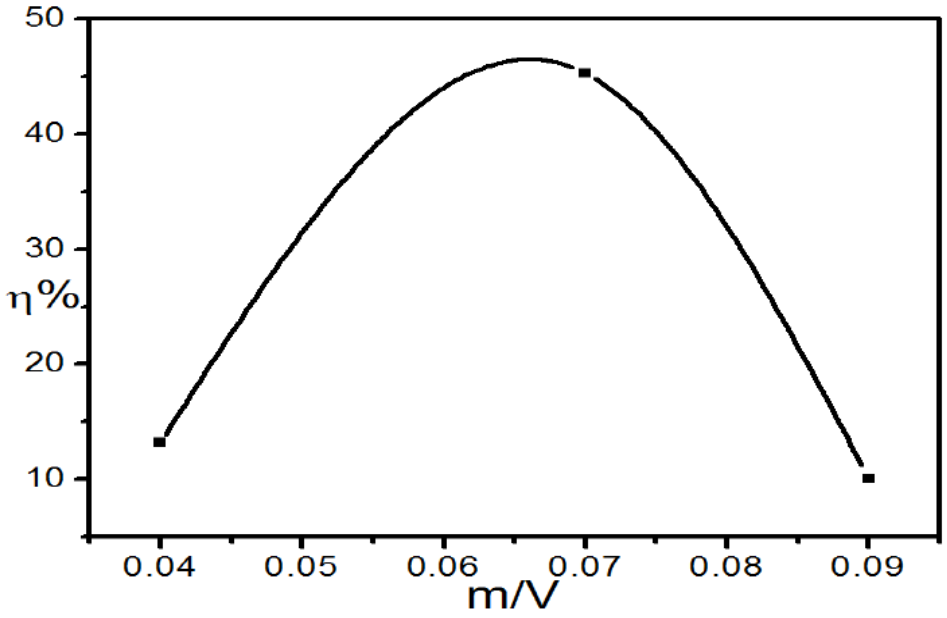


Figure IV.9:présentation graphique des résultats d'extraction **(** Influence de masse).

IV.11Résultat et discussion de solubilité

On a trouve que l'échantillon il est soluble avec l'eau distillée par rapport les autre solvant utilise.



Figure IV.10:la solubilité d échantillon avec les quatre solvants.

IV.12 Résultat et discussion de prétraitement

Nous n'avons pas pris cette méthode en considération.

IV.13 Taux d'humidité

La figure Représente le taux d'humidité de la plante étudiée : les racines de bleuet.

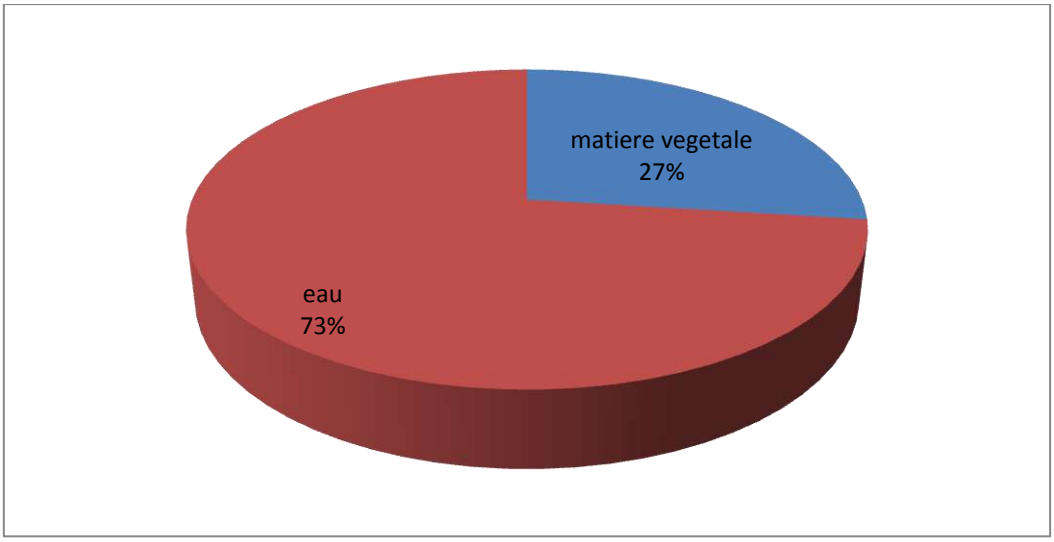


Figure IV.11: taux d'humidité des racines de bleuet.

