

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

**OPTIMISATION DE L'EXTRACTION DE L'HUILE ESSENTIEL DE
THYMUS VULGAIRE PAR HYDRO-DISTILLATION ASSISTEE PAR
MICRO-ONDES**

Encadré par :

KHANFRI Nassima

Grade : Maitre-Assistant Classe A

Présenté par:

- **BOUSSAID Soumaya**

- **DALI Radja**

Année Universitaire 2017/2018.

Session : (juin)

Liste des tableaux

Tableau I.1.1. Recensement des plantes soumises à une extraction des huiles essentielles par L'hydrodistillation assistée par micro-ondes (MAHD)	13
Tableau I.2.1 : la composition chimique de l'Huile Essentielle du thymus vulgaris avec teneur.....	23
Tableau II.1 : Résultats des Rendements.....	34
Tableau II.2 : domaine d'étude du Plan Factoriel.....	37
Tableau II.3 : Matrice d'expérience du plan factoriel.....	37
Tableau II.4 : Table ANOVA.....	38
Tableau II.5 : Domaine d'étude du plan de surfaces de réponses central composite.....	39
Tableau II.6 : Matrice d'expérience du plan central composite à 3 facteurs.....	39
Tableau II.7 : les quantités des constituants de la pâte à base d'HE de <i>Thymus vulgaris</i> et le placebo.....	44
Tableau II.8 : Échelle d'estimation de l'activité antimicrobienne.....	46
Tableau II.9 : souches microbiennes testées.....	49
Tableau III.1 : le Rendement d'extraction des différents diamètres.....	52
Tableau III.2 : Les valeurs des rendements de l'extraction d'huile essentielle de <i>thymus vulgaris</i>	53
Tableau III.3 : Résultats des rendements en fonction de la masse.....	55
Tableau III.4 : La matrice d'expérience du plan factoriel (valeurs naturelles).....	57
Tableau III.5 : La matrice d'expérience du plan factoriel (valeurs codées).....	58
Tableau III.6 : Table d'ANOVA du plan factoriel.....	59
Tableau III.7 : La matrice d'expérience du plan central composite.....	60
Tableau III.8 : Table d'ANOVA du plan central composite.....	62
Tableau III.9 : Conditions opératoires optimales.....	63
Tableau III.10 : Caractères organoleptiques de l'huile essentielle de <i>thymus vulagris</i>	63
Tableau III.11 : Paramètres physico-chimiques d'huile essentielle de <i>thymus vulagris</i>	63
Tableau III.12 : Les paramétrés galéniques des pâtes formulées.....	64
Tableau III.13 : pH des préparations à base d'HE de thym vulgaire.....	6

Tableau III.14 : les valeurs des diamètres moyens de la zone inhibitrice, le % d'inhibition et l'évaluation de l'activité antimicrobienne d'HE, vis-à-vis aux bactéries et au champignon utilisés.....	66
Tableau III.15 : les valeurs des diamètres moyens de la zone inhibitrice, le % d'inhibition et l'évaluation de l'activité antimicrobienne de la pâte antifongique préparée, vis-à-vis aux bactéries et au champignon utilisés.....	67
Tableau III .16 : les valeurs des diamètres moyens de la zone inhibitrice, le % d'inhibition et l'évaluation de l'activité antimicrobienne du Placebo, vis-à-vis aux bactéries et au champignon utilisés.....	67
Tableau III.17: l'évaluation de l'activité antimicrobienne de l'HE du <i>thymus vulgaris</i> en fonction de différentes dilutions effectuées.....	61
Tableau III.18: l'intervalle de concentration minimales inhibitrices (CMI) et concentrations minimales fongicides (CMF) de l'HE du <i>thymus vulgaris</i>	69
Tableau III .19 : l'intervalle de concentration minimales inhibitrices (CMI) et concentrations minimales bactéricides (CMB) de l'HE du <i>thymus vulgaris</i>	70

Liste des figures

Figure I.1. Distribution des dipôles sous l'effet dans un champ électrique. a: absence de champ électrique, b: sous champ électrique continu, c: sous champ électrique alternatif.....	6
Figure I.2. Transfert de chaleur sous chauffage classique et sous chauffage par micro-onde...	9
Figure I.3. Entraînement à l'air assisté par micro-ondes (CAMD).....	10
Figure I.4. Hydrodistillation par micro-ondes sous vide pulsé (VMHD).....	11
Figure I.5. Extraction sans solvant assistée par micro-ondes (SFME).....	11
Figure I.6. Hydrodistillation assistée par micro-ondes (MAHD).....	12
Figure I.7 : prototype de l'extraction par hydrodistillation assisté par microonde à l'échelle de laboratoire	13
Figure I.8 : Installation à micro-ondes, VHM Hephaistos-technologie de micro-ondes brevetée .échelle industrielle	14
Figure I.9: Sécheur micro-ondes pour produits pharmaceutiques. Échelle industrielle	14
Figure I.10: Avantages et inconvénients des différents procédés d'extraction conventionnels et innovants.....	16
Figure I.11 : tiges du <i>thymus vulgaris</i> séché	19
Figure I.12 : feuilles du <i>thymus vulgaris</i> séché	19
Figure I.13 : fleurs du <i>thymus vulgaris</i> séché	20
Figure II.1 : Les différentes parties de la plante.....	29
Figure II.2 : Moulin électrique.....	30
Figure II.3 : La poudre obtenue	30
Figure II.4 : Tamiseur Retsch.....	30
Figure II.5 : Dispositif de l'extraction par hydrodistillation assisté par microonde.....	31
Figure II.6 : Réacteur.....	32
Figure II.7 : Système de refroidissement	32
Figure II.8 : Décantation et Récupération de l'HE	32
Figure II.9 : Protocole d'essais pour déterminer le Rendement.....	33
Figure II.10 : HE dégradée à 900w.....	35

