REPUBLIQUE ALGERIENE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINIST7RE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR DE LA RE-CHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE YAHIA FARES DE MEDEA

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DES SCIENCES DE LA MATIERE

Mémoire

Présenté pour obtenir le diplôme de Master

En : Chimie

Spécialité : Chimie pharmaceutique

Par :

OUALI Sanaa

LAMIRI Nacira

Thème :

L'étude cinétique d'extraction des composés phénoliques à partir de Bibacier.

Soutenu publiquement/ le : 14 /06 /2023, devant le jury composé de :

Mme YAHOUM Madiha Malha	Grade : MCA	Etablissement	Président
Mme BOUAZZA Fatma	Garde : MAA	Etablissement	Examinatrice
Mme GHARDAOUI Dahbia	Grade : MCB	Etablissement	Encadreur

Année universitaire : 2022/2023



Remerciment :

Nous remercions en premier lieu Dieu le tout puissant de nous

avoir dotés de courage, de force et de capacité nécessaire pour réaliser ce mémoire.

Notre immense reconnaissance, gratitude et remerciements vont à notre cher promoteur Mme.GHARDAOUI Dahbia, et Mme. BOUAZZA Fatma Professeurs à l'Université YAHIA Fares de MEDEA pour son dévouement, son professionnalisme et pour tout le temps qu'il nous a consacré afin qu'on puisse mener à bien notre tâche.

Nos remerciements vont également à Dr.YAHOUM M, pour l'honneur qu'elle nous a fait en acceptant de présider le jury de ce mémoire.

Nos profondes reconnaissances s'adressent à tous les enseignants du département de Science de la matière qui ont contribué à notre formation

tout le long notre cursus Universitaire.

Enfin, un grande merci à tous ceux qui ont participés

de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.

Dédicace

Je dédie ce mémoire

A 'homme, mon précieux offre du dieu, qui doit ma vie, ma réussite et tout mon respect : ma cher père ***OUALI Ayache.***

A la femme qui a souffert sans, me laisser, qui n'est j'aime dite non ames exigences et heureuse : mon mère ***ZEROULE Malika.***

A ma chère sœur ***Roumaissa Doaa***

A mes frère ***Aymen et Ouassime.***

A ma cousine ***Safaa MOUSSI***

A mon cher oncle ***ZAROULE Abde Elkarime.***

A tout la famille ***OUALI ET ZEEROUAL***

Amon binôme ***Nacera***

Ames chers amies ***Aicha*** *et* ***bouchra***

A toute mes amies et mes collèges de classe de promo chimie pharmaceutique **2022/2023***Merci pour les amours et leur encourage*

Sanaa

Dédicace

Je dédie ce travail à :

Mes chers parents pour leur amour inestimable,

Leur confiance, leur soutien, leurs sacrifices

Et toutes les valeurs qu'ils ont su m'inculquer.

Mes sœurs ainsi pour leur tendresse, leurs complicités

Et leur présence, qu'à mon beau-frère j'espère que la vie

Lui réserve le meilleur.

Ma seule tente, pour leurs précieux encouragements

Mes Oncles et leurs filles surtouts, Pour se tenir à côté de moi Jusqu'à la fin de ce travail, ainsi qu'à Tous mes proches de la famille ***LAMIRI ET DJELLAKH.***

Tous mes chers amis Pour leur soutien et leur amitié aussi

Mes collègues pour leur aide et l'ambiance

Chaleureuse qui nous a réuni dans ce travail.

Mon chère binôme ***OUALI*** *qui partagé avec moi*

Les moments difficiles de ce travail.

Nacir

Résumé

ملخص

أجريت هذه الدراسة لغرض الدراسة الحركية للمركبات الفينولية عن طريق النقع ((ميثانول/ ماء) (25/75)) من أوراق شجرة الزعور ونمذجة المركبات الفينولية.

تقييم الدراسة الحركية للمركبات الفينولية مثل مثل إنتاجية الاستخلاص والنمذجة الحركية للاستخلاص من أوراق شجرة الزعرور.

من النتائج وجدنا ان مستخلص الميثانويك اعطى معدل 17.4% خلال 24 ساعة وهذا يشير الى ان أوراق شجرة الزعرور غنية بالمركبات الفينولية (المواد البوليفينولية. الفلافنويد. العفص) وفقا للنتائج التي تم الحصول عليها:

يزداد تقدير كمية المواد البوليفينولية بالنسبة للكمية الجافة بمرور الوقت ويتم الحصول على اعلى قيمة في الساعة 6 58430 µg EC/MS.

تزداد كمية استخلاص الفلافنويد تدريجيا بحيث تكون الى قيمة 350.675 µg EC/MS في الساعة 21.

زيادة كمية العفص وتصل لاعلى قيمة في الساعة 24 بقيمة 224.5 µg EC/MS.

وفقا للنمذجة وصلنا الى استخلاص المركبات الفينولية وفقا لنموذج الترتيب الثاني.

من خلال نتائج النمذجة لوحظ ان المردود والمركبات الفينولية تتوافق مع النموذج الحركي من الدرجة الثانية.

تتوافق المركبات البولبفبنولية والفلافنويد والعفص تتوافق مع النوع الأول والمردود يتوافق مع النوع الثاني.

الكلمات المفتاحية: فاكهة المزاح المواد الفينولية النمذجة الحركية القياس الكمي المردود.

Résumé

Cette étude a été menée dans le but d'étude cinétique des composés phénolique par la macération (méthanol/ eau (75/25)) à partir des feuilles bibacier et modélisation des composés phénolique.

L'évaluation d'étude cinétique des composés phénolique telle que le rendement d'extraction, modélisation cinétique d'extraction à partir des feuilles de bibacier.

D'après les résultats, nous avons constaté que l'extrait méthanoïque à donner un taux d'extraction de 17.4% de 24 heures, cela indique que les feuilles de bibacier riche des composés phénoliques (Polyphénols totaux, flavonoïdes, tanins).

D'après les résultats obtenus :

La quantification des Polyphénols totaux para pour la quantité sèche à augmente avec le temps, on obtient la valeur la plus élevée 58430 µg E AG/ MS à 18heures.

L'extraction de quantité des flavonoïdes est augmentée progressivement, telle que la valeur la plus élevée est 350.675µg EQ/ MS dans 21heures.

L'augmentation des tanins de 224.5µg EC/ MS à 24 heures.

D'après la modélisation, nous arrivons à l'extraction des composés phénolique suive le modèle de 2eme ordre.

A travers les résultats de modélisation, on observe que le rendement et les composés phénoliques correspondent le modèle cinétique de 2eme ordre. Alors que le rendement conforme au type 1, et le PPT, les flavonoïde et tanins correspondent le type 2

Mots clés : bibacier, composés phénolique, modélisation cinétique, quantification, rendement.

Abstract

Résumé

This study was conducted for the purpose of kinetic study of phenolic compounds by maceration (methanol / water (75/25)) from bibacier leaves and modeling of phenolic compounds.

The evaluation of kinetic study of phenolic compounds such as the extraction yield, kinetic modeling of extraction from the sheets of bibsteel.

From the results, we found that the methanoic extract gave an extraction rate of 17.4% in 24 hours, this indicates that the bibsteel leaves are rich in phenolic compounds (PPT, flavonoids, tannins).

According to the results obtained:

The quantification of PPT para for the dry quantity increases with time, the highest value is obtained 58430 µg E AG/MS at 6 p.m.

The extraction quantity of flavonoids is gradually increased, such that the highest value is 350.675µg EQ/ MS in 21 hours.

The increase in tannins by 224.5µg EC/MS at 24 hours.

According to the modeling, we arrive at the extraction of the phenolic compounds following the 2nd order model.

Through the modeling results, it is observed that the yield and the phenolic compounds correspond to the 2nd order kinetic model. While the yield conforms to type 1, and the PPT, the flavonoids and tannins correspond to type 2

Keywords: madler, phenolic compounds, kinetic modelling, quantification, yield.

Sommaire

Introduction 1

Partie théorique

Chapitre I : les plantes médicinales

I.1.Définition : 4

I.1.1.Utilisations 4

I.1.2. Avantage 4

I.1.3. Inconvénients 5

I.2. Présentation de la famille Rosaces 5

I.2.1. Description botanique 5

l.3 Étude botanique de bibacier 6

I. 3.1. Origine du nom 6

I.3.2. Noms vernaculaire 6

I.3.3. Description botanique de bibacier 6

I.3.3.1 Feuilles 7

I.3.3.2.Fleurs 8

I.3.3.3. Fruit 8

I.3.4.Classification botanique 9

I.4. propriétaire thérapeutique 9

I.4.1.propriétés anti-inflammatoires 9

I.4.2. Propriétés antioxydants 10

I.5.Rôle médicinal de néflier 11

Chapitre II : les composés phénolique

II.1.Définition 13

II.2. Classification des composés phénoliques 13

II.2.1-Acides phénoliques 16

II.2.2.Flavonoïdes 16
II.2.3. Tanins 18
II.3. Propriétés chimiques des polyphénols 19
II.4.Les technique d'extraction des polyphénols 21
II.4.1.Technique classique 21
II.4.1.1.Macération 21
II.4.1.2.La méthode Soxhlet 22
II.4.1.3.Extraction assistée par micro-ondes 23
II.4.1.4.Extraction par ultrasons 24
II.5. L'intérêt des polyphénols 25
II.5.1.Dans les végétaux 25
II.5.2.Chez les humains 26
II.6.Activité antioxydant 26

Partie expérimentale

Chapitre III : matériels et méthodes

Introduction 29
III.1. Matériels et produits 29
III.2. Préparation de matière végétale 31
III.2.1.Matériel végétale 31
III.3.Préparation d'extrait 33
III.3.1.Extraction par macération solide/ liquide 33
III.3.2.Evaporation 34
III.3.3.Le rendement globale 35
III. 4. Quantification et l'étude cinétique des composés phénolique 36
III. 4.1.Etude cinétique de rendement globale 36
III.4.2.Etude cinétique de dosage des polyphénols totaux 36
III.4.3.Etude cinétique de dosage des flavonoïdes 37

III.4.4.Etude cinétique de dosage des tanins 38

Chapitre IV : résultats et discussion

IV.1.Etude cinétique 40

IV.1.1. Etude cinétique de rendement 40

IV.1.2.Etude cinétique de dosage des polyphénols totaux 42

IV.1.3. Etude cinétique de dosage des flavonoïdes 45

IV.1.4. Etude cinétique de dosage des tanins 48

IV.2.Modélisation cinétique 51

IV.2.1.Modélisation cinétique de rendement 53

IV.2.2.Modélisation cinétique des polyphénols totaux 55

IV.2.3.Modélisation cinétique des flavonoïdes 58

IV.2.4 Modélisation cinétique des tanins……..…60

Conclusion: 64

Liste d’abréviation

LPS : L'inflammation induite par les lipopolysaccharides

TEAC : la capacité antioxydant équivalente Trolox

DPPH : le 2,2-diphényl-2-picrylhydrazyl

ABTS : acide 3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique

FRAP : le test de puissance antioxydant réductrice de fer

HHDP : Acide hydroxydiphénique.

ROS: reactive oxygen species

PI : Le potentiel d'ionisation

HCl : Acide chlorohydrique concentré

µg E GA/g Ms : µg équivalent d’acide gallique par gramme de matière sèche

PPT : polyphénol totaux

Flav : flavonoïde

Tan : tanins

R % : le rendement.

