

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE

-----

UNIVERSITÉ CONSTANTINE 3  
FACULTE DE GENIE DES PROCÉDES PHARMACEUTIQUES

**Mémoire**

Présenté pour l'obtention du Diplôme de Master

Option : GENIE PHARMACEUTIQUE

## THÈME

**Extraction de l'acide gallique à partir de la  
marginine et contribution à son élimination par  
procédés d'oxydation avancés**

Réalisé par :

- Bouchloukh Nihad
- Houadek Zoulikha

Dirigé par :

Dr A. Benaissa- Kacem Chaouche

Année Universitaire 2013/2014

# Table des Matières

<b>Introduction générale</b> .....	
01	
<b>Chapitre 1: Synthèse bibliographique</b>	
1. Secteur oléicole .....	03
1.1. Introduction .....	03
1.2. La production oléicole .....	03
1.3. Répartition du verger oléicole mondial.....	04
1.4. Secteur oléicole en Algérie.....	04
1.5. Sous produits de l'oléiculture.....	04
1.6. Système d'extraction l'huile d'olive .....	05
2. Les margines .....	05
2.1. Introduction .....	05
2.2. L'origine de la margine .....	05
2.3. Caractérisation physico-chimique des margines .....	06
2.3.1. Fraction minérale .....	07
2.3.2. Fraction organique.....	07
2.4. Traitement des margines .....	08
2.5. Pouvoir polluant des margines .....	08
3. Les poly phénols.....	09
3.1. Définition.....	09
3.2. Classification des polyphénols .....	09
3.2.1. Polyphénols monomériques.....	10
3.2.2. Polyphénols sous forme de polymères. ....	10
3.3. Propriétés des polyphénols .....	12
3.3.1. Propriétés chimiques .....	12
3.3.2. Propriétés réductrices .....	12
3.4. Stabilité des polyphénols .....	13
3.5. Effets de polyphénol sur la santé .....	14
3.5.1. Antioxydants.....	14
4. Extraction liquide-liquide .....	15
4.1. Introduction .....	15
4.2. Processus de l'extraction.....	15
4.3. Principe physico-chimique .....	16

4.4. Protocole d'extraction .....	17
4.5. Applications d'extraction liquide-liquide .....	18
5. Les procédés d'oxydation avancés (POA).....	19
5.1. Définition et principes de base .....	19
5.2. Les radicaux hydroxyles.....	20
5.3. Procédés photochimiques .....	21
6. La photolyse .....	21
7. La photocatalyse.....	22
7.1. Introduction .....	22
7.2. Principe et mécanisme de la photocatalyse.....	22
7.3 Les avantages et les inconvénients de la photocatalyse.....	23

## **Chapitre 2: Matériel et Méthodes**

1. Réactifs .....	25
1.1. La margine brute.....	25
1.2. Réactifs utilisés dans la détermination de la DCO (AFNOR) .....	25
1.3. Solvants de délipidation .....	25
1.4. Solvants d'extraction .....	26
1.5. Réactifs utilisés dans la détermination des polyphénols totaux .....	26
1.6. Réactifs utilisés dans la photolyse et la photocatalyse.....	26
2. Matériels .....	28
2.1. Verrerie.....	28
2.2. Matériel .....	28
3. Procédures expérimentales.....	29
3.1. Caractérisation de la margine .....	29
3.1.1. Détermination du pH.....	29
3.1.2. Mesure de la turbidité.....	30
3.1.3. Mesure de la demande chimique en oxygène (AFNOR).....	30
4. Traitement de la margine par extraction .....	33
4.1. Délipidation des margines .....	33
4.2. Extraction à l'acétate d'éthyle ou butanol.....	33
5. Méthodes et techniques d'identification .....	33
5.1. Dosage des polyphénols totaux .....	33
5.2. Analyse spectrophotométrique UV-visible .....	35
5.2.1 Principe.....	35
5.2.2. Protocole expérimental.....	36

