

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



UNIVERSITÉ SALAH BOUBNIDER, CONSTANTINE 03
FACULTÉ DE GÉNIE DES PROCÉDÉS
DÉPARTEMENT DE GÉNIE DE L'ENVIRONNEMENT

N° d'ordre :... ..
Série :... ..

Mémoire

PRESENTÉ POUR L'OBTENTION DU DIPLOME DE MASTER
EN GÉNIE DES PROCÉDÉS
OPTION : GÉNIE DES PROCÉDÉS DE L'ENVIRONNEMENT

**Synthèse, caractérisation spectroscopique de
complexes d'inclusion d'un acide gras de *Pistacia
Lentiscus* et les dérivés de β -cyclodextrine**

Présenté par

**BENATIA Racha
BOUDAREN Nadjwa
BAIDI Abderahman**

Dirigé et co-dirigé par :

Dr. YOUSFI Tarek, Maitre de recherche 'B'
Dr. Messiad Hanane, Maitre de conférence 'A'

Année universitaire

2022-2023

Session : juin

Table des matières

Dédicaces	
Remerciements	
Liste des figures	
Liste des Tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction.....	1
<u>Partie Bibliographique</u>	
Chapitre I :Etude du Pistacia Lentiscus	
I.1. Introduction	2
I.2. Descriptions botanique.....	3
I.3. Utilisation de Pistacia Lentiscus en médecine et en pharmacologie.....	4
I.4. Composition chimique des huiles de Pistacia lentiscus.....	5
I.5. Procédés d'extraction traditionnelle artisanale de l'huile de Lentisque.....	7
Chapitre II :Les cyclodextrines et les complexes d'inclusion	
Les cyclodextrines	
II.1. Introduction.....	8
II.2. Histoire des cyclodextrines	8
II. 3. Les Applications des cyclodextrines.....	9
II. 3.1. Les cosmétiques.....	9
II. 3.2. La pharmaceutique.....	9
II.3.3. La dépollution de l'eau et de l'air.....	10
II.3.4. L'agroalimentaire.....	10
II.4. La β -cyclodextrine.....	10
Les complexes d'inclusion	
II.5. Les complexes d'inclusion.....	12
II.6. Généralités sur la complexation.....	12
II.7. Forces impliquées dans la formation des complexes d'inclusion	12
II. 8. Conséquences de la complexation.....	14
II. 9. Méthodes de caractérisation des complexes d'inclusion.....	14
II.10. Thermodynamique de complexe d'inclusion.....	15
II.10. 1. Méthode de Benessi-Hildebrand	16
II.10. Méthode de Scott	17
II.11. Détection de la formation d'un complexe d'inclusion.....	18
II.11.1. Détection de l'inclusion en solution	18
1. Spectroscopie UV-Visible.....	18
II.11.2. Détection de complexes d'inclusion à l'état solide	19
1. RMN	19
2. Spectroscopie de masse	19
3. Autres méthodes.....	19

Partie Pratique

Chapitre III : Partie expérimentale

Partie expérimentale

III.1. Introduction.....	20
III.2. L'extraction de l'huile à partir des fruits de Pistacia lentiscus.....	20
III.2. 1. Echantillonnage de l'huile.....	20
III.2. 2. Extraction de l'huile.....	21
III. 2. 3. Dosage des acides gras de l'huile.....	21
III.2.3.1. L'indice d'acide	22
a. Principe.....	22
b. Protocole	22
III.2.3.2. L'indice de peroxyde	23
a. Principe.....	23
b. Protocole	23
III.2.3.3. Dosage des ortho-diphénols.....	24
a. Principe.....	24
b. Protocole	24
III.2.3.4. Dosage des fatty acides	25
a. Principe.....	25
b. Protocole	25
III.3. Purification de l'huile	25
III.3.1. Purification par distillation	25
a. Principe.....	25
b. Protocole	25
III.3.2. Purification par colonne chromatographique	26
a. Principe.....	26
b. Protocole.....	27
III.4. La caractérisation et identification d'acide gras.....	29
III.4. 1. Spectroscopie Infra-Rouge(IR).....	29
III.4. 2. Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)	29
III.5. Elaboration de complexes inclusions	29
III.5.1. Elaboration de complexes inclusions à l'état liquide	29
III.5.1.1. Matériel et préparation des complexes	29
a. UV-Visible	29
b. Principe de Spectrophotomètre (UV – visible)	30
c. Produits chimiques.....	31
• Solvant.....	31
• Accepteur thérapeutique.....	31
III.5.1.2. Etude en solution des complexes d'inclusion (AG : β -CD)	32
III.5.1.2.1. Mesure des longueurs d'ondes (λ max).....	32
a. Préparation des solutions mères des complexes d'inclusion.....	32
b. Mise en évidence de la formation des complexes d'inclusion	32