Abs : absorbance

PPT Dil : polyphénols totaux diluée

PPT M : polyphénols totaux dans une solution mère

PPT/MS : polyphénols totaux para pour matière sèche

TAN EXP : tanins expérimentale

REND EXP : rendement expérimentale

REND THER : rendement théorique

PPT EXP : polyphénols totaux expérimental

PPT THER : polyphénols totaux théorique

FLAV EXP : flavonoïde expérimentale

FLAV THER : flavonoïde théorique

TAN EXP : tanins expérimentale

TAN THER : tanins théorique

Liste des figures

Chapitre I : les plantes médicinales	
Figure (I.1) : l'arbre de bibacier	**7**
Figure (I.2) : les feuilles de bibacier	**7**
Figure (I.3) : les fleurs de bibacier	**8**
Figure (I.4) : les fruits de bibacier	**8**
Chapitre II : Les composés phénoliques	
Figure (II.1) : les composes phénolique	**14**
Figure (II.2) : structure de base d'acides hydroxycinnamiques	**16**
Figure (II.3) : les structures de différentes classes des flavonoïdes	**18**
Figure (II.4) : les structures des tannins	**19**
Figure (II.5) : la macération froide	**21**
Figure (II.6) : Montage de Soxhlet	**22**
Figure (II .7) : Montage d'extraction assistée par micro-ondes	**24**
Figure(II.8) : Montage d'extraction par ultrasons	**25**
Chapitre III : matériels et méthodes	
Figure (III.1) : la plante de bibacier	**31**
Figure (III.2) : les feuilles avant séchage	**32**
Figure (III.3) : les feuilles après séchage	**32**

Figure (III.4) : broyage des feuilles	**32**
Figure (III.5) : conservation de poudre	**32**
Figure (III.6) : les étapes de l'extraction	**34**
Figure (III.7) : l'évaporation	**35**
Figure (III.8) : les extraites après la réaction de Folin-Ciocalteu	**36**
Figure (III.9) : les extraites après réaction chlorure d'aluminium	**37**
Figure (III.10) : les extraites après réaction de vanilline	**38**
Chapitre IV : Résulté et discussion	
Figure (IV.1) : le rendement on fonction du temps	**40**
Figure (IV.2) : Histogramme de rendement de différentes régions	41
Figure (IV.3) : la courbe d'étalonnage d'acide gallique	**42**
Figure (IV.4) : la courbe de quantité des polyphénols totaux en fonction du temps	**44**
Figure (IV.5) : la courbe d'étalonnage de quercetine	**45**
Figure (IV.6) : la courbe de quantité des flavonoïdes	**47**
Figure (IV.7) : la courbe d'étalonnage de catéchine	**48**
Figure (IV.8) : la courbe de quantité des tanins en fonction du temps	**50**
Figure (IV.9) : la courbe 1/R= f (1/t)	**53**
Figure (IV.10) : la courbe de rendement expérimentale et théorique en fonction du temps	**55**

Figure (IV.11) : la courbe de t/PPT= f(t)	**55**
Figure (IV.12) : la quantité des polyphénols totaux expérimentale et théorique on fonction du temps	**57**
Figure (IV.13) : la courbe t/FLAV =f(t)	**58**
Figure (IV.14) : la courbe de flavonoïde expérimentale et théorique en fonction du temps	**60**
Figure (IV.15) : la courbe t/TAN = f(t)	**60**
Figure (IV.16) : la quantité des tanins expérimentale et théorique en fonction du temps	**62**

Liste des tableaux

Chapitre I : les plantes médicinales	
Tableau (I.1) : Classification botanique	**9**
Chapitre II : les composés phénolique	
Tableau (II.1) : structure des squelettes des composés phénoliques	**15**
Chapitre III : matériels et méthodes	
Tableau (III.1) : Matériels et produits utilisés	**30**
Tableau (III.2) : Les différents temps pour extraction	**36**
Chapitre IV : Résultats et discussion	
Tableau (IV.1) : rendement de l'extraction des polyphénols	**40**
Tableau (IV.2) : la quantité de polyphénols totaux expérimentaux	**43**
Tableau (IV.3) : la quantité des flavonoïdes expérimentaux	**46**
Tableau (IV.4) : la quantité des tanins expérimentaux	**49**
Tableau (IV.5) : les modèles mathématique	**51**
Tableau (IV.6) : les types de 2^{eme} ordre	**52**
Tableau (IV.7) : les rendements expérimentaux et théoriques	**53**
Tableau (IV.8) : les quantités des polyphénols totaux expérimentaux et théoriques	**56**
Tableau (IV.9) : les quantités des flavonoïdes expérimentaux et théoriques	**58**
Tableau (IV.10) : les quantités des tanins expérimentaux et théoriques	**61**

Tableau (IV.11) : le modèle et le type de rendement et des composés phénolique	**63**

Introduction

Les plantes médicinales sont des drogues végétales au sens de la Pharmacopée Européenne, dont au moins une partie possède des propriétés médicamenteuses. La plante est rarement utilisée dans son ensemble, mais généralement en une ou plusieurs parties, chacune ayant des usages différents. Les plantes médicinales peuvent être utilisées dans les aliments, les épices et même dans la préparation de boissons hygiéniques. Ces différentes utilisations peuvent être soit des parties d'une même plante, soit des parties différentes (Kermia H et al, 2020).

Le bibacier est un arbre médicinal, qui possède de nombreux bienfaits médicinaux notamment : antibiotique, antitussif, expectorant (utilisé notamment dans le traitement de la bronchite chronique), protège le foie, baisse rapidement l'alanine aminotransférase (ALT) et l'aspartate aminotransférases (AST). Son effet protecteur du foie, anti-inflammatoire, antibiotique et antioxydants est dû à l'acide ursolique qui est présent de façon naturelle dans les feuilles de néflier (http:// dietetiquetuina. Fr/8979/feuille-néflier-du japon-pi-pa-ye/).

Les polyphénols, également appelés composés phénoliques, sont des molécules propres au règne végétal et faisant partie du métabolisme secondaire (Mompon, 1996 ; He Z, 2008) . Ils sont présents des racines des plantes aux fruits (Richter, 1993). L'élément structurel de base qui les caractérise est la présence d'au moins un cycle phénolique à 6 carbones auquel est directement attaché au moins un groupement hydroxyle (OH) libre (Bruneton J, 1999 ; Balasundram, 2006).

L'extraction est une séparation des parties actives des tissus végétaux des constituants inactifs ou inertes, en utilisant généralement des solvants sélectifs tels que l'eau, les huiles végétales ou les graisses animales. Les produits ainsi obtenus sont relativement impurs sous forme liquide, semi-solide ou poudre et sont destinés à un usage oral ou externe uniquement. Il s'agit de préparations appelées tisanes et huiles médicamenteuses (Handa, 2008).

IL y a plusieurs méthodes d'extraction des composés phénoliques (la macération froide, la méthode de Soxhlet, extraction assistée par micro-ondes, extraction par ultrasons ou ultrasons), parmi ces méthodes, on choisit la macération pour l'extraction des feuilles de néflier, parce que c'est une méthode simple, moins couteuse, évite l'altération des composés fragile (thermosensible).

La macération sont placées les plantes ou parties de plantes dans un solvant froid (macération aqueuse) avec une agitation pendant plusieurs heures pour assurer une bonne diffusion du

principe actif à température ambiant. Le processus d'utilisation de formules mathématiques pour décrire des situations quantitatives du monde réel est appelé modélisation (Benzeggouta, 2015).

Dans la modélisation, la notation mathématique est utilisée pour décrire ce qui a été initialement exprimé en mots, incluant éventuellement des variables. La création d'un modèle mathématique d'extraction prend en compte plusieurs aspects, en tenant compte de la complexité structurelle des solides végétaux (http://www.hec.ca/cam/rubriques/modelisation_mathematique.pdf).

L'objectif de notre travail l'étude cinétique des composés phénolique à partir des feuilles de néflier.

Notre travail est divisé en deux parties, la première est une étude bibliographique qui se scinde en deux chapitre, dans le premier nous avons commencé par les plantes médicinales, l'avantage et les inconvénients, et la description botanique de bibacier.

Le deuxième chapitre, représente les composés phénoliques, la classification et l'intérêt des polyphénols.

La deuxième partie comporte l'étude expérimentale, se divisé en deux chapitre, le premier chapitre a contienne les matériels et les méthodes utilisés dans l'extraction et le dosage des composés phénolique, la deuxième partie contienne les résultats et discussions des rendements en méthode classique et par UV, et le dosage des composés phénoliques (polyphénols totaux, flavonoïdes, tanins), et comparé les résultats obtenus avec d'autres résultats.

Chapitre I : Les plantes Médicinales

I.1.Définition :

Les plantes médicinales sont une source de substances aux effets biologiques et pharmacologiques divers. Ces substances, également connues sous le nom de métabolites secondaires, sont importantes pour la recherche et le développement de médicaments, non seulement lorsque des composants végétaux sont utilisés directement à des fins thérapeutiques, mais également comme matières premières pour la synthèse de médicaments. Le néflier est une plante médicinale appartenant de la famille des Rosacées utilisée en médecine traditionnelle pour soigner de nombreuses maladies, notre connaissance de cette plante médicinale (Amina,, Oumina, 2021).

I.1.1.Utilisations

Les plantes médicinales sont utilisées pour prévenir, traite ou soulager diverses maladies. Ce savoir ancestral a été mis de côté au profit de la prise de médecines traditionnelles pour favoriser la santé. Chaque plante médicinale a sa propre définition et son utilisation spécifique. Les plantes médicinales sont importantes pour la recherche pharmacologique et servent directement de substances médicinales, mais aussi de matières premières pour la synthèse de médicaments ou de modèles de composés pharmacologiquement actifs. Donc, les plantes sont la principale la principale source de principes actifs, et pas seulement en médecine traditionnelle.

(Benyahia, 2014).

I.1.2. Avantage

Les plantes médicinales sont utilisées depuis l'Antiquité pour soulager et guérir les maladies humaines. En fait, leurs propriétés curatives proviennent de la présence de centaines voire de milliers de composés bioactifs naturels appelés métabolites secondaires. Ceux-ci sont ensuite stockés dans divers organes et parfois dans des cellules végétales spécialisées. Actuellement, le développement des résistances microbiennes aux antibiotiques pousse les chercheurs à se tourner vers le monde des plantes, notamment médicinales et culinaires, à la recherche de molécules naturelles efficaces et sans effets secondaires (Greichi, 2015).

I.2. Présentation de la famille Rosacées

I.2.1. Description botanique

La sous-famille Rosaceous Maloideae est écologiquement et économiquement un groupe important de plantes ligneuses. Particulièrement abondants dans les régions tempérées de l'hémisphère nord, ils ont une extension majeure en Asie du sud-est tempérée chaude. Ils comprennent un certain nombre de cultures fruitières importantes et de nombreuses plantes ornementales souhaitables. Les Maloideae se caractérisent par leurs fruits à pépins dans lesquels la cuvette hypanthiale devient charnue et recouvre plus ou moins complètement les carpelles fructifères. Parmi les exemples familiers de Maloideae, citons le pommier (Mdus), le poirier (Pyms), le coing (Cydonia) , le q&ce japonais (Chaenomeles), le sorbier, le sorbier et le rosier blanc (Sorbus), la baie de Noël (Heteromeles) , le néflier du Japon (Eriobatrya) , amebnchier (amebnchier) , aronia (aronia) , cotoneaster (cotoneaster), aubépine (crataegus), néflier (mespilrcs) et firethorn (pyracantha) (James et al, 1988).

La famille des Rosacées doit son nom à la rose sauvage (genre Rosa) et comporte environ 3370 espèces réparties en plus d'une centaine de genres. Cette famille cosmopolite est surtout représentée dans les régions température de l'hémisphère nord. Les genres les plus importent sont Potentilla (500 espèces), Cotoneaster (260 espèces), Rubus et Alchemilla (250 espèces), Prunus (200espèces), Sorbus (193 espèces), Carataegus (200 à 1200 espèces),

Rosa (150 espèces). Les Rosacées sont une famille par enchaînement, ce qui explique la diversité de l'appareil végétatif et reproducteur (Donmez, 2004).

l.3 Étude botanique de bibacier

I. 3.1. Origine du nom

L'origine de nom Eriobotrya est un nom grec composé de « Érion » et « botrus », signifiant respectivement laine et touffe, ce genre comprend une trentaine d'arbustes ou d'arbres persistants originaires d'Asie (Amina,, Oumina, 2021).

