

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET
DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE SALAH BOUBNIDER CONSTANTINE 3



FACULTE DE GENIE DES PROCÉDES

DEPARTEMENT GENIE PHARMACEUTIQUE

N° d'ordre :

Série :

Mémoire de Master

Filière : **Génie des procédés**

Spécialité : **Génie pharmaceutique**

Extraction d'une huile à vertus médicinales par
Ultrasons et par CO_2 supercritique et évaluation des
activités biologiques

Dirigé par: Dr. **HALOUI Ismahene**

Grade : MCB

Présenté par :

BOURAYOU Ghada

MESKALDJI Hiba

BENLOUAD Roumaïssa

Année Universitaire 2020/2021.

Session : juin

Table des matières

Introduction générale	11
<i>Chapitre I : Généralités et données bibliographiques.....</i>	
I.1. Présentation botanique et géographique de la plante	13
I.1.1. Description botanique.....	14
I.1.2. intérêt pharmacologique, nutritionnel et commerciale de la plante	14
I.1.2.1. Sur le plan nutritionnel.....	14
I.1.2.2. Sur le plan pharmacologique	15
I.1.2.3. Sur le plan commercial.....	15
I.2. Les huiles naturelles.....	15
I.2.1. Les huiles végétales.....	16
I.2.1.1. Intérêt des huiles végétales.....	17
I.2.1.1.1. Intérêts cosmétologique.....	16
I.2.1.1.2. Intérêts pharmacologique.....	16
I.2.1.1.3. Intérêts nutritionnel.....	17
I.2.1.1.4. intérêts commerciale.....	18
I.3 Techniques d'extractions.....	19
I.3.1. Les méthodes conventionnelles.....	19
I.3.1.1. L'hydro distillation.....	19
I.3.1.2. La distillation sèche.....	20
I.3.1.3. Extraction par solvant volatil.....	20
I.3.2. Techniques d'extraction innovantes.....	21
I.3.2.1. Techniques headspace.....	21
I.3.2.2. Extraction par fluide supercritique (EFS).....	21
I.3.2.3. L'extraction par ultrasons.....	22
I.4. Activités biologique.....	23

I.5.Mise en évidence de l'activité antiradicalaire.....	23
I.5.1.Activité anti radicalaire au DPPH•.....	23
I.5.2.Activité du piégeage du cation radical ABTS•+.....	24
I.5.3.Activité du pouvoir réducteur (FRAP).....	25
I.6.activité enzymatique.....	26
I.6.1. évaluation de l'activité anti diabétique par alpha amylase.....	26
I.7.controle qualité de l'huile.....	27
I.7.1. l'indice de peroxyde.....	27
I.7.2. Indice d'acidité.....	28
I.7.3.Extinction dans l'Ultraviolet.....	29

Chapitre II : Matériels et méthodes.....

II.1. Introduction	30
II.2 Matériaux et Méthodes.....	31
II.2.1 Matières végétales.....	31
II.2.2 Traitement de la matrice solide.....	32
II.2.2.1. Broyage et granulométrie.....	32
II.2.2.2. Teneur en eau (T_H)	33
II.2.2.3. Stockage et conservation.....	33
II.3 Dispositif expérimental.....	33
II.3.1. Extraction par Ultrasons	33
II.3.1.1. Principe de l'extraction par sonificateur.....	33
II.3.1.2. Description et mise en fonctionnement de l'équipement	35
II.3.1.2.1. Description de l'équipement.....	35
II.3.1.2.2 Mise en fonctionnement de l'équipement	35
II.3.1.3. Développement et suivi expérimental.....	36
II.3.1.3.1 Domaine d'étude.....	37