Le taux d'humidité égale 73 % cela signifie que les racines de bleuet est riche en eau et plus de la moitie des racines est constituée d'eau.

IV.14 Résultats d'analyse de Spectroscopie infrarouge

L'échantillon a analyser sous forme de liquide.

Tableau IV.3:caractéristique spectrales.

Nombre d'onde (cm^{-1})	liaison	Groupement	Nombre d'onde (cm^{-1})
$3050-_{3500}$	νN-H	$R-CO-NH_2$	3464.27
2900-3550	νO-H	R-CO-OH	
3300-3500	νN-H	$R-NH_2$	
3200-3400	νN-H	$R-NH_2$	3371.58
3100-3500	νN-H	RR'-NH	
3050-340	νN-H	R-CO-NH-R'	
3250-3350	νO-H lie	Alcools	
1450-1470	C-H	CH_2	1458.23

1400-1420	C-N	R-CO-NH_2	1419.66
1395-1440	C-O	R-CO-OH	
1350-1450	δO-H	R-CO-OH	
1080-1260	νC-O-C	R-CO-OR'	1126.47
1000-1080	νC-O	R-CH_2-OH	1041.60
600-720	O-H	Ar-OH	609.53
600-700	C-OH	Alcools	
590-700	O-C=O	R-CO-OH	
580-680	δ(-C≡CH)	R-C≡CH	
570-630	N-C≡O	Amides	
535-615	C=O	Amides	

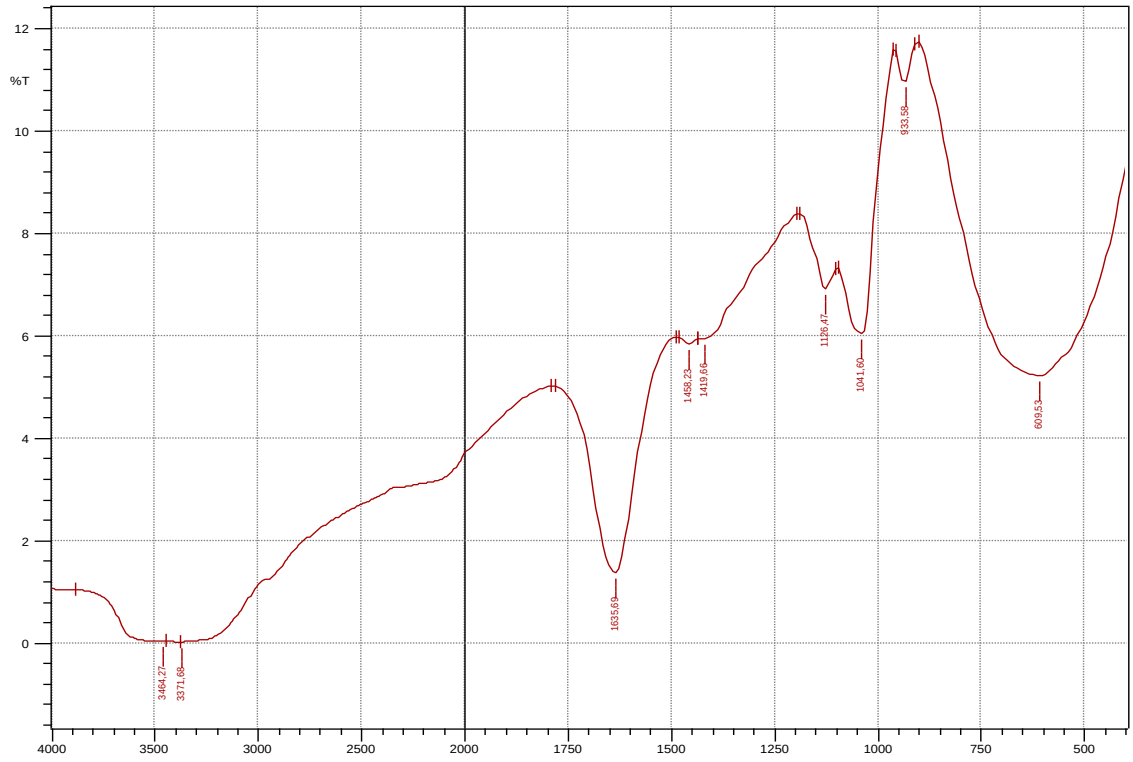


Figure IV.12: Transmittance.