I.3.2. Noms vernaculaire

En français : bibassier, bibacier ou, néflier du Japon,

En anglais : loquât et madler,

En arabe : فاكهة المزاح,

En malagasy : bibasyoupibasy (Amina,, Oumina, 2021).

I.3.3. Description botanique de bibacier

Le bibacier est un arbre qui peut atteindre 8 mètres de hauteur et mesure généralement entre 4 et 5 mètres, au port compact, arrondi ou ovoïde. Les jeunes branches s'étalent et sont couvertes de ferrugineux. Les feuilles les plus nombreuses aux extrémités des rameaux sont coriaces, persistantes, elliptiques, lancéolées, glabres, à la face supérieur dessus et cotonneuses-ferrugineuses en dessous, d'une 30 cm de Longueur sur 8-10 cm de largeur, atténuées à la base avec nervure latérale. Petites fleurs blanches ou roses, très parfumées, réunies en grappes courtes, terminales et pendantes. Formée d'épis en grappes ombellifères ou thyrses, l'inflorescence est recouverte de laine duveteuse, les fleurs apparaissent en automne (octobre-novembre). Selon les variétés, les fruits sont ronds, ovales ou piriformes (poire sauvage calibre), mesurant 4 cm jusqu'à 7 cm. long avec une surface légèrement pelucheuse. La couleur du fruit peut varier du jaune pâle à l'orange foncé. La pulpe est blanche ou colorée, du jaune au jaune orangé, fondante, très aqueuse, au goût légèrement acide, parfumée, très agréable et rafraîchissante, contient 3 à 7 grosses graines (Vladimir, 1947).



Figure (I.1) : l'arbre de bibacier

I.3.3.1 Feuilles

Plus nombreuses à l'extrémité des rameaux, coriaces, persistantes, elliptiques, lancéolées, glabres dessus et cotonneuses ferrugineuses dessous, exceptionnellement grandes :

30 cm de long sur 8-10 cm de large, affaiblies à la base, à nervures saillantes.



Figure (I.2) : les feuilles de bibacier

I.3.3.2.Fleurs

Les fleurs comme d'autres parties de l'arbre sont en partie recouverte d'un duvet, lors de la floraison, qui survient entre la fin de l'automne et le milieu de l'hiver, ces fleurs sont sensibles au gel. Ces fleurs sont petites et nombreuses, de couleur blanche crémeuse, elle dégagement un parfum qui évoque celui de la rose. **(www.tela-botanique.org, 2014)**.



Figure (I.3) : les fleurs de bibacier

I.3.3.3. Fruit

Les fruits ovoïdes, de couleur jaune orangé, sont des baies à chair blanc jaunâtre, à goût acidulé, très juteux. Ils portent les cinq dents permanentes de la cupule sur le dessus. Les graines brun-noir sont assez grosses.



Figure (I.4) : les fruits de bibacier

I.3.4.Classification botanique

Le bibacier appartient à la famille des Rosacées selon la classification résumée dans le

Tableau (I.1)

Tableau (I.1) : Classification botanique (Amina,, Oumina, 2021).

Classification botanique	
Règne	Plante
Sous-règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Sous-classe	Rosidae

Ordre	Rosales
Famille	Rosaceae
Genre	Eriobotrya
Espèce	Eriobortrya japonica

I.4. propriétaire thérapeutique

I.4.1.propriétés anti-inflammatoires

Dans la médecine traditionnelle, la feuille de nèfle est utilisée depuis l'Antiquité pour traiter les maladies inflammatoires telles que la toux, le rhume et l'asthme. Des études scientifiques modernes utilisant divers modèles expérimentaux ont démontré les effets anti-inflammatoires de divers tissus néfliers tels que les feuilles, les graines et les fruits.

La pneumonie est un facteur dans de nombreuses maladies pulmonaires. L'inflammation induite par les lipopolysaccharides (LPS) est un modèle expérimental courant dans la recherche anti-inflammatoire. Des extraits de feuilles de nèfle enrichis en acides triterpéniques, en particulier en acide ursolique, ont montré des effets anti-inflammatoires sur les macrophages alvéolaires chez des rats CB induits par le LPS (Yilong et al, 1983).

I.4.2. Propriétés antioxydants

Utilisant différentes méthodes de dosage des antioxydants, diverses études ont montré les puissantes propriétés antioxydants des extraits de nèfle in vitro et in vivo. Les phénols et les acides triterpéniques peuvent contribuer à cette activité dans divers tissus néfliers.

Les méthodes de test d'antioxydants couramment signalées comprennent la capacité antioxydant équivalente Trolox (TEAC), le 2,2-diphényl-2-picrylhydrazyl (DPPH), la capacité de piégeage des radicaux, le 2,2′-azinobis (acide 3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique) (ABTS), le test de puissance antioxydant réductrice de fer (FRAP), la capacité antioxydant totale et les extraits de feuilles de néflier ont démontré une forte capacité antioxydant basée sur tests distincts. Essais TEAC et FRAP. Les fruits de bibacier de différentes variétés poussant dans

pays différents tels que la Turquie et la Chine ont également montré des capacités antioxydants significativement différentes, indiquant l'influence à la fois du patrimoine génétique et de l'environnement de croissance sur l'accumulation d'antioxydants.

Une forte corrélation entre la capacité antioxydant et la teneur totale en composés phénoliques a été observée dans les fruits de néflier de différentes variétés cultivées en Turquie et en Chine. En divisant l'extrait de néflier en fractions hydrophile et lipophile, le contenu phénolique et l'activité antioxydant des fruits de néflier de 24 cultivars cultivés en Chine ont été étudiés, et les résultats ont montré que les composés phénoliques apportent la plus grande contribution à l'activité antioxydant hydrophile, tandis que les caroténoïdes étaient liés. Avec une activité antioxydant lipophile. Les graine de néflier contenaient une teneur beaucoup plus élevée en composés polyphénoliques et montraient une activité de piégeage du DPPH plus forte que les extraits de peau et de pulpe.

L'acide chlorogénique et la quercétine-3-sambubioside, le méthylchloré, le kaempférol-3-rhamnoside, la quercétine-3-rhamnoside (31) isolés à partir d'extrait de feuille de nèfle ont montré une inhibition radicalaire significative par la dichlorofluorescéine. Les fractions

n-butanol, méthanol et eau de l'extrait de graines de nèfle contiennent de nombreux polyphénols et ont montré une activité inhibitrice élevée des piégeurs de radicaux libres et de la peroxydation lipidique, tandis que le n-hexane et l'acétate d'éthyle faiblement polaires contenant du β-sitostérol ont montré une activité inhibitrice élevée des lipides. De plus, les extraits éthanoïques de graines de nèfle étaient également efficaces pour inhiber le 2,20-azobis (4-méthoxy-2,4-diméthylvalérénitrile). Dans les feuilles de nèfle du Japon, la quinine Ib, la quinine arbutine, l'épicatéchine, la quercétine-3-O-α-l-rhamnoside et l'arbutine ont été identifiées comme des antioxydants importants à haute teneur en antioxydants. Activité basé sur les tests DPPH et FRAP (Yilong et al, 1983).

I.5.Rôle médicinal de bibacier

Les nèfles sont consommées principalement comme fruit frais, bien que de petites quantités soient utilisées dans les confitures, les gelées et les sirops. Le fruit contient presque tous les éléments essentiels, il est particulièrement riche en sels minéraux et en caroténoïdes ; bonne source de vitamine A et de composés phénoliques pour la santé humaine. Les antioxydants sont capables de neutraliser les radicaux libres.

Le néflier contient une grande quantité de vitamine C, qui est une partie importante du système immunitaire car elle aide à stimuler la production de la première ligne de défense de l'organisme contre les agents pathogènes, les globules blancs ; Il agit également comme antioxydant dans la prévention des maladies chroniques. La vitamine C est nécessaire à la production de collagène, qui aide les tissus à se développer et à se réparer après une maladie ou une blessure. Les fruits frais sont riches en vitamine A, qui est un antioxydant. Ce fruit protège les yeux des radicaux libres ; Il est également efficace pour prévenir les dommages à la rétine causés par les radicaux libres. Le néflier contient une fibre appelée pectine, qui facilite la digestion. Cette fibre peut stimuler les mouvements péristaltiques, ce qui aide à la régularité des selles, à la constipation, à la diarrhée, aux crampes, aux gaz ou aux étourdissements et à d'autres troubles de l'estomac. Ces fibres sont de bonnes fibres qui aident à créer le bon environnement pour que les bactéries probiotiques se développent, renforcent notre système immunitaire et aident à prévenir les maladies (Bouazza et al, 2017).

Chapitre II :

Les Composés

Phénoliques

II.1.Définition

En tant que composés d'origine végétale, les composés phénoliques appartiennent au groupe des métabolites secondaires, nommés d'après trois caractéristiques principales

• Difficultés à attribuer une fonction précise aux composés dans la physiologie végétale

• Nature et La concentration des composés est très variable selon les espèces

• Faible refusions des composés après accumulation le terme composés phénoliques recouvre plusieurs milliers de molécules qu'il est difficile de rattacher à une définition simple. D'un point de vue chimique, ils se définissent par le fait que leur cycle benzénique contient au moins un groupement hydroxyle libre ou un groupement avec une autre fonction (éther, ester, etc.). La classification chimique seule ne suffit pas et l'origine biosynthétique des molécules doit être prise en compte.

Le terme "composés phénoliques" désigne donc uniquement les molécules issues de la voie shikimate ou les poly-β-cétoesters (polyacétates).

Les structures des composés phénoliques se distinguent par leur squelette carboné (nombre de carbones), puis leur degré de modification (oxydation, hydratation, méthylation, etc.) et enfin les liaisons pouvant exister avec d'autres molécules comme les sucres ou d'autres composés phénoliques (Macheix, et al, 2005).

II.2. Classification

Selon leur structure de base, les composés phénoliques peuvent être regroupés en différentes classes, les plus importantes sont les acides phénoliques, les flavonoïdes et les tannins (El Gharras, 2009).