II.3.1.4 Analyse statistique.....	38
II.3.2. Extraction par CO2 supercritique	38
II.3.2.1. Principe de l'extraction par CO2 supercritique	38
II.3.2.2. Choix des conditions opératoires	38
II.3.2.3. Description et mise en opération de l'installation	39
II.3.2.3.1. Description de l'installation.....	39
II.3.2.3.2 Principe et mise en fonctionnement.....	41
II.3.2.3.3 Développement et suivi expérimental.....	41
II.4. Calcul du rendement d'extraction	42
II.5. contrôle qualité de l'huile de Chia.....	42
II.5.1. Le taux d'acidité.....	42
II.5.2. L'indice de peroxyde.....	43
II.5.3. l'absorbance spécifique dans l'ultraviolet.....	44
II.6. Activité antioxydante.....	44
II.6.1. Activité antiradicalaire au DPPH.....	44
II.6.2. Activité du piégeage du cation radical ABTS+.....	45
II.6.3. Activité de réduction du complexe cuivre-néocuproïne (CUPRAC).....	45
II.6.4. Activité du pouvoir réducteur (FRAP).....	45
II.7. Activité enzymatique	46
II.7.1. Evaluation de l'activité antidiabétique.....	46
II.7.1. 1. Inhibition de l'alpha-amylase.....	46
Chapitre III : Résultats et discussions	
III.1. Introduction.....	48
III.2. Modélisation et optimisation du procédé d'extraction de l'huile de Chia par Ultrasons...	48
III.2.1. Plans box-behnken a quatre facteurs.....	48
III.2.2. Test de signification des effets	53

III.2.3. Analyse de la variance.....	54
III.2.4. surface de réponse.....	55
III.2.5 Optimisation de la réponse.....	56
III.3. Procède d'extraction de l'huile de Chia par CO2 Supercritique.....	57
III.3.1. Etude de la cinétique d'extraction.....	60
III.4. Contrôle qualité	65
III.4.1. Classification des l'huiles.....	65
III.5 activités biologique des extraits	67
III.5.1 Mesure du pouvoir antioxydant des huiles essentielles extraites	67
III.5.1.1. Activité du piégeage du cation radical ABTS+.	67
III.5.2. Activité antiradicalaire au DPPH.....	69
III.5.3. Activité de réduction du complexe cuivre-néocuproïne (CUPRAC)...	71
III.5.4 Activité du pouvoir réducteur (FRAP)	74
III.5.2. Activité antidiabétique.....	77
III.5.2.1. Inhibition de l'alpha amylase	77
Conclusion générale	83

Résumé

De nos jours, la demande massive des produits biologiques oblige les industries de différentes filières à faire recourir aux différentes méthodes d'extraction. L'extraction par CO₂ supercritique et par ultrasons représentent des techniques innovantes les plus communes. Les grains de chia ont eu un succès important dans leur utilisation, grâce à ces diverses activités biologiques. Ce travail concerne l'extraction de l'huile végétale par ses deux techniques.

L'objectif de ce travail est d'étudier l'efficacité des différentes méthodes d'extraction en termes d'évaluation du rendement et d'activité. Cependant, l'estimation de l'activité biologique est en relation directe avec le type d'extraction utilisé, qui peut sélectionner ou pas un ou plusieurs types de molécules responsables de l'activité biologique, et donc le résultat obtenu est corrélé directement à la technique utilisée. Par conséquent, les huiles obtenues par ultrasons sont plus riches en antioxydants que les huiles obtenues par CO₂ supercritique, et cela s'explique de par la nature apolaire du CO₂ supercritique qui a tendance à solubiliser les composés de même nature. Contrairement au solvant eau/éthanol utilisé dans la méthode par ultrasons qui a tendance à extraire les composés polaires et hydrophiles tels que les antioxydants.

L'huile présente aussi une forte activité antidiabétique qui s'est avérée 21 fois plus significative que celle du standard.

L'optimisation de l'extraction par ultrasons nous a donné un coefficient de corrélation $R^2 = 81,10\%$ obtenu pour une amplitude de 70%, une pulsation de 53.7374, et un temps de 29.3939 min et un pourcentage d'éthanol de 50%, nous permettant d'affirmer que le modèle obtenu est très satisfaisant et traduit bien les résultats obtenus expérimentalement.

L'étude de l'influence des conditions opératoires de la cinétique d'extraction et l'estimation de la solubilité de l'huile dans le CO₂ supercritique a montré qu'une combinaison d'une température de 75° et une pression de 300 bar montre le meilleur rendement obtenu, que l'effet de la pression est le plus significatif par rapport à la température.

Notant que l'extraction par fluide supercritique est généralement la plus adéquate tant qu'elle n'utilise pas de solvant organique et donne un extrait assez pur, cependant c'est relié à l'objectif et au type de nature d'utilisation de l'huile extraite.

Mot clés : extraction, supercritique, CO₂, chia, ultrason, activité antioxydante, antidiabétique, optimisation