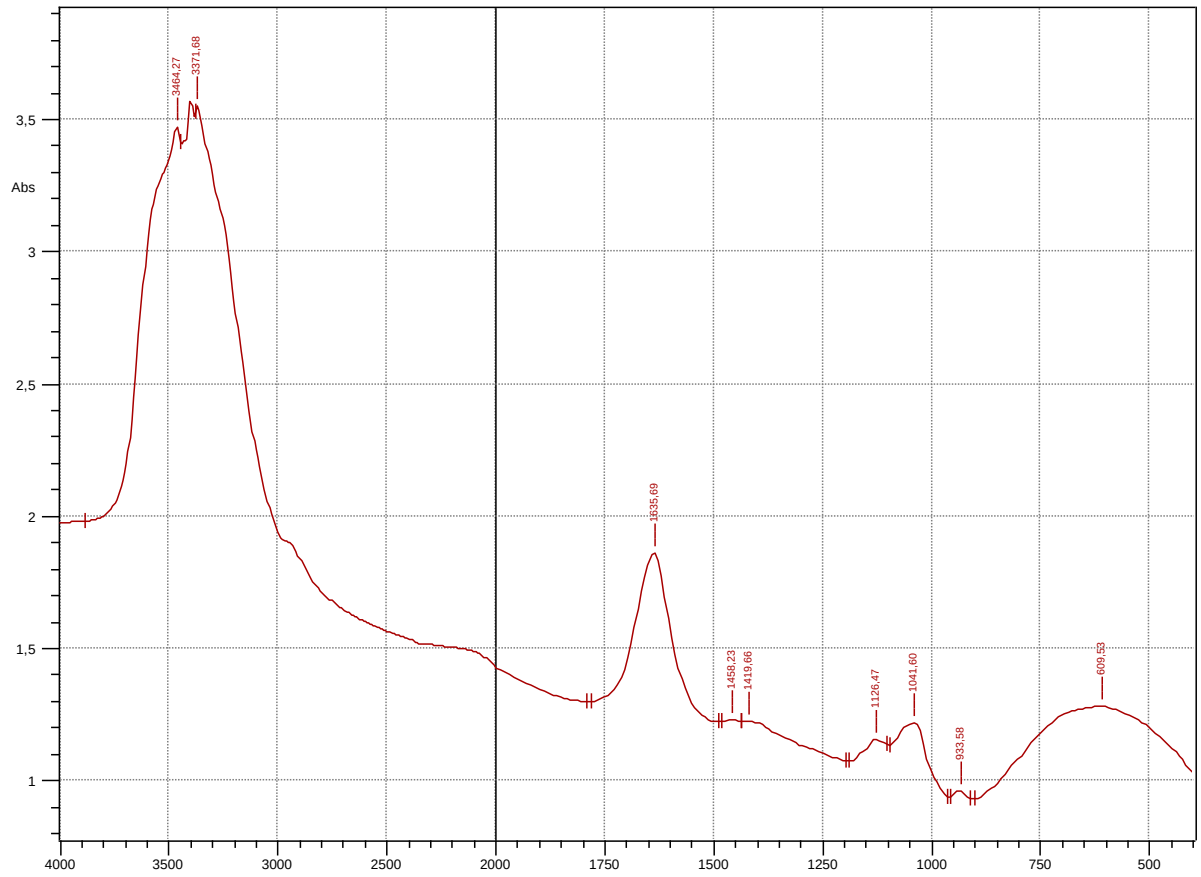


Figure IV.13:absorbance.

IV.15 Calcule des indices

IV.15.1 Indice d'acide IA

Tableau IV.4:résultat de l'indice d'acide IA.