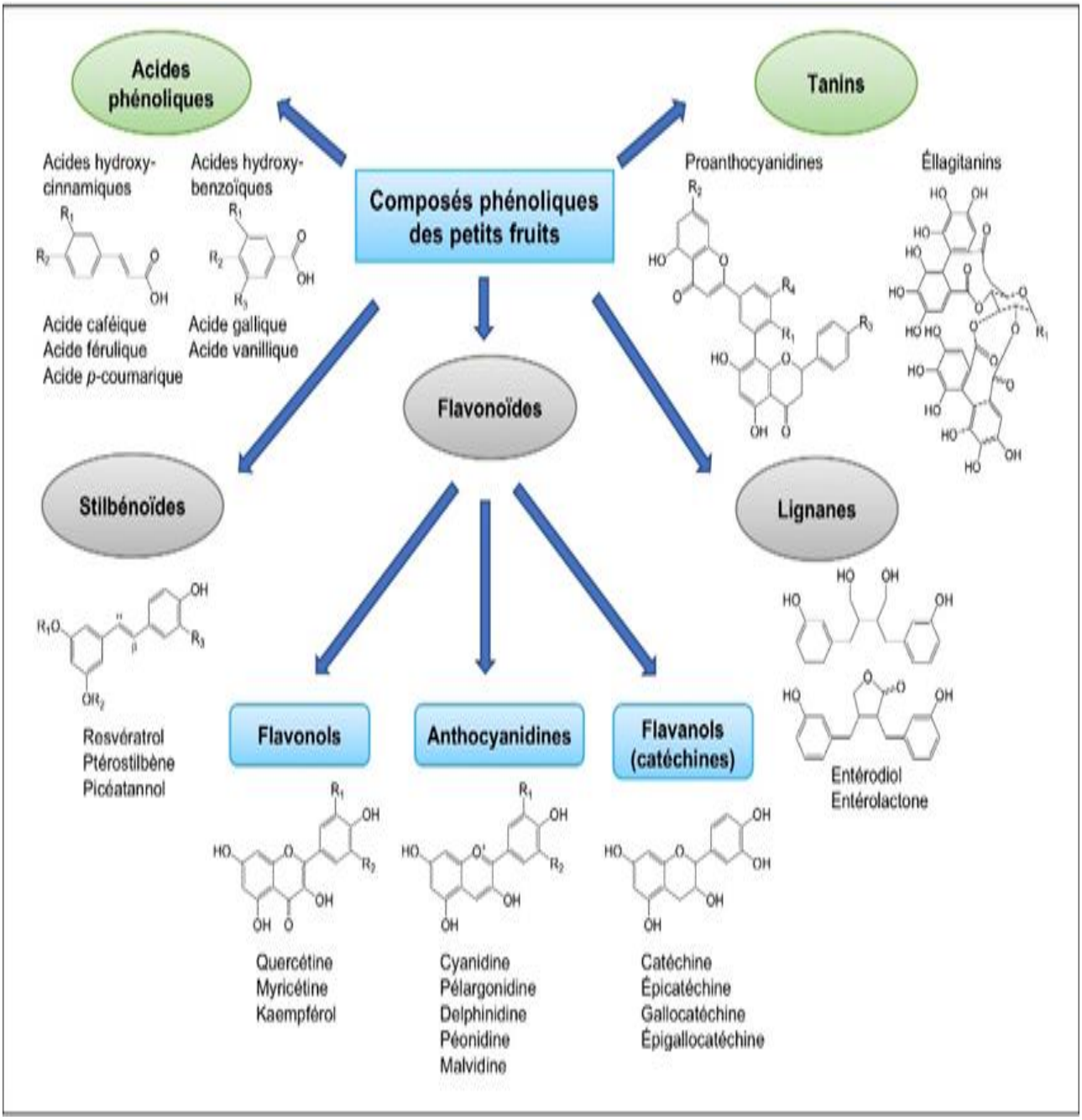
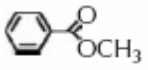
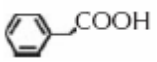
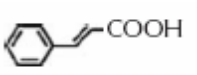
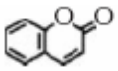
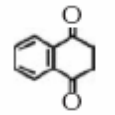
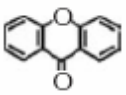
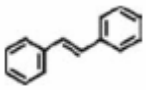
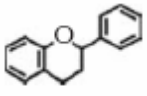


Figure (II.1) : les composes phénoliques

Tableau II (1) : structure des squelettes des composés phénoliques (Crozier et al, 2006).

Nombre de carbones	Squelette de base	Classification	Exemple	Structure de Base
7	C_6-C_1	Acides phénols	Acide gallique	
8	C_6-C_2	acétophénones	Gallacetophénone	
8	C_6-C_2	Acide phénylacétique	Acide p-hydroxyphénylacétique	
9	C_6-C_3	Acides hydroxycinamiques	Acide p-coumarique	
9	C_6-C_3	Coumarine	Esculitine	
10	C_6-C_4	Naphthoquinones	Juglone	
13	C_6-C_1-C_6	Xanthones	Mangiferine	
14	C_6-C_2-C_6	Stilbènes	Resveratrol	
15	C_6-C_3-C_6	Flavonoïdes	Naringénine	

II.2.1-Acides phénoliques

Les deux principaux sous-groupes de composés phénoliques non compliqués sont les acides hydroxybenzoïques et les acides hydroxycinnamiques. En règle générale, les acides phénoliques existent soit librement, soit sous forme liée, comme indiqué par (Andjelkovic et al, 2006).

Les acides hydroxybenzoïques, qui ont une structure de base C_6-C_1, sont produits par hydroxylation de l'acide benzoïque. Suite à cela, les hydroxyles phénoliques (OH) résultants peuvent être méthylés, comme l'ont démontré (Škerget et al. en 2005).

Les dérivés d'acide cinnamique structurés en C_6-C_3, également appelés acides hydroxycinnamiques, appartiennent à la famille des phénylpropanoïdes. Parmi les composés phénoliques simples, c'est le plus abondant. Sous leur forme libre, ils sont rarement observés sauf dans le cas d'aliments transformés ayant subi une stérilisation, une fermentation ou une congélation. Habituellement, ils sont observés sous forme de dérivés glycosylés ou d'esters d'acide quinique, d'acide shikimique et d'acide tartrique (Mattila and Hellström, 2007 ; Chira et al, 2008).

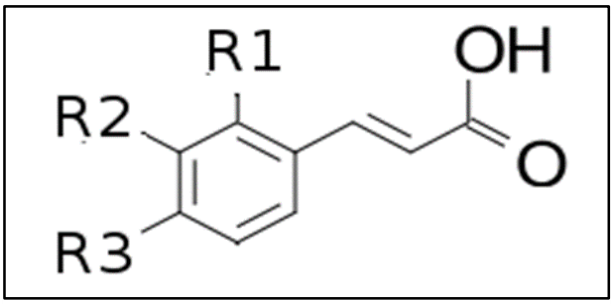


Figure (II.2) : structure de base de l'acides hydroxycinnamiques

II.2.2.Flavonoïdes

Les flavonoïdes, un type de polyphénol, sont un groupe diversifié de composés naturels présents dans les plantes. Universellement présents en tant que pigments végétaux, leur structure de base est constituée de trois cycles C_6-C_3-C_6 (A, B et C) avec 15 atomes de carbone et un ou plusieurs substituants hydroxyle. Notamment (Ghedira, 2005, Cook et Samman, 1996, Balasundram et al, 2006 et Chira et al, 2008).

La formation fondamentale des composés phénoliques comprend deux voies de synthèse. Premièrement, l'unité phénylpropanoïde - composée du noyau B et d'un pont de carbone - se

forme via la phénylalanine dans la voie de l'acide shikimique. Deuxièmement, le noyau A résulté de la fusion de trois unités d'acétate par la voie de l'acide malonique. L'amalgamation finale des noyaux A et B implique un couplage entre un phénylpropanoïde et le 4-coumaryl avec 3mlonylCoA, qui apporte deux atomes de carbone à la structure.

Dans leur état naturel, les flavonoïdes se présentent souvent sous une forme glycosylée. La présence de sucres altère les propriétés de la molécule, notamment sa solubilité et son hydrophobicité, par rapport à son analogue non glycolyse. La liaison entre l'aglycone et le sucre est généralement réalisée par l'un des groupements hydroxyles phénoliques, notamment en position 3 (pour les flavonols) ou en position 7 (pour les flavones), et parfois en position 6 ou 8 si ces positions sont hydroxylées. Les principaux monosaccharides qui les composent sont : le D-glucose, le D-galactose, le L-rhamnose, l'acide D-glucuronique, l'acide D-galacturonique, le L-arabinose, le D-xylose, et occasionnellement le D-Allose, l'apiose et le D- mannose Les sucres les plus courants sont le D-glucose et L-rhamnose (Cook et Samman, 1996). Selon le degré d'oxydation et d'insaturation de l'hétérocycle central C et la position des groupements hydroxyles sur les cycles A et B,

Différentes classes de flavonoïdes peuvent être distinguées. Plusieurs groupes ont été identifiés dont six sont particulièrement communs et mieux caractérisés : les flavones, les isoflavones, les flavanones, les flavonols, les flavones et les anthocyanidines (Heim et al, 2002 ., Chira et al, 2008).

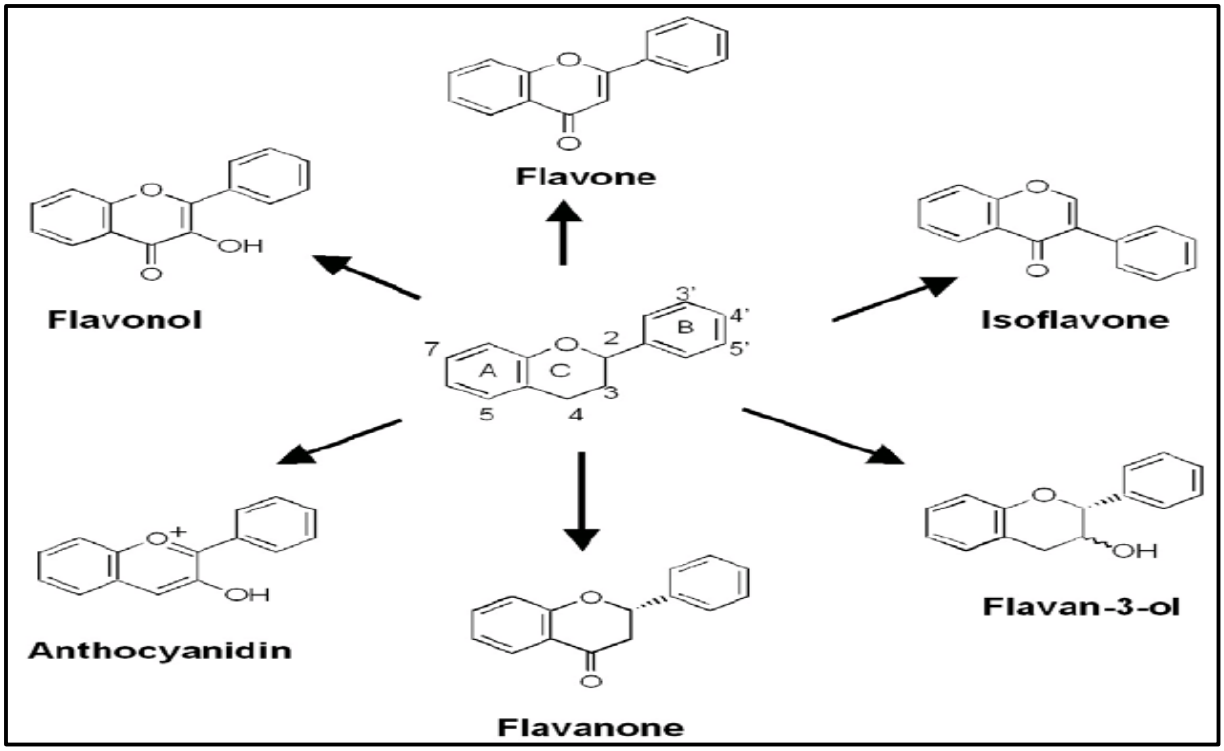


Figure (II.3) : les structures des différentes classes des flavonoïdes

II.2.3. Tanins

Les tanins sont un groupe de polyphénols de haut poids moléculaire présents dans presque toutes les parties de la plante : écorce, bois, feuilles et racines (Cowan, 1999**).** Ces composés sont des molécules hautement hydroxylées et lorsqu'ils sont combinés avec des glucides, des protéines et des enzymes digestives, peuvent former des complexes insolubles, réduisant la digestibilité des aliments (Ref'at et al, 2008). Sur la base de leur structure chimique, les tanins naturels sont divisés en deux groupes : les tanins hydrolysables et les tanins condensés (Celzard et al, 2011).

Les tanins condensés ou proanthocyanidines sont des dimères ou des polymères de flavan-3-ols, principalement des catéchines et des catéchines telles que la profisetinidine, la prorobinetinidine, la procyanidine, la prodelphinidine, de petites fractions de sucres simples et d'autres polysaccharides (Hoong et al, 2010).