c. Détermination de la stœchiométrie des complexes.....	33
➤ Méthode des variations continues	33
➤ Méthode des rapports molaires.....	33
d. Détermination de la constante de stabilité des complexes.....	34
III.5.1.3. Les complexes d'inclusion (AG : β -CD) a l'état solide	35
a. Protocole	35
Chapitre IV :Résultats et discussions	
Résultats et discussions	
IV.1. Introduction	36
IV.2. Composition des huiles vertes de Pistacia Lentiscus	36
IV.2.1. L'indice d'acide.....	36
IV.2.2. L'indice de peroxyde.....	37
IV.2.3. Dosage des ortho-diphénols.....	38
IV.2.4. Dosage des fatty acids	39
IV.2.5. Analyse spectroscopique par IR des huiles	40
IV.2.6. Purification de l'huile	45
IV.2.7. Caractérisation et identification d'acide gras	46
IV.3. Détection de la formation d'un complexe d'inclusion Host-Guest.....	48
IV.3.1. Mise en évidence de la formation des complexes d'inclusion en solution.....	48
IV.3.2. Visualization de la complexation en solution par Spectrophotométrie UV- visible.....	49
IV.4. Etude thermodynamique de la complexation.....	57
IV.4. 1. Détermination de la stœchiométrie du complexe.....	57
IV.4. 2. Détermination des constates de stabilité des complexes	60
IV.5. Synthèse et caractérisation du complexe d'inclusion à l'état solide	64
IV.5.1. Synthèse et caractérisation du complexe d'inclusion	64
<u>Conclusion</u>	
Conclusion.....	67
Références Bibliographiques.....	68-71
Les compétences acquises lors de stage au C.R.Bt.....	72
Résumé	73
Absract	74
ملخص	75

Résumé

Ce travail de fin d'étude porte sur l'étude expérimentale du complexe d'inclusion de dérivés de béta-cyclodextrine avec l'Acide gras de Pistacia lentiscus, qui est l'un des composés d'origine naturelle d'intérêt pharmaceutique. L'étude a été réalisée au sein du Laboratoire de Synthèse et Caractérisation Moléculaire et Macromoléculaire (LSCMM) du Centre de Recherche en Biotechnologie (C.R. Bt) à Constantine, en Algérie.

L'étude expérimentale s'est déroulée en plusieurs étapes. Tout d'abord, l'huile verte des fruits de Pistacia lentiscus a été extraite à partir d'échantillons collectés dans différentes régions de l'Est algérien, notamment les wilayas de Jijel, Skikda et Guelma. Trois méthodes d'extraction ont été observées lors de la collecte des échantillons. Ensuite, les acides gras présents dans l'huile ont été dosés en utilisant les méthodes de la norme de l'Association française de normalisation (AFNOR). Les paramètres tels que l'indice d'acide, l'indice de peroxyde, le dosage des ortho-diphénols et le dosage des acides gras ont été déterminés pour évaluer la qualité de l'huile. Après le dosage des acides gras, une purification de l'huile a été réalisée en utilisant deux méthodes : la distillation sous pression réduite et la séparation sur colonne chromatographique. Ces méthodes ont permis d'isoler l'acide gras majoritaire de l'huile de Pistacia lentiscus puis l'encapsule avec les dérivés de beta cyclodextrine en solution et en solide.