Exp 1		Exp 2	
m_1=2g	v=0.0068 l	m_2=4g	v=0.0104 l
IA= 0.019		IA=0.014	
m_{moy}=3 g		v_{moy}=0.0086 l	
IA_{moy}=0.016			

IV.15.2 Indice d'ester et l'indice de saponification IS

Tableau IV.5:l'indice d'ester et l'indice.

	m=3g	V_R=0.0196 l	V_b=0.02 l
IE	0.00074		

IE =IS donc IS=0.00074.

IV.15.3 Autres indices caractéristiques

Tableau IV.6: Poids équivalent PE, Teneur en methoxyle Meo% , Taux d'acétyles résiduels, Taux d'hydrolyse.

Poids équivalent PE		Teneur en methoxyle Meo		Taux d'acétyles résiduels	Taux d'hydrolyse
m=0.5g	v=0.6 ml	m=0.5 g	v=12 ml	0.0000567	99.99%
833.3		7.44%			

- Le poids équivalent d'un produit (des pectines) est inversement proportionnel à l'acidité de ces dernières. Plus le P.E est faible, plus la pectine est acide, c'est-à-dire le contenu de cette dernière en groupements COOH est élevé.

  D'après nos résultats obtenus le poids équivalent de notre produit est de 833.3 g/mole (P.E est élevé) par contre l'indice d'acide est égale à 0.016 donc notre produit est pauvre en groupement acide

- La détermination de la teneur en méthoxyle est nécessaire pour pouvoir standardiser notre produit en HM ou LM, car le mode de gélification diffère d'un produit à un autre. Donc, les taux de méthoxyles de notre produit est 7.44% donc supérieure à 7% classent parmi les produit (pectine) hautement méthylées.

Conclusion générale

Les extraits des plantes médicinales représentent aujourd'hui une importante part de marché dans l'univers des cosmétiques et de la santé .ainsi que dans le domaine gastronomique, de nombreux laboratoires se sont mis à l'élaboration de ces produits aux qualités non discutées. Ainsi de nombreuses techniques différentes ont été mises au point.

L'objectif assigné à cette étude est l'extraction de notre plante médicinale (le bleuet) par Chauffage classique et L'influence de certains paramètres liés au procédé d'extraction (Temps d'extraction, la quantité de la matière végétale sèche, et l'utilisation de solvant d'extraction) sur le rendement en extrait brut.

Le produit obtenu a été soumis à des analyses physicochimiques (analyse par FTIR, teneur en méthoxyles…).

Les différents tests réalisés nous ont permis d'obtenir :

- Le teste de solubilisation montré que l'eau distillée est le meilleur solvant de notre matière végétale (les racines de bleuet).
- Le taux d'humidité des racines de bleuet (déterminé selon la pharmacopée européenne) est égal à 73 % cela signifie que les racines de bleuet sont riche en eau.
- Le poids équivalent de notre produit est de 833.3 g/mole (P.E est élevé) par contre l'indice d'acide est égale à 0.016 donc notre produit est pauvre en groupement acide.
- L'analyse par FTIR montré que les groupements de notre produit sont des groupements méthyle.
- La teneur en méthoxyles de notre produit est 7.44% donc supérieure à 7% donc notre produit est classé parmi les produit (pectine) hautement méthylées (HM).

Cependant, il faut signaler que ce travail est loin d'être achevé et, il serait intéressant de poursuivre cette recherche en développant les axes suivants :

- Procéder à d'autres techniques d'extraction.
- Choix de d'autres solvant ou d'un mélange de solvants.
- Caractériser et identifier notre produit en utilisant des méthodes chromatographiques (CPG, CPG/MS).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] N. Zeghad, ″Etude du contenu polyphénolique de deux plantes médicinales d'intérêt économique (Thymus vulgaris, Rosmarinus officinalis) et évaluation de leur activité antibactérienne", Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de magister, Université de Constantine ,2008 /2009.

[2] H. Boudina, ″ extraction et caractérisation de l'huile essentielle de résine de pinus sylvestris ″, Mémoire en vue de l'Obtention du diplôme de Master, université de Médéa, 2012/2013.