Ces unités sont reliées par une simple liaison carbone-carbone C_4-C_8-C_4-C_6 (interflavanes) dans les proanthocyanidines de type a ou par une double liaison interflavane (C_4-C_8 ou C_4-C_6)

dans les proanthocyanidines de type A et (C_2- O - C_7) lié de type B (Khanbabaee et van Ree, 2001 ; Hoong et al, 2010).

Les tanins hydrolysables sont des oligomères de sucre ou des polyesters (ou des polyols apparentés) et des quantités variables d'acide phénolique. Le sucre est généralement du glucose. L'acide phénolique est soit l'acide gallique pour les tanins galliques, soit l'acide hydroxydiphénique (HHDP) et ses dérivés pour les tanins ellagiques (Derbel et Ghedira, 2005).

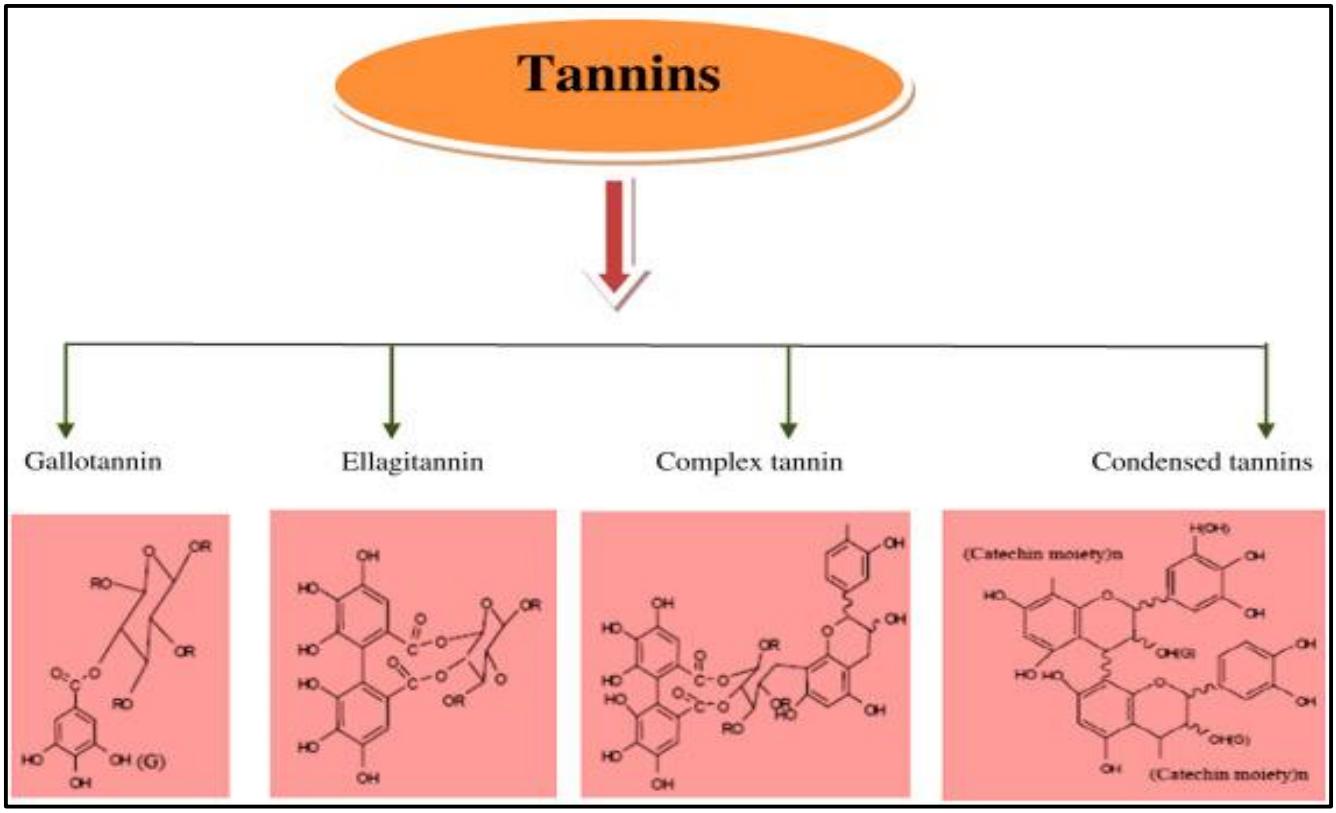


Figure (II .4) : les structures des tannins

II.3. Propriétés chimiques des polyphénols

Les propriétés chimiques des polyphénols sont essentiellement liées aux propriétés des noyaux phénoliques, en particulier les substituants mésomères attracteurs d'électrons (-M) et les substituants mésomères donneurs (+M) (Laouini, 2014) .La conjugaison d'une des deux paires d'électrons libres de l'atome d'oxygène avec le cycle explique l'effet (+M) du groupe OH. Ce phénomène augmente la délocalisation des électrons et crée une charge négative partielle sur les atomes C2, C4, C6 (Nkhili., 2009).

- Nucléophilie : La nucléophilie des composés phénoliques est transférée au groupe OH via l'atome d'oxygène et les atomes de carbone ortho et para (selon la puissance (+ M)). Cette propriété sous-tend les réactions des substituants électrophiles aromatiques (alkylation, acylation, etc.) (Maurent., 2017).

- Le potentiel d'ionisation d'une molécule est l'énergie minimale requise pour en retirer un électron. Plus un composé aromatique est remplacé par des groupements donneurs d'électrons, plus son le potentiel d'ionisation PI est faible et plus son caractère réducteur est important. La capacité du phénol à donner un atome H peut être quantifiée par l'énergie de dissociation homolytique de la liaison OH (Nkhili, 2009).

- La polarisabilité des phénols leur permet de former de fortes interactions de dispersion moléculaire (une composante intéressante des interactions de Van der Waals) avec d'autres composés polarisables. Ce phénomène résulte du couplage des fluctuations électroniques de deux molécules voisines (Nchili, 2009).

- Liaison hydrogène : Les phénols sont des donneurs de liaisons hydrogène (liaisons H) en raison de la nature acide du proton du groupe OH. Ce sont également des accepteurs de liaison H. En fait, seule la paire isolée d'un atome O qui n'est pas conjugué avec le cycle peut accepter une liaison H du donneur. Par conséquent, le phénol est capable de transférer une liaison He et d'en retenir une seule (Nkhili, 2009).

- Acidité : Le clivage hétérolytique de la liaison OH (déprotonation) conduit à la formation d'un ion phénol dans lequel la délocalisation électronique de l'atome O vers le cycle est fortement favorisée (+ effet M).

Les phénols sont des donneurs de liaisons hydrogène (liaison H) en raison de la nature acide du proton du groupe OH. Ce sont également des accepteurs de liaison H car en fait seule une paire d'atomes O qui ne sont pas conjugués avec le cycle peut accepter la liaison H du donneur. Les propriétés caractéristiques des phénols (nucléophilie, caractère réducteur, polarisabilité) sont renforcées lors de la formation des anions phénoliques correspondants.

II.4.Les technique d’extraction des polyphénols

II.4.1.Technique classique

II.4.1.1.Macération

La macération est une méthode d'extraction solide-liquide la plus exigeante, on a deux types de macération : macération chaud et froid, en main-d'œuvre et consiste en : La matière végétale est en contact prolongé avec le solvant, avec ou sans agitation, à température ambiant ou à température élevée pour une durée déterminée. Cette technique est influencée par la nature de matière végétale, la concentration de solvant, la durée d’extraction (Hamidi, 2022).

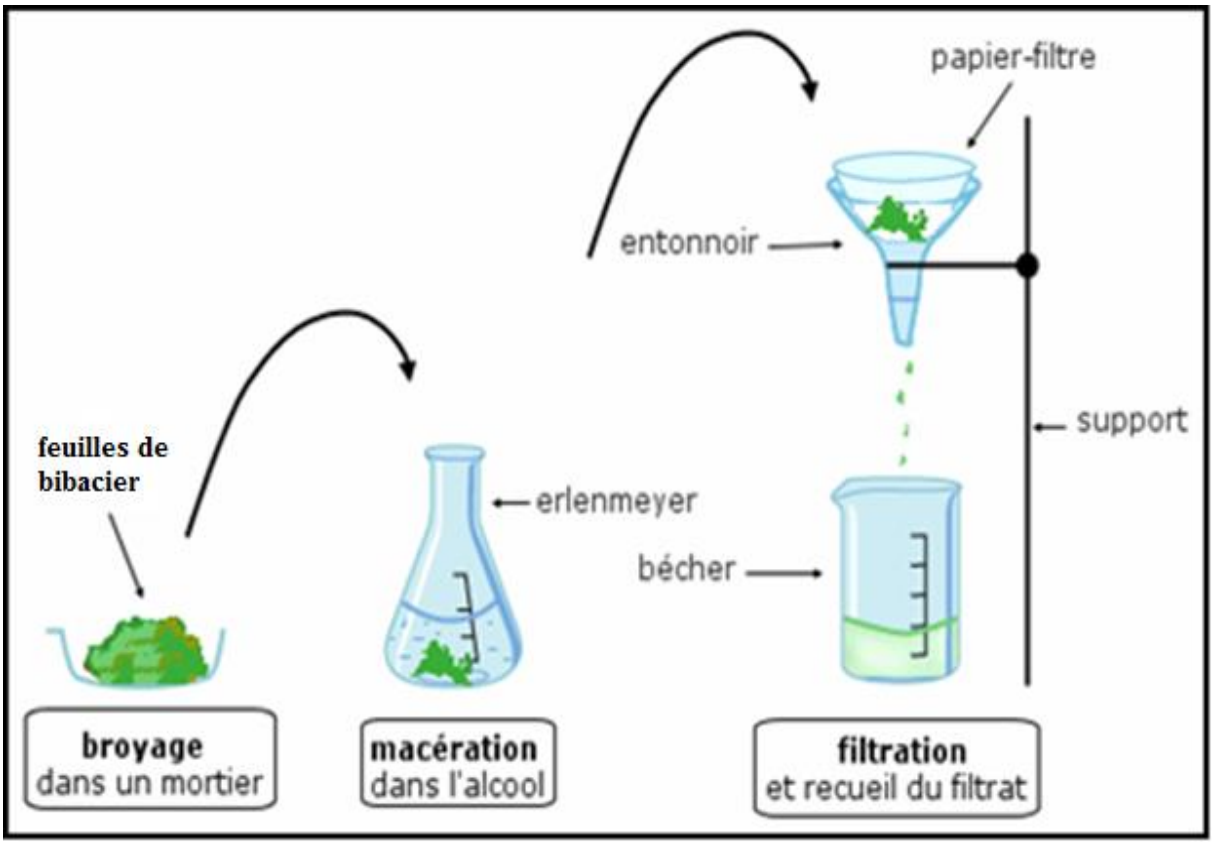


Figure (II.5) : la macération froide

II.4.1.2.La méthode Soxhlet

La méthode soxlet est une méthode simple et pratique qui consiste à placer la plante dans une cartouche placée dans un extracteur contenant du solvant. Lorsque le liquide bout, la vapeur de solvant s'écoule à travers le tube de distillation et dans le condenseur où elle se condense.

Le condensat retourne ensuite dans le corps de l'extracteur de la cartouche où les solides du solvant sont décomposés. Lorsque le solvant condensé atteint le haut du tube siphon, il retourne dans l'alambic avec le matériau extrait. Le solvant continue alors à s'évaporer tandis que la matière extraite reste dans le ballon. Ce processus se répète jusqu'à ce que l'extraction soit terminée (Penchev, P.I, 2010).