En conclusion, les résultats obtenus ont contribué à la compréhension du complexe d'inclusion des dérivés de béta-cyclodextrine avec l'acide gras de Pistacia lentiscus, ouvrant ainsi des perspectives pour son utilisation potentielle dans le domaine pharmaceutique.

Mots clés : Pistacia lentiscus, les dérivés de β - cyclodextrine, complexation , spectrophotomètre UV-Visible, acide Oléique ,infrarouge.

Abstract

This final study is an experimental study of the beta-cyclodextrin inclusion complex with fatty acid Pistacia lentiscus, which is one of the naturally occurring compounds of pharmaceutical interest. The study was carried out in the Laboratory of Molecular and Macromolecular Synthesis and Characterization (LSCMM) of the Biotechnology Research Centre (C.R. Bt) in Constantine, Algeria.

The experimental study was carried out in several stages. First, the green oil from the fruits of Pistacia lentiscus was extracted from samples collected in various regions of Eastern Algeria, including the wilayas of Jijel, Skikda and Guelma. Three extraction methods were observed during sample collection. Subsequently, the fatty acids present in the oil were determined using the methods of the French Association for Standardization (AFNOR) standard. Parameters such as acid index, peroxide index, ortho-diphenol assay and fatty acid assay were determined to assess the quality of the oil. After the determination of the fatty acids, oil purification was carried out using two methods: reduced pressure distillation and chromatographic column separation. These methods have made it possible to isolate the main fatty acid from Pistacia lentiscus oil and then encapsulate it with beta cyclodextrin derivatives in solution and in solid form.

In conclusion, the results obtained contributed to the understanding of the inclusion complex of beta-cyclodextrin derivatives with the fatty acid of Pistacia lentiscus, thus opening up perspectives for its potential use in the pharmaceutical field.

Keywords: Pistacia lentiscus, β - cyclodextrin dérivatives, complexation, UV-Visible spectrophotometer, oleic Acid, infrared.

الملخص :

هذه الدراسة النهائية هي دراسة تجريبية لمركب تضمين بيتا سيكلوديسترين مع الحمض الدهني لشجرة زيت الضرو ، وهو أحد المركبات الطبيعية ذات الأهمية الصيدلانية. أجريت الدراسة في مختبر التوليف والتوصيف التابع لمركز أبحاث التكنولوجيا الحيوية (LSCMM) في قسنطينة، الجزائر (CR Bt). الجزئي والجزئي

أجريت الدراسة التجريبية على عدة مراحل. أولاً، تم استخراج الزيت الأخضر من ثمار شجرة زيت الضرو من عينات تم جمعها من مناطق مختلفة من شرق الجزائر، بما في ذلك ولايات جيجل وسكيكدة وقالمة. لوحظت ثلاث بعد ذلك، تم تحديد الأحماض الدهنية الموجودة في الزيت باستخدام طرق معيار. طرق استخراج أثناء جمع العينات تم تحديد مؤشرات مثل مؤشر الحمض ومؤشر البيروكسيد ومقاييس أورثو. الجمعية الفرنسية للتوحيد القياسي بعد تحديد الأحماض الدهنية، تم تنقية الزيت باستخدام طريقتين: تقطير. ديفينول ومقاييس الأحماض الدهنية لتقييم الضغط المنخفض وكروماتوغرافيا العمود. عزلت هذه الطرق غالبية الأحماض الدهنية من زيت الضرو.

في الختام تمكنت هذه الدراسة التجريبية من وصف زيت الضرو وتقييم البارامترات المتعلقة بتركيبته الكيميائية ، ساهمت النتائج التي تم الحصول عليها في فهم معقد إدراج بيتا سيكلوديسترين مع الحمض الدهني لزيت الضرو وبالتالي فتح وجهات نظر لاستخدامه المحتمل في المجال الصيدلاني.

الكلمات المفتاحية : زيت الضرو ، مشقات بيتا سيكلوديسترين ، التعقيد ، مقياس الطيف المرئي للأشعة فوق البنفسجية ، حمض الاوليك ، الأشعة تحت الحمراء .