[3] A.Ibrir, S.Babchikh, ″formulation et contrôle de qualité d'une crème cicatrisante a a base du gel d'aloevera et de la bave d'escargot″, mémoire en vue de l'obtention du diplôme de master, université de Médéa 2014/2015.

[4] M. Benghenou, 2012. ″ La phytothérapie entre la confiance et méfiance″. Mémoire professionnel infirmier de la santé publique, institut de formation paramédical CHETTIA (Alger): 56.

[5] Livre de marché de plante aromatique et médicinale :analyse des tendances du marche mondiale et des stratégies économiques en Albanie et en Algérie.

[6] H. Belbeche, ″ investigation phytochimique de l'extrait chloroforme de centaurea parviflora DESF ″, Mémoire en vue de l'Obtention du diplôme de magister, 2009.

[7] le petit herboriste illustré, 2018, p.40.

[8] les propriétes medicinales du bleuet, htp://www.doctissimo.fr/html/sante phytotherapie /plante medicinale /bleuet.htm

[9] www.doctissimo.fr › Santé › Plantes médicinales.

[10] http://infometiers.org/ISM/Publications/Ouvrages/Les-nouvelles-technologies-dans l'alimentaire, date de dernière consultation est le 03/04/2011

[11] R. Poirote, "Méthodologie pour le passage en continu d'extraction de soluté à partir de matière végétale ″, thèse doctorat, Laboratoire de génie chimique de Toulouse et plantes &Industrie, pierre Fabre, de Gaillac, 2007.

[12] M. Lawrence Brian, ″Essential oils: from agriculture to chemistry", the international Journal of Aromatherapy., Vol.10 (2000), pp 82-98.

[13] A.E Rose, ″Technique of organic chemistry″, Vol. IV Distillation, 2nd Edition by John Wiley and sons, New York, 1965.

[14] D. Cristea, Thèse de doctorat nº 2035, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2003.

[15] C. Tourbe, ″Le secret du bleu Maya″, Science et avenir : 90. 1996.

[16] L.A. Johnson, E.W. Lusas, "Comparison of alternative solvents for oils extraction″, JAOCS, 60(2):229-242, 1983.

[17] M.F, Y. Gnanou, ″Chimie et physico-chimie des polymères″, chapitre 1: Introduction, DUNOD, Paris, 2002, pp 1-12.

[18] E. Chiellini, A. Chitosane, " versatile semi-synthetic polymer in biomedical Applications″, Progress in Polymer Science 36 (2011) 981–1014.

[19] J. Lesbos, P. Fremeaux, ″ extraction solide-liquide - aspects théoriques″, Techniques de l'ingénieur (traité génie des procédé), j 2780.

[20] I. Tarasraset, Z. Rabia, ″Optimisation de procédé d'extraction d'un polysaccharide″, Mémoire de fin d'études pour l'obtention du diplôme de Master en Génie des Procédés et Environnement, 2012/2013

[21] B .Ben Amor,"Maîtrise de l'aptitude technologique de la matière végétale dans les opérations d'extraction de principes Actifs; Texturisation par détente instantanée contrôlée DIC".

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

[23] J. Maguilera,″Solid-liquid extraction. Food Sciences and Technology", 128, 2003, pp 35 -55.

[24] E. Chiellini, A. Chitosan, ″ versatile semi-synthetic polymer in biomedical Applications", Progress in Polymer Science 36 (2011) 981–1014.

[25] M.D. Luque, L.E. Garcia –Ayuso, ″soxhlet extraction of solid materials: an out dated technique with a promising innovative future″, AnalyticachimicaActa 369(1998)1-10.

[26] Page web, ″http://fr.wikipedia.org/wiki/Enfleurage".Date de dernière consultation le 15/04/2013.

[27] France-Ida Jean *info-essences bulletin sur les huiles essentielles Sondage: Les huiles essentielles au Québec, 1996.

[28] D. Cabrol-Bass," Analyse des aromes", Technique de l'ingénieur ,2000.

[29] M. Lucchesi, "Extraction sans solvant assistée par micro-ondes conception et application à l'extraction des huiles essentielles", Thèse de Doctorat, université de la Reunion, 2005.