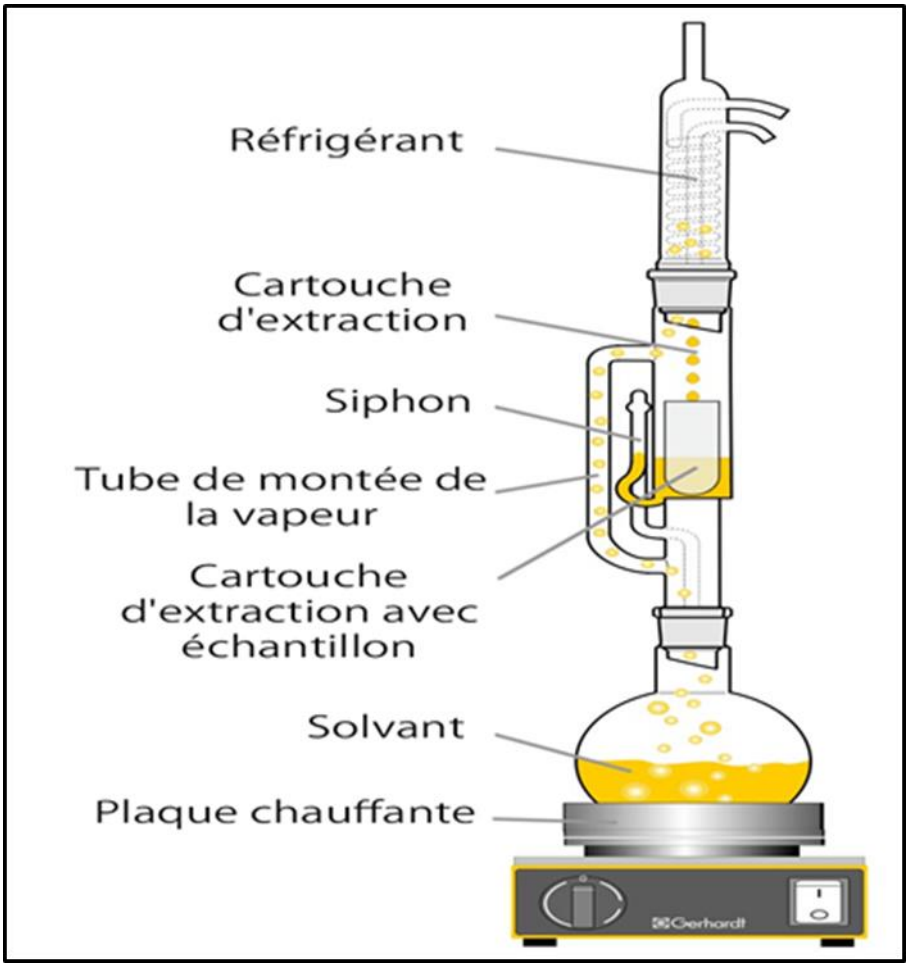


Figure (II.6) : Montage de Soxhlet

II.4.1.3.Extraction assistée par micro-ondes

Chauffage sélectif par rayonnement micro-ondes interagissant avec Le dipôle d'une molécule polaire ou polarisable. Sous la molécule polaire se trouve Il s'échauffe car il s'oriente (tourne) dans la direction du champ magnétique. L'électricité est convertie en énergie cinétique puis partiellement convertie en chaleur par la rotation de ce dipôle. L'alignement des dipôles sur un champ électrique est entravé par les forces d'interaction intermoléculaires (liaisons hydrogène et liaisons de van der Waals).

Cette force d'interaction correspond à la force de frottement interne s'opposant à la libre rotation des molécules, et le frottement produit est causé par : dégagement de chaleur. Dans le chauffage par micro-ondes, la source de chaleur est le volume à traiter lui-même, qui peut être décrit comme un transfert de chaleur de l'intérieur du récipient vers l'extérieur. Les parois extérieures du réacteur sont plus froides que le centre et inversement pour un chauffage conventionnel comme dans le cas des plaques chauffantes (Pangarkar, 2008 ; Ferhat et al, 2010).

En l'absence de solvants non polaires et de groupes polarisables, le chauffage est faible et seule l'absorption diélectrique se produit en raison de la polarisation atomique et électronique. Cet effet thermique est presque instantané au niveau moléculaire, mais est confiné à une région de faible profondeur près de la surface du matériau, le reste étant chauffé par conduction. Par conséquent, les grosses particules ou les agglomérats de petites particules ne peuvent pas être chauffés uniformément, ce qui est le principal inconvénient du chauffage par micro-ondes. Bien qu'il soit possible d'augmenter la profondeur de pénétration en utilisant des sources d'énergie élevées, le rayonnement micro-ondes décroît de façon exponentielle dans les solides absorbants (Pangarkar, 2008).

Cette technique présente les avantages suivants :

- Améliorations des produits existants.
- Augmente la pureté de l'extrait.
- Réduit la dégradation thermique.
- Réduire les coûts de processus.
- Extraction très rapide.
- Application extrêmement économe en énergie.

• Utilisation de très petites quantités de solvant (Benzeggouta, 2015). L'extraction assistée par micro-ondes a été utilisée par diverses méthodes (telles que par solvant, stripping à l'air, distillation d'hydrogène sous pression réduite sans solvant) pour extraire dive métabolites secondaires (Ferhat et al. Li et al, 2013 ; Leone et al. , 2014 ; Dahmoune et al., 2014 , 2015)

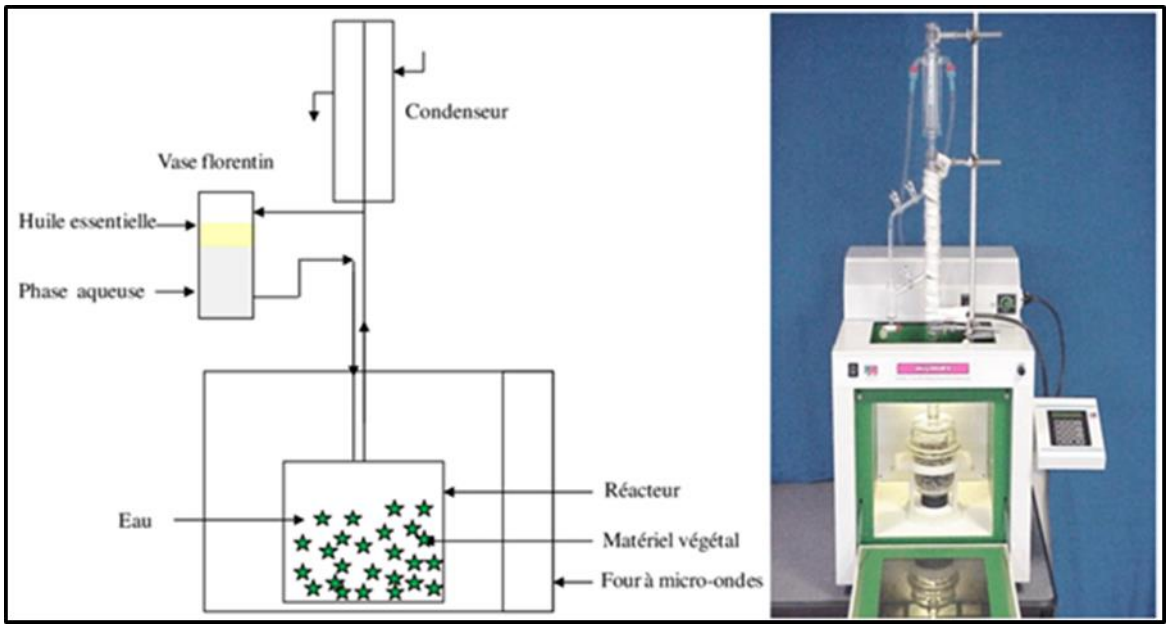


Figure (II .7) : Montage d'extraction assistée par micro-ondes

II.4.1.4.Extraction par ultrasons

La technique d'extraction par ultrasons est la plus couramment utilisée à l'échelle industrielle pour améliorer les phénomènes de transfert de masse. Des applications potentielles dans l'extraction des plantes et de leurs huiles (carvone, gingérol, huile d'amande, etc.), des protéines (soja), des polyphénols, des anthocyanes, des saponines de ginseng, des polysaccharides, de la pasteurisation, de la production laitière sont reconnues (Chemat et al, 2011 ; Adam et al, 2012 ; Goula, 2013 ; Both et al, 2014). Les avantages de cette technique sont (Handa, 2008 ; Penchev, 2010 ; Goula, 2013).

• Amélioration du rendement d'extraction.

• Améliorer les procédés d'extraction aqueuse lorsqu'aucun solvant n'est disponible. B. Concentrés de jus.

• Offre la possibilité d'utiliser des solvants alternatifs en améliorant les performances d'extraction.

• Augmentation de l'extraction des composés thermosensibles dans des conditions qui conduiraient à des rendements inférieurs ailleurs. Cette technologie permet l'utilisation d'une large gamme de solvants.

• Augmente la perméabilité de la paroi cellulaire et induit la cavitation



Figure(II.8) : Montage d'extraction par ultrasons

II.5. L'intérêt des polyphénols

II.5.1.Dans les végétaux

La production de polyphénols améliore considérablement la santé des plantes en présence de facteurs de stress abiotiques et biotiques. Les facteurs de stress abiotiques tels que la sécheresse, le rayonnement UV, les fluctuations de température, la salinité du sol et l'exposition aux métaux lourds peuvent réduire la croissance et le rendement des plantes en induisant une production accrue d'espèces végétales réactives à l'oxygène (ROS) **(**Stiler et al, 2021). Il peut conduire à des dihydrochalcones au goût sucré par transformation chimique (Bahorun, 1997). Ils sont allélopathiques, ils réduisent la concurrence des autres espèces végétales en inhibant leur germination (Buer et al, 2010).

II.5.2.Chez les humains

Les polyphénols jouent un rôle important dans la santé humaine, offrant plusieurs avantages potentiels dans la prévention et le traitement des maladies (Stiller et al, 2021).

II.6.Activité antioxydant

Le néflier contient des quantités importantes de métabolites végétaux secondaires dont des caroténoïdes, des flavonols, des anthocyanes et des procyanidines au cours de la progression de diverses pathologies (Gupta et al, 2010). Le néflier a d'autres propriétés biologiques telles que : baisse du cholestérol, Renforce les os.

Partie Expérimentale

Chapitre III : Matériels et Méthodes

Introduction

Ce travail, qui a été réalisé au niveau du laboratoire de chimie de faculté des sciences de l'université YAHIA Farés de Médéa.

Dans ce travail, nous étudions ce qui suit :

- L'extraction des extraits phénoliques à partir des feuilles de bibacier.
- Le changement de rendement des composés phénolique en fonction de temps.
- Quantification et l'étude cinétique des extraits phénoliques.
- Modélisation de la cinétique d'extraction des composés phénoliques.

III.1. Matériels et produits

Les matériels et les produits utilisés au cours de ce travail, sont regroupés dans le (Tableau (III.1))

Tableau (III.1) : Matériels et produits utilisé

Materials	Produits
- mortier - Balance -barreau magnétique - pipette gradue - micropipette - Agitateur magnétique - papier filtre - Centrifugeuse (Hettich zentrifugen) - rota-vapeur (Stuart) - chronométré - réfrigérateur - bécher - erlenmeyer - entonnoir - spatule, verre de montre. - éprouvette graduée - les tubes à essai - vortex - spectrophotomètre UV-visible (UVmini-1240, SHIMADZU)	- méthanol analytique - eau distillée - poudre de feuilles de bibacier - $NaNO_2$ (5%) - $AlCl_3$ (10 %) - NaoH (1M) - vanilline (4%) - l'acide chlorhydrique concentré (Hcl) - Folin-Ciocalteu - carbonate de sodium Na2CO3 (7, 5 %)

III.2. Préparation de matière végétale

III.2.1.Matériel végétale

Dans cette étude, le matériel végétale utilisé est les feuilles de bibacier a été récolté au moins janvier 2023 de la wilaya de Médéa. Par la suite la plante a été séchée à l'abri de la lumière. Après séchage, on broyé à l'aide d'un mortier pour obtenus une poudre fine. Puis le broyat obtenus a été conservé en flacon dans un endroit sec.



