

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEURE
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE SALAH BOUBNIDER, CONSTANTINE 3



FACULTE DE GENIE DES PROCEDES
DEPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE

N° d'ordre :

Série :

Mémoire de Master

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique

Intitulé

**ETUDE COMPARATIVE DES PROCEDES D'EXTRACTION DE
L'HUILE DE GRAINES D'ANIS (*Pimpinella anisum*):
EXPERIMENTALE ET MODELISATION**

Dirigé par:

Dr. LARKECHE Ouassila

Présenté par :

TIOUNA Nesrine

ZAID Aicha

Année Universitaire: 2019/2020

SOMMAIRE

REMERCIEMENTS

DEDICACES

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES FIGURES

NOMENCLATURE

INTRODUCTION GENERALE..... 1

CHAPITRE I

EXTRACTION DES HUILES A PARTIR DES SUBSTANCES NATURELLES

| | |
|--|----|
| 1.1 Introduction..... | 3 |
| 1.2 Techniques d'extraction..... | 3 |
| 1.2.1 Techniques d'extraction conventionnelles..... | 3 |
| 1.2.1.a Hydro distillation..... | 3 |
| 1.2.1.b Entraînement à la vapeur d'eau..... | 4 |
| 1.2.1.c Extraction par soxhlet..... | 5 |
| 1.2.1.d Expression à froid..... | 6 |
| 1.2.2 Techniques innovantes..... | 6 |
| 1.2.2.a Extraction assistée par ultrasons..... | 6 |
| 1.2.2.b Extraction assisté par micro-ondes..... | 7 |
| 1.2.2.c Extraction par CO ₂ supercritique..... | 8 |
| 1.3 Les huiles essentielles..... | 8 |
| 1.3.1 Définition..... | 8 |
| 1.3.2 Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles..... | 8 |
| 1.3.3 Conservation des huiles essentielles..... | 9 |
| 1.3.4 Domaines d'utilisations des huiles essentielles..... | 9 |
| 1.3.5 Toxicité des huiles essentielles..... | 10 |
| 1.3.6 Comparaison entre une huile essentielle et une huile végétale..... | 10 |

CHAPITRE II

EXTRACTION DE L'HUILE D'ANIS VERT (*Pimpinella. Anisum*)

| | |
|---|----|
| 2.1 Introduction..... | 11 |
| 2.2 Extraction supercritique de l'huile des graines d'anis..... | 11 |
| 2.3 Extraction de l'huile essentielle de graines d'anis par hydro distillation..... | 11 |
| 2.4 Extraction des fractions lipidiques de graines d'anis par différentes méthodes..... | 12 |
| 2.5 Extraction supercritique des graines d'anis vert, et comparaison à l'hydrodistillation. | 12 |
| 2.6 Extraction par des nouveaux solvants de l'anéthol à partir des graines d'anis..... | 13 |
| 2.7. Conditions opératoires adoptées pour l'extraction de l'huile de grains d'anis..... | 13 |

CHAPITRE III

MATERIELS ET METHODES

| | |
|---|----|
| 3.1 Introduction..... | 16 |
| 3.2 Matière végétale..... | 16 |
| 3.2.1 Présentation de l'Anis vert..... | 16 |
| 3.2.2 Description botanique | 17 |
| 3.2.3 Classification..... | 17 |
| 3.2.4 Utilisations..... | 18 |
| 3.2.5 Préparation de la matière végétale..... | 18 |
| 3.2.6 Mesure de taux d'humidité..... | 20 |
| 3.3 Méthodes d'extraction..... | 21 |
| 3.3.1 Extraction par hydrodistillation..... | 21 |
| 3.3.2 Extraction par Soxhlet..... | 22 |
| 3.3.3 Extraction supercritique..... | 24 |
| 3.4 Prétraitement par micro-ondes..... | 25 |
| 3.5 Rendement d'extraction..... | 26 |
| 3.6 Analyse physicochimique des huiles extraites..... | 26 |
| 3.6.1 Détermination de la densité..... | 26 |
| 3.6.2 Mesure de l'indice de réfraction..... | 27 |
| 3.6.3 Mesure du <i>pH</i> | 27 |
| 3.7 Modélisation des cinétiques d'extraction..... | 28 |
| 3.7.1 Cinétique d'extraction par HD..... | 28 |

Sommaire

| | |
|--|----|
| 3.7.2 Cinétique d'extraction par CO ₂ SC..... | 30 |
| 3.7.3 Calcul de la déviation relative absolue moyenne..... | 31 |