[30] Page web: http://www.physagreg.fr.Date de dernière consultation le 4/04/2013.

[31] O. Dehbaoui, B .Benhaoua, ″Extraction des huiles essentielles de l'inule visqueuse et valorisation des extrait″, mémoire en vue de l'obtention du diplôme de master, Université de Médéa, 2007/2008.

[32] A. Rahman, "Studies in natural product chemistry", Ed Elsevier, Paris, 2000.

[33] L**.** Rivera , "Etude de l'extraction de métabolites secondaires de différentes matières végétales en réacteur chauffée par induction thermomagnétique directe", Thèse de doctorat, université de Toulouse, 2006.

[34] MC. Martini, M. Seiller, 1999, Actifs et additifs en cosmétologie, ″Procédés d'extraction des huiles essentielles″, Editions Tec & Doc, Editions médicales internationales. p 563.

[35] H. Richard, J.I Multon, "Les aromes alimentaires", édition Ter et Tor.

[36] Page web "http://fr.wikipedia.org/wiki/Extracteur_de_Soxhlet ".Date de dernière consultation le 15/4/2013.

[37] http://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/procedes-chimie-bio agro%20th2/agroalimentaire-ti700/extraction-assistee-par-micro-ondes-f3060,date de dernière consultation le 04/04/2011.

[38] C**.** Besombes, "Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydro-thermomécanique d'herbes aromatiques″, Applications généralisées. Thèse de doctorat. Université de la Rochelles.2008.

[39] D. Luthria, "Oil extraction and Analysis: critical issues and comparative studies, "2004.

[40] M. Abertvian, "Microwave hydrodiffusion and gravity new technique for extraction of essential oils", Journal of ChromatographyA,1190,14-17,2008.

[41] M. E.Lucchesi, F.Chemat , " Solvent-free microwave extraction of essential oil from aromatic herbs: comparison with conventional hydro-distillation", Journal of Chromatography A, 1043, 323–327, 2004.

[42] M. Golmakani, K. Rezaei ," Comparison of microwave-assisted hydrodistillation with the traditional hydrodistillation method in the extraction of essential oils from Thymus vulgaris L", Food Chemistry,109,925-930,2008.

[43] J.P. Herzing,"Chauffage par induction, Réalisations et nouveaux développements", Informations Chimie nº 368, 1995.

[44] P. Fache , J. Nuns ,F. Tuaz , "Le chauffage des liquides fortement conducteurs de l'électricité : l'induction directe, une solution qui ignore l'encrassement et la corrosion", Congrès, UNIPEDE, Barcelona 1995.

[45] S. Megateli., "Extraction des huiles essentielles par le procédé de chauffage par induction magnétique (Cas du : Ruta chalepensis Let Cuminum cyminum L) ", Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de Magister, Université de Médéa.2010.

[46] M. marabi, N. fekhar, "Extraction de métabolites secondaires {Flavonoïdes} de Rosmarinus officinalis L par le procédé de chauffage par induction magnétique", mémoire de En vue de l'obtention du diplôme de Master, 2011.

[47] Y. Zouambia, " extraction, caractération et modification des propriétés émulsifiantes d'un biomolymére naturele", mémoire en vue de l'l'obtention du diplôme de magister, université de médea , 2006.

[48] J-F. Thibault, "Les polymères végétaux : polymères pariétaux et alimentaires non azoté", ed. Gauthier-Villars, Bordas, paris, (1980), 232-251.

[49] C. Steen Hojgaard, "Pectins in Food Hydrocolloids Vol.III", Martin Glicksman, Chapt 12, 205-229.

[50] H. U Endreb, C. Rentschler, "Chances and limits for the use of pectin as emulsifier – part I", the European Food and Drink Review. (1998).

[51] M.-C .Ralet, E. Bonnin, J.-F. Thibault, J.-F (2001), " Chromatographic study of highly methoxylated lime pectins deesterified by different pectin methyl-esterases", Journal of Chromatography B, **753**, 157–166.

[52] W.G.T Willats, J.P Knox, J.D Mikkelsen (2006), " Pectin: new in sights into and old polymer are starting to gel", Trends in Food Science and Technology, **17**: 97-104.