Figure (III.1) : la plante de bibacier

Pour préparer la matière initiale de l'extraction à partir des feuilles de bibacier de la wilaya de Média, nous suivons les étapes suivantes :

(a)



Figure (III.2) : les feuilles avant séchage

(b)



Figure (III.3) : les feuilles après séchage

©



Figure (III.4) : broyage des feuilles

(d)



Figure (III.5) : conservation de poudre

III.3.Préparation d'extrait

III.3.1.Extraction par macération solide/ liquide

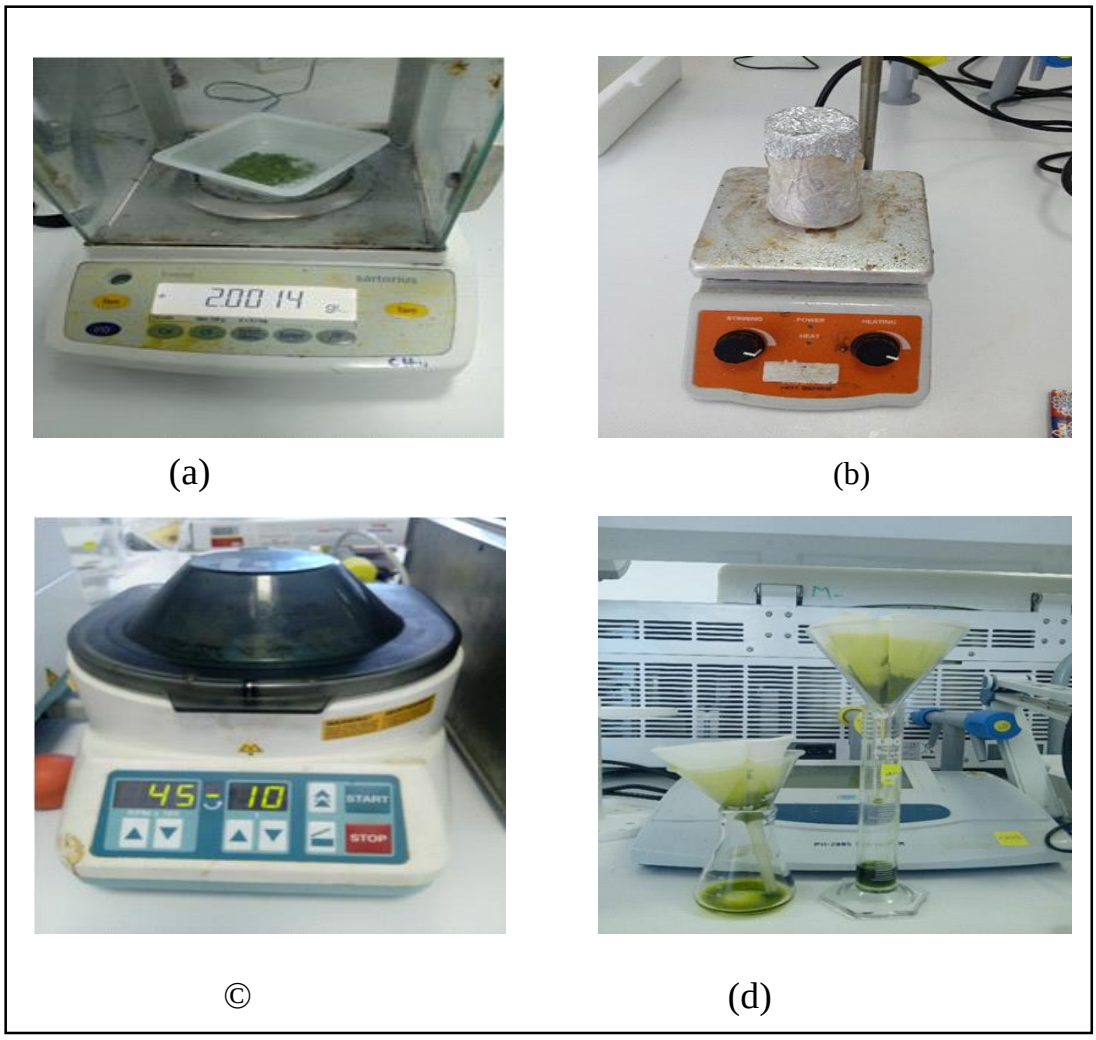
Pour faire l'extraction des composes phénoliques par macération, nous avons suivi les étapes ci-dessus :

a) Peser 2 gramme de poudre et mettre dans un erlenmeyer et Ajouter 10 ml de solvant (méthanol / eau) (75/25).

b) Faire une agitation de mélange à une température ambiante.

c) Puis, on fait la filtration de mélange par papier filtre numéro 1.

d) Enfin, le filtrat obtenu est centrifugé à une vitesse 4500 tr /min pendant 10 min.



Figure(III.6) : les étapes de l'extraction

III.3.2.Evaporation

Les solutions obtenues ont été évaporés à l'aide d'un rota-vapeur, pour éliminer le solvant sous vide. Selon le protocole suivant :

- Passer le ballon avant met la solution.
- Procéder jusqu'à disparition complet du solvant (T= 80°C).
- Attendre qu'il soit froid puis pesé le ballon après l'évaporation.
- Récupérer l'extrait par le solvant.



Figure (III.7) : l'évaporation

III.3.3.Le rendement globale

Le rendement est défini comme étant le rapport entre la masse d'extrait et celle de la plante sèche en poudre. Il est calculé par la formule suivante :

$$R(\%) = [(P_1 - P_2)/P_3]*100$$

P_1 : poids de ballon après évaporation

P_2 : poids de ballon avant évaporation

P_3 : poids de la matière végétale sèche

III. 4. Quantification de l'étude cinétique des composés phénoliques

III. 4.1.Etude cinétique de rendement globale

Nous avons réalisé une étude cinétique du rendement d'extraction pour différent temps, selon le tableau suivant :

Tableau (III.2) : les différents temps pour l'extraction

t(h)	0	1	2	3	4	5	6	9	12	15	18	21	24	27	30

III.4.2.Etude cinétique de dosage des polyphénols totaux

Nous avons mesuré la quantité des polyphénols totaux en diffèrent temps d'extraction. Selon le protocole suivant :

Dans des tubes à hémolyse en verre, un volume de 200 µl de chaque extrait a été ajouté, avec un mélange de 1 ml réactif Folin-Ciocalteu dilué 10 fois, et 800 µl d'une solution de carbonate de sodium à 7.5 %. Les tubes sont ajutés et conservés pendant 30 min. l'absorbance est lue à 765 nm.

On fait la courbe d'étalonnage d'acide gallique pour déterminé la concentration.

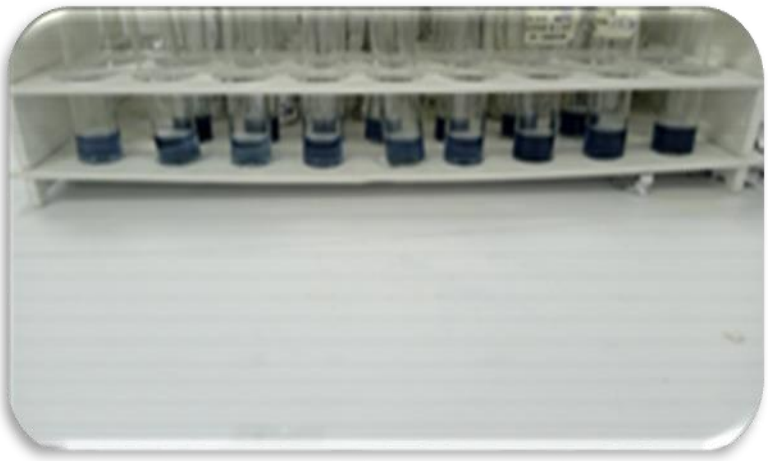


Figure (III.8) : les extraites des après la réaction de Folin-Ciocalteu.

III.4.3.Etude cinétique de dosage des flavonoïdes

Nous avons mesuré la quantité des flavonoïdes en diffèrent temps d'extraction. Selon le protocole suivant :

Dans un tube à hémolyse en verre, 400µl d'extrait, pour le témoin, on été ajoutés à 120µl de $NaNO_2$ à 5%. Après 5 min, 120µl d'$AlCl_3$ à 10 % on été additionnés, et le milieu est mélangé vigoureusement. Après 6 min, un volume de 800µl de NaOH à 1M a été ajouté au milieu. L'absorbance est lue immédiatement à 510 nm contre le témoin.

On fait la courbe d'étalonnage de quercitine pour déterminé la concentration.

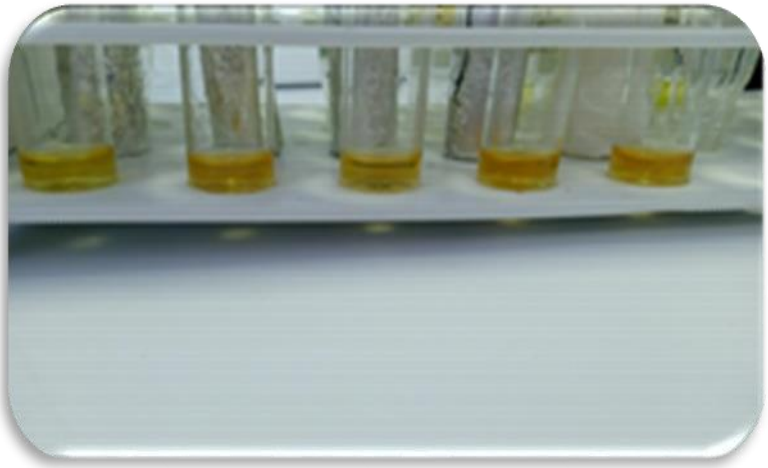


Figure (III.9) : les extraits après la réaction de chlorure d'aluminium

III.4.4.Etude cinétique de dosage des tanins

Nous avons mesuré la quantité des tanins en diffèrent temps d'extraction. Selon le protocole suivant :

Un volume de 50µl de chaque extrait a été ajouté à 1500µl de la solution vanilline/méthanol à 4%, puis la mélange vigoureusement. Ensuite, un volume de 750µl de l'acide chlorhydrique concentré (HCl) a été additionné. Le mélange obtenu est laissé réagir à température ambiant pendant 20 min. l'absorbance mesuré à 550 nm contre un blanc.

On fait la courbe d'étalonnage de catéchine pour déterminé la concentration.

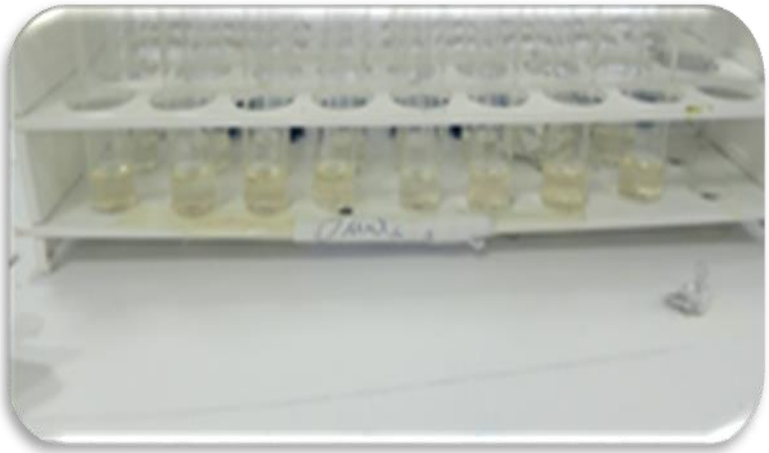


Figure (III.10) : les extraits après la réaction de vanilline

Conclusion

Le bibacier est une plante médicinale très utilises dans la population local, elle présent un grand effet pharmacologique pour traite beaucoup maladies de plusieurs méthodes pour l'usage traditionnel.