CHAPITRE IV RESULTATS ET DISCUSSION

| | |
|--|-----------|
| 4.1 Introduction..... | 32 |
| 4.2 Analyse granulométrique..... | 32 |
| 4.3 Résultat d'extraction de l'huile de graines d'anis vert..... | 37 |
| 4.3.1 Résultats d'extraction par hydro distillation..... | 37 |
| 4.3.2 Résultats d'extraction par CO ₂ supercritique..... | 39 |
| 4.3.3 Résultats d'extraction par soxhlet..... | 42 |
| 4.4 Résultats d'analyse physicochimiques des huiles de graines d'anis..... | 43 |
| 4.4.1 Caractéristiques organoleptiques..... | 43 |
| 4.4.2 Caractéristiques physico-chimiques..... | 44 |
| 4.5 Comparaison des résultats obtenus par différents procédés..... | 45 |
| 4.6 Résultats de modélisation des cinétiques d'extraction..... | 46 |
| CONCLUSION GENERALE..... | 57 |
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES..... | 59 |
| ANNEXES..... | 64 |

RESUME

Dans ce travail, on a présenté une étude comparative sur les procédés d'extraction de l'huile de graines d'anis vert, par les trois techniques d'extraction : hydro distillation, soxhlet, et CO₂ supercritique. Le but essentiel consiste à investiguer expérimentalement, l'effet de certaines conditions opératoires sur le rendement d'extraction, notamment le diamètre de particules. Les résultats obtenus ont permis d'enregistrer des valeurs de rendements (0.65-3.18)% pour l'hydrodistillation ; (0.33-14.28)% ;soxhlet et (1.46-19.28)% pour le CO₂ supercritique, la diminution de la taille de particules a montré un effet positif sur le rendement d'extraction pour les trois techniques manipulées, et la méthode d'extraction a indiqué un effet considérable sur l'aspect quantitatif des huiles extraites, car l'extraction par CO₂ supercritique est le procédé optimal en termes de rendement en huile extraite. Par ailleurs, et sur le plan qualitatif, la détermination de certaines mesures sur les huiles extraites a montré une influence remarquable de la technique d'extraction sur les propriétés organoleptiques contrairement aux propriétés physicochimiques, où la méthode d'extraction n'a donné aucun effet significatif. L'application de quelques modèles rapportés dans littérature a permis d'ajuster les cinétiques d'extraction par hydrodistillation, et par CO₂ supercritique, à l'aide du logiciel graphique « Originepro2019 ».

Mots clés : procédés d'extraction, anis vert, hydrodistillation, soxhlet, CO₂ supercritique.

ملخص

في هذا العمل، قدمنا دراسة مقارنة حول عمليات استخلاص زيت بذور اليانسون الأخضر، من خلال تقنيات الاستخراج الثلاثة: التقطير المائي، سوكليت، وثاني أكسيد الكربون فوق الحرج. الهدف الرئيسي هو التحقيق التجريبي في تأثير ظروف تشغيل معينة على مردود الاستخراج، ولا سيما أبعاد حبيبات البذور. أظهرت النتائج المتحصل عليها تسجيل قيم للمردود تتراوح ما بين (0.65-3.18) % للتقطير المائي؛ و (0.33-14.28) % لسوكليت و (1.46-19.28) % لثاني أكسيد الكربون فوق الحرج، حيث أظهر انخفاض حجم البذور تأثيرًا إيجابيًا على إنتاجية الاستخلاص للتقنيات الثلاثة التي تم التعامل معها، وأظهرت طريقة الاستخراج تأثيرًا كبيرًا على الجانب الكمي للزيوت المستخرجة، وسجلت أكبر قيمة من حيث إنتاجية الزيت المستخرج بواسطة عملية ثاني أكسيد الكربون فوق الحرج. علاوة على ذلك، ومن الناحية النوعية، أظهر تحديد بعض القياسات على الزيوت المستخرجة تأثيرًا ملحوظًا لتقنية الاستخلاص على الخواص الحسية على عكس الخواص الفيزيائية والكيميائية، حيث لم يكن لطريقة الاستخلاص تأثير كبير. من جهة أخرى أتاح تطبيق بعض النماذج المذكورة في العديد من المراجع بنمذجة حركيات الاستخراج عن طريق التقطير المائي، وبواسطة ثاني أكسيد الكربون فوق الحرج، باستخدام برنامج الرسومات البيانية "أوريجين".

الكلمات المفتاحية : عمليات الإستخلاص، اليانسون الأخضر، التقطير المائي، سوكليت، ثاني أكسيد الكربون فوق الحرج.