[53] J.-F Thibault, C.MG.C. Renard, E M.A.V. Axelos , E. Bonnin (2000), " Les pectines", INRA, Centre de Recherché Agro-alimentaire, B.P., 71627,44316 Nante Cedex 03.

[54] Herbstrieth , Fox (1998) (a), " Chances and limits for the use of pectin as emulsifier". Corporate Group. Turnstraße 37. 75305 Neuenbürg/Württ. Germany, 1-14.

[55] J. A. Lopes Da Silva , M.A. Rao (2006), ″Pectins: structure, functionality, and uses. Infood polysaccharides and their applications″, Second Edition, Taylor & Francis Group, LLC,pp 353-411

[56] B.M. Yapo, B. Wathelet , M. Paquot (2007), ″ Comparison of alcohol precipitation and membrane filtration effects on sugar beet pulp pectin chemical features and surface properties″, Food Hydrocolloids, **21**: 245-255.

[57] B.M. Yapo**,** C. Robert, I. Etienne, B. Wathelet & M. Paquot (2006), ″Effect of extraction conditions on the yield, purity and surface properties of sugar beet pulp pectin extracts″ ,Food Chem., in press.

[58] W.G.T. Willats , L. McCarteny, W. Mackie & J.P. Knox (2001), ″Pectin: cell biology and prospects for functional analysis″,Plant Molecular Biology, 47(1-2):9-27.

[59] J.P. Vincken , H.A. Schols , R.J.F.J. Oomen , M. Mc Cann , P.Uluskov , A.G.J. Voragen , R.G.F. Visser (2003). ″ If homogalaturonan were a side chain of rhamnogalacturonan I.implications for cell wall architecture″,Plant Physiol., 132 (4): 1781-1789.

[60] M. Morra,C. Cassinelli , G. Cascardo (2004). ″Effects on interfacial properties and cell adhesion of surface modification by pectic hairy regions″ ,Biomacromolecules; 5(6):2094-2104.

[61] J. A. Lopes Da Silva, M.A. Rao (2006), Pectins: ″structure, functionality, and uses. In food polysaccharides and their applications″, Second Edition, Taylor & Francis Group, LLC,pp 353-411.

[62] M.L. Fishman, H.K. Chau, P.D. Hoagland &A.T. Hotchkiss (2006**),** ″Microwave-assisted extraction of lime pectin″,Food Hydrocolloids, in press.

[63] J .Visser ,A.G.J. Voragen (1996), ″Pectins and pectinas″ ,In Progress in Biotechnology .Vol. 14.Elsevier Science B.V. Amsterdam –Lausanne –New York –Oxsord Shamno-Tokyo.,pp 715.

[64] P. Sriamonrnsak (2003), ″ Chemistry of pectin and its pharmaceutical uses″: a review. pp206-228.

[65] Gérard Tilly**,** Date de publication : 10 déc. 2010| Réf : F5000 v1 .

[66] A.Voragen, J-F. Thibault, W. Pilnik, M.A.V Axelos, , C.M.G.C Renard, ″Pectins: in Food polysaccharides and their applications″, Ed: Stephen, A.M., New York, Marcel Dekker (1995), 287-339.

[67] http://www.cpkelco.com/pectin/gelling_mechanism.html

[68] B.R. Sharma, L. Naresh , N.C. Dhuldhoya , S.U. Merchant , U.C. Merchant (2006), "Anoverview on pectins",Times Food Processing Journal, India, pp 44-51.

[69] P. Sriamonrnsak (2003). " Chemistry of pectin and its pharmaceutical uses",a review. Pp 206-228

[70] J.R. Jourdain, I.Dublineau , G. Phan (2005), " Evolution de l'emploi de la pectine chez les enfants vivant sur les territoires contaminés par le césium",Rapport IRSN/DR pH, pp1- 24.

[71] K. Manderson , M .Pinar, K.M.Tuohy K.M., W.E.Grace, A.T. Hotchkiss , W.Widmer , M.P.Yadhav , G.R Gibson , R.A. Rastall (2005) , " In vitro determination of perbiotic properties of oligosaccharides derived from an orange juice manufacturing by product stream", J.Appl Environ Microbiol, 71(12): 8383-8389.