L'objectif de ce travail :

- L'étude cinétique des composés phénolique.
- Quantification de la cinétique des extraits et des composés phénoliques (PPT, FLAV, TAN).
- La modélisation cinétique des composés phénoliques et on veut déterminer le modèle cinétique pour cette méthodes d'extraction adéquat le type de ce détermination.

Notre travail, on suive les étapes suivantes :

- L'extraction des composés phénoliques à partir des feuilles de bibacier.
- Dosage des composés phénoliques.
- Modélisation cinétique des composés phénoliques.

D'après les résultats, nous avons constaté que l'extrait méthanoïque à donner un taux d'extraction de 17.4% de 24 heures, cela indique que les feuilles de bibacier riche des composés phénoliques (PPT, FALV, TAN).

D'après les résultats obtenus :

La quantification des PPT para pour la quantité sèche à augmente avec le temps, on obtient la valeur la plus élevée 58430 µg E AG/ MS à 18heures.

L'extraction de quantité des flavonoïdes est augmentée progressivement, telle que la valeur la plus élevée est 350.675µg EQ/ MS dans 21heures.

L'augmentation des tanins de 224.5µg EC/ MS à 24 heures.

D'après la modélisation, nous arrivons à l'extraction des composés phénolique suive le modèle de 2^{eme} ordre.

Conclusion

A travers les résultats précédant de modélisation, on observe que le rendement et les composés phénoliques correspondent le modèle cinétique de 2eme ordre. Alors que le rendement conforme au type 1, et le PPT, les flavonoïde et tanins correspondent le type 2

Référence bibliographique

-A-

Adam, F., Abert-Vian, M., Peltier, G., & Chemat, F. (2012). "Solvent-free" ultrasound-assisted extraction of lipids from fresh microalgae cells: a green, clean and scalable process. Bioresource technology, 114, 457-465.

Aguilera-Carbo, A., Augur, C., Prado-Barragan, L. A., Favela-Torres, E., & Aguilar, C. N. (2008). Microbial production of ellagic acid and biodegradation of ellagitannins. Applied microbiology and biotechnology, 78, 189-199.

Amina, M, Oumina, B. (2021). Etude phytochimique des extraits d'une plante médicinale : Eriobotrya japonica Lindel.

Andjelković, M., Van Camp, J., De Meulenaer, B., Depaemelaere, G., Socaciu, C., Verloo, M., & Verhe, R. (2006). Iron-chelation properties of phenolic acids bearing catechol and galloyl groups. Food chemistry, 98(1), 23-31.

-B-

Balasundram, N., Sundram, K., & Samman, S. (2006). Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses. Food chemistry, 99(1), 191-203.

BENYAHIA, A. (2014). Contribution à l'étude phytochimique et activités biologiques de deux plantes médicale Inula viscosa et Inula Montana (Doctoral dissertation).

Benzeggouta, N. (2015). Evaluation des effets biologiques des extraits aqueux de plantes médicinales seules et combinées.

Both, S., Chemat, F., & Strube, J. (2014). Extraction of polyphenols from black tea–conventional and ultrasound -assisted extraction. Ultrasonics sonochemistry, 21(3), 1030-1034.

Bouazza, M., Azerou, S., & Merzouk, H. E. (2017). Enrichissement d'un yaourt DANONE à la nèfle. 39.

Bouchouka, E. (2016). Extraction des polyphénols et étude des activités antioxydante et antibactérienne de quelques plantes Sahariennes. Badji Mokhtar Annaba University—Faculty of Sciences.p114.

Bruneton, J. (2008). Acides phénols. Pharmacognosie, phytochimie et plantes médicinales. Ed : Tec & Doc. Lavoisier, Paris, 198-260.

Bruneton J. (1999). Phytochimie. Plantes medicinales. Pharmacognosie. 3eme édition, Paris, France. Pp : 125165.

-C-

Celzard, A., Fierro, V., Amaral-Labat, G., Pizzi, A., & Torero, J. (2011). Flammability assessment of tannin-based cellular materials. Polymer Degradation and Stability, 96(4), 477-482.

Chemat, F., & Khan, M. K. (2011). Applications of ultrasound in food technology: processing, preservation and extraction. Ultrasonics sonochemistry, 18(4), 813-835.

Chouiteh Bochra, R. L. (2019). Etude de l'activité antifongique des extraits du pistachier lentisque Pistacia lentiscus L. Contre Botrytis cinerea (Doctoral dissertation).

Cook, N. C., & Samman, S. (1996). Flavonoids—chemistry, metabolism, cardioprotective effects, and dietary sources. The Journal of nutritional biochemistry, 7(2), 66-76.

Crozier, A., Clifford, M. N., & Ashihara, H. (Eds.). (2008). Plant secondary metabolites: occurrence, structure and role in the human diet. John Wiley & Sons.

-D-

Dahmoune F., Nayak B., Moussi K., Remini H. & Madani K., (2015), Optimization of Microwave-Assisted Extraction of Polyphones from Myrtus communis L. leaves, Food Chemistry 166, 585-595.

Derbel, S., & Ghedira, K. (2005). Phytonutriments and their impact on health. Phytothérapie, 3, 28-34.

DÖNMEZ, A. A. (2004). The genus Crataegus L.(Rosaceae) with special reference to hybridisation and biodiversity in Turkey. Turkish Journal of Botany, 28(1), 29-37.

-E-

El Gharras, H. (2009). Polyphenols: food sources, properties and applications–a review. International journal of food science & technology, 44(12), 2512-2518.

Evreinoff, V.A, (1947), la terre ENCYCLOPEDIE PAYSANNE, les arbrisseaux à fruits le figuier, le noisetier, le grenadine, le jujubier, le goumi de japon, le bibacier ou néflier du japon, p 115.

-F-

Ferhat, M. A., Meklati, B. Y., & Chemat, F. (2010). Citrus d'Algérie : les huiles essentielles et leurs procédés d'extraction. OPU, (5130).

-G-

Goula, A. M. (2013). Ultrasound-assisted extraction of pomegranate seed oil–Kinetic modeling. Journal of Food Engineering, 117(4), 492-498.

Greichi, A. (2015). Etude de l'effet antibactérien des extraits du d'Eriobotrya japonica (Doctoral dissertation).

-H-

Halliwell, B. (2006). Polyphenols: antioxidant treats for healthy living or covert toxins. J. Food Agric, 86: 1992-1995.

Hamidi, I.,Hadjadj, K.(2022). Optimisation de méthode d'extraction des polyphénols par des feuilles des bibacier.

Handa, S. S. (2008). An overview of extraction techniques for medicinal and aromatic plants. Extraction technologies for medicinal and aromatic plants, 1(1), 21-40.

He, Z., Xia, W., & Chen, J. (2008). Isolation and structure elucidation of phenolic compounds in Chinese olive (Canarium album L.) fruit. European Food Research and Technology, 226, 1191-1196.

Heim, K. E., Tagliaferro, A. R., & Bobilya, D. J. (2002). Flavonoid antioxidants: chemistry, metabolism and structure-activity relationships. The Journal of nutritional biochemistry, 13(10), 572-584.

Hurabielle, M., & Paris, M. (1981). Abrégé de matière médicale, pharmacognosie. Masson. 210-215.

-I-

James B.muPpsl Augst22,(1988). Achecklist of the subfamily Maloideae (Rosaceae).

-K-

Kermia H, Mokdad M, Ould Amer A., (2020), Contrubition à une enquête ethnobotanique sur les plantes médicinales utilisée dans la wilaya de bouira.

-L-

Laouini, S. E. (2014). Etude phytochimique et activité biologique d'extrait de des feuilles de Phoenix dactylifera L dans la région du Sud d'Algérie (la région d'Oued Souf) (Doctoral dissertation, Université Mohamed Khider Biskra).

Leone, A., Tamborrino, A., Romaniello, R., Zagaria, R., & Sabella, E. (2014). Specification and implementation of a continuous microwave-assisted system for paste malaxation in an olive oil extraction plant. Biosystems engineering, 125, 24-35.

Li, Y., Fabiano-Tixier, A. S., Vian, M. A., & Chemat, F. (2013). Solvent-free microwave extraction of bioactive compounds provides a tool for green analytical chemistry. TrAC Trends in Analytical Chemistry, 47, 1-11.

Liu, Y., Zhang, W., Xu, C., & Li, X. (2016). Biological activities of extracts from loquat (Eriobotrya japonica Lindl.): a review. International Journal of Molecular Sciences, 17(12), 1983.

-M-

Macheix, J. J., Fleuriet, A., & Jay-Allemand, C. (2005). Les composés phénoliques des végétaux : un exemple de métabolites secondaires d'importance économique. PPUR presses polytechniques.

Mattila, P., & Hellström, J. (2007). Phenolic acids in potatoes, vegetables, and some of their products. Journal of Food Composition and Analysis, 20(3-4), 152-160.

Medicinales Connues Comme Aliments. Mémoire de Magister. Universite Mentouri Constantine. 156p.

Mohamed Golam Rasul, Conventional Extraction Methods Use in Medicinal Plants, their Advantages and Disadvantages, volume_2 Issuse_6, pagénation (3).

Monpon, B., Lemair, B., Mengal, P., & Surbled, M. (1996). Extracyion des polyphénols : de laboratoire à la production industrielle. In «polyphénols 96». Ed. Inra Bordeaux France.

-N-

Nkhili, E. Z. (2009, January). Polyphénols de l'alimentation : extraction, interactions avec les ions du fer et du cuivre, oxydation et pouvoir antioxydant. Avignon. Université de CADI AYYAD - MARRAKECH.

-P-

Pangarkar, V. G. (2008). 8 Microdistillation, Thermomicrodistillation and Molecular Distillation Techniques. Extraction technologies for medicinal and aromatic plants, 129.

Penchev, P. I. (2010). Étude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions (Doctoral dissertation).

Phipps, J. B., Robertson, K. R., Smith, P. G., & Rohrer, J. R. (1990). A checklist of the subfamily Maloideae (Rosaceae). Canadian journal of botany, 68(10), 2209-2269.

-Q-

Quideau, S., Deffieux, D., Douat-Casassus, C., & Pouységu, L. (2011). Plant polyphenols: chemical properties, biological activities, and synthesis. Angewandte Chemie International Edition, 50(3), 586-621.

-R-

Richter, G. (1993). Les composés phénoliques métabolisme des végétaux (physiologie et biochimie). Editions Dunod, 331-9.

-S-

Sarni-Manchad, P., & Cheynier, V. (2006). Les polyphénols en agroalimentaire, Éd Tec & Doc. Coll. Sci. & Techn. Agroaliment., Lavoisier, Paris. Pp : 02-11.

Škerget, M., Kotnik, P., Hadolin, M., Hraš, A. R., Simonič, M., & Knez, Ž. (2005). Phenols, proanthocyanidins, flavones and flavonols in some plant materials and their antioxidant activities. Food chemistry, 89(2), 191-198.

Stiller, A., Garrison, K., Gurdyumov, K., Kenner, J., Yasmin, F., Yates, P., & Song, B. H. (2021). From fighting critters to saving lives: Polyphenols in plant defense and human health. International journal of molecular sciences, 22(16), 8995.

Référence des sites

www.tela-botanique.org.

http://www.hec.ca/cam/rubriques/modelisation_mathematique.pdf.

(http:// dietetiquetuina. fr/8979/feuille-néflier-du japon-pi-pa-ye/).