Figure II.11: Schéma du plan central composite(les points factoriels sont en noir, les points en étoile sont en gris clair, les points centraux sont en blanc).....	36
Figure II.12 : Refractomètre digitale.....	40
Figure II.13 : papier PH.....	40
Figure II.14 : Les symptômes de la mycose du pied.....	42
Figure II.15 : Huile essentielle du <i>thymus vulgaris</i> extraite.....	43
Figure II.16 : La constitution de la pâte.....	43
Figure II.17 : les étapes de préparation de la pâte	45
Figure II.18: Le milieu Muller-Hinton.....	47
Figure II.19 : Le milieu Saburraux.....	47
Figure II.20 : Produits et matériels utilisés pour l'étude microbiologie.....	48
Figure III.1 : histogramme des rendements d'HE.....	52
Figure III.2 : Variations du rendement en HE en fonction du temps (Cinétique d'extraction de <i>thymus vulgaris</i>).....	54
Figure III. 3 : Histogramme du rendement en fonction de la quantité.....	55
Figure III.4: Influence de la puissance des micro-ondes sur la cinétique d'extraction de l'HE du <i>thymus vulgaris</i>	56
Figure III.5 : Graphique des effets principaux (les 03 facteurs : P, Q et t).....	58
Figure III.6 : Graphique des interactions.....	59
Figure III.9 : Graphe du contour	61
Figure III .10: Graphe de surface.....	62
Figure III.11: Graphes d'optimisation.....	62
Figure III.12 : la pâte antifongique préparée.....	64
Figure III.13 : pH de la pâte d'HE.....	65
Figure III.14: pH du placebo.....	65
Figure III.15 : Étude qualitative d'HE, la pâte antifongique et le Placebo sur le champignon <i>Candida Albicans</i>	65
Figure III.16 : Étude qualitative d'HE, la pâte antifongique et le Placebo sur la bactérie <i>Escherichia coli</i>	66
Figure III.17 : Étude qualitative d'HE, la pâte antifongique et le Placebo sur la bactérie <i>Staphylococcus aureus</i>	66
Figure III.18: Aromatogramme de l'HE du <i>thymus vulgaris</i> vis-à-vis au champignon.....	69

Figure III.19 : Aromatogramme de l'HE du <i>thymus vulgaris</i> vis-à-vis au <i>Staphylococcus aureus</i>	69
Figure III.20 : Aromatogramme de l'HE du <i>thymus vulgaris</i> vis-à-vis au <i>Escherichia coli</i> ...	70

ملخص:

هذه الدراسة تمحورت حول تحديد الشروط المثلى لاستخراج الزيوت الأساسية من خلال عملية تقطير الزعتر الجبلي باستعمال جهاز الميكروبيف ، و لهذا الغرض استعملنا طريقتين : تحسين بوضع شروط محددة ؛ و تحسين عن طريق التجريب (المخطط التجريبي المتبع و المخطط المركب المركزي). اخترنا ثلاثة عوامل و المتمثلة في : كتلة الزعتر المدروس؛ زمن التقطير؛ طاقة الميكروبيف .

المردود الأمثل المحصل عليه بطريقة الشروط المحددة يساوي %0.6077 في مدة زمنية تقدر بـ 30 دقيقة؛ الطاقة 500 واط وكتلة المادة العضوية مساوية لـ 44 غ ، مقارنة مع المردود المحصل عليه بالتحسين عن طريق المخطط المركب المركزي و الذي يساوي %0.4776 في مدة زمنية 30 دقيقة؛ الطاقة 500 واط وكتلة المادة العضوية مساوية لـ 44 غ.

تحديد ماهية الزيت المقطر كانت بمعالجة الخصائص الحسية بالرائحة ، اللون ، النكهة والمظهر ، والفيزيوكيميائي بواسطة معامل الانكسار I_R ، مؤشر الحموضة I_A ، مؤشر الاسترة I_E ، مؤشر التصيبين I_S و معدل الحموضة pH والتي تلائم القيم المنصوص عليها في المرجع أفنور.

مجموعة النتائج الميكروبيولوجية للزيت الأساسي و العجينة المضادة للفطريات لزيت الزعتر تظهر جلياً أن كل المواد المدروسة تملك نشاطاً مهماً مضاداً للبكتيريا و مضاداً للفطريات.

الكلمات المفتاحية: التقطير بمساعدة الميكروبيف ، الزعتر الجبلي ، المخطط الكامل، المخطط المركب المركزي، التأثير الميكروبيولوجي