5.3. Analyse des extraits par chromatographie liquide à haute performance (HPLC) .....	37
5.3.1. Principe.....	37
5.3.2. Méthode.....	37
5.3.3. Analyse des extraits de la margine.....	37
6. Dégradation photochimique de la margine et de l'acide gallique .....	38
6.1. Le montage expérimental utilisé.....	39
6.2. La dégradation de l'acide gallique par photolyse.....	40
6.3. Dégradation de l'acide gallique par photocatalyse .....	40
6.4. Dégradation photochimique de la margine .....	41

### **Chapitre 3: Les Système Multi-Agents**

1. Introduction.....	42
2. Détermination des caractéristiques de la margine brute.....	42
3. Traitement de la margine brute .....	42
3.1. L'élimination des matières en suspension (MES).....	42
3.2. Elimination des matières grasses par délipidation.....	43
4. Extraction de polyphénols à partir de la margine.....	44
4.1. Détermination des caractéristiques de la margine dépourvue de polyphénols.....	44
4.2. Détermination de la masse des extraits.....	45
4.3. Dosage des polyphénols totaux .....	46
5. Identification des polyphénols par chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC) .....	47
6. Application de la photolyse et la photocatalyse à la dégradation de l'acide gallique .....	50
6.1. Courbe d'étalonnage du l'acide gallique.....	51
6.2. Photolyse de l'Acide Gallique.....	51
6.3. Photocatalyse de l'Acide Gallique.....	53
6.4. Approche cinétique de la dégradation photochimique de l'acide gallique .....	55
7. Contribution à la dégradation photochimique de la margine brute.....	57
<b>Conclusion générale et perspectives.....</b>	<b>59</b>
<b>Résumé.....</b>	<b>62</b>
<b>ملخص.....</b>	<b>63</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>64</b>

## Résumé

Les margines présentent un problème environnemental important à cause de leur toxicité, principalement liée à la forte charge en composés organiques. Cependant, ce sous-produit de l'industrie oléicole, qui est la margine, peut être revalorisé par procédé d'extraction qui permet d'extraire les polyphénols emprisonnés dans cette matière. Ces polyphénols sont très considérés dans l'industrie pharmaceutique, ils ont un pouvoir antioxydant et antimicrobiens considérables.

La margine contient une teneur élevée en matières organiques (DCO = 499200 g/l), en MES (turbidité = 9080) et en substances acides (pH= 4.95). Après traitement de la margine par centrifugation suivie d'une délipidation, ces trois paramètres sont diminués.

Le système d'extraction liquide-liquide s'est montré performant pour l'extraction des polyphénols à partir des margines, 1290 mg/l de polyphénols totaux sont extraits par l'acétate d'éthyle et 2163 mg /l par le 1-butanol. Ce dernier constitue le solvant le plus performant pour en extraire les polyphénols de la margine, La concentration élevée des polyphénols dans l'extrait du solvant en est la preuve.

L'Acide Gallique, peut être produit par extraction des polyphénols à partir de la margine, en utilisant préférentiellement, le 1-butanol comme solvant d'extraction. L'analyse chromatographique (HPLC) confirme la présence dominante de l'acide gallique, dans chacun des deux extraits obtenus par le 1-butanol et l'acétate d'éthyle.

La contribution à la dégradation par photolyse et par photocatalyse, de l'acide gallique, donne un meilleur taux de dégradation, au bout d'une heure d'irradiation, dans le cas de la photocatalyse. Le taux de dégradation varie de 47% à 90,5 %, en passant de la concentration 60 ppm à 20 ppm. Pour ces mêmes concentrations initiales, le taux de dégradation passe de 14.8 % à 65%, dans le cas de la photolyse.

La réponse de la margine à la dégradation photocatalytique est moins importante que celle obtenue dans le cas de la photolyse. La photolyse produit un abattement de la DCO jusqu'à une valeur de 23040 mg/l, tandis que la photocatalyse la fait diminuer jusqu'à 115200, valeur 5 fois plus faible que celle obtenue lors de la photolyse.

**Mots clés :** Secteur oléicole ; la margine ; polyphénols ; acide gallique ; extraction liquide-liquide ; procédés d'oxydation avancés ; photolyse ; photocatalyse.