

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET
DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

UNIVERSITE CONSTANTINE 3 SALAH BOUBNIDER



FACULTE DE GENIE DES PROCÉDES

DEPARTEMENT DE GENIE PHARMACEUTIQUE

N° d'ordre :.....

Série :.....

Mémoire de Master

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Pharmaceutique

Thème :

**Optimisation des Conditions d'extraction des composés
phénoliques et de l'activité antioxydante du *CURCUMA
LONGA L.* et formulation d'un dentifrice**

Dirigé par :

Dr. Chafika MEZITI

Grade : Maître de conférences classe « B »

Présenté par :

MERABET Rania Baya

BOUALI Ines

YOUNES Wafa

Année Universitaire : 2023/2024

Session : Juin

TABLE DES MATIERES

Liste des figures	I
Liste des tableaux	III
Liste des Abréviations	IV

INTRODUCTION GENERALE	1
------------------------------------	----------

CHAPITRE I

CURCUMA (*Curcuma longa L.*)

I.1. Présentation du curcuma	3
I.2. Origine et histoire du curcuma	3
I.3. Etymologie	4
I.4. Classification systématique de la plante	5
I.5. Description botanique	5
I.5.1. Rhizomes	6
I.5.2. Feuilles	6
I.5.3. Fleurs	7
I.5.4. Fruits	7
I.6. Composition chimique du Curcuma	7
I.7. Curcuminoïdes	7
I.8. Structure chimique de la curcumine	8
I.9. Domaines d'utilisation du curcuma	8
I.9.1. Utilisation alimentaire	8
I.9.2. Utilisation médicinale	8
I.9.3. Utilisation cosmétique	10

CHAPITRE II

COMPOSES PHENOLIQUES ET ACTIVITE BIOLOGIQUES

II.1. Composés phénoliques	11
II.1.1. Définition	11
II.1.2. Principales sources des polyphénols	12

II.1.3. Classification des polyphénols	12
II.1.3.1. Acides phénoliques	13
II.1.3.2. Flavonoïdes	13
II.1.4. Importance des polyphénols	14
II.1.5. Effets biologiques des polyphénols	14
II.1.5.1. Effet antioxydant	14
II.1.5.2. Effet anti-inflammatoire	14
II.1.5.3. Effet antimicrobien	15
II.2. Stress oxydatif	15
II.2.1. Définition	15
II.2.2. Radicaux libres	16
II.2.2.1. Origine des radicaux libres	16
II.2.2.2. Rôles biologiques des radicaux libres	17
II.3. Antioxydant et activité antioxydante	17
II.3.1. Définition	18
II.3.2. Classification des antioxydants	18
II.3.2.1. Selon leur mécanisme d'action	18
II.3.2.2. Selon leur nature chimique	19
II.3.3. Effets des antioxydants sur la santé	20
II.3.4. Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante et antiradicalaire	21
II.4. Activité antimicrobienne	22
II.4.1. Infections microbiennes	22
II.4.2. Agents antimicrobiens.....	22
II.4.3. Activités antimicrobiennes des polyphénols	22
II.4.4. Activité antimicrobienne du curcuma	23
II.5. Méthode des plans d'expériences	23
II.5.1. Facteurs (variables d'entrées x_i)	23
II.5.2. Réponse (variable de sortie y)	24
II.5.3. Variables centrées réduites (variables codées.....	24
II.5.4. Optimisation de la réponse par la méthodologie de la surface de réponse	25
II.5.5. Plan de Box-Behnken	26
II.5.6. Formulation optimale	27

CHAPITRE III

MATRIEL ET METHODES

III.1. Matériel	29
III.1.1. Matériel végétal	29
III.1.2. Matériel biologique	29
III.1.3. Appareillage et produits chimiques	30
III.2. Extraction des polyphénols	30
III.2.1. Préparation de la poudre du curcuma	30
III.2.2. Préparation des extraits bruts par macération	31
III.2.3. Calcul de rendement en extrait sec	32
III.3. Mise en évidence de la présence des polyphénols dans l'extrait du curcuma par chromatographie sur couche mince (CCM)	32
III.4. Quantification des polyphénols totaux	33
III.5. Activités biologiques	35
III.5.1. Evaluation du pouvoir antioxydant par la méthode de DPPH	35
III.5.1.1. Principe	35
III.5.1.2. Dosage.....	35
III.5.2. Activité antimicrobienne	36
III.5.2.1. Principe	36
III.5.2.2. Protocole	36
III.6. Optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques et de l'activité antioxydante du curcuma par la méthode de Box-Behnken	38
III.7. Application de l'extrait optimal du curcuma dans la préparation du dentifrice ...	40
III.7.1. Composition	40
III.7.2. Méthode de préparation	41
III.7.3. Analyse et contrôle qualité	41
III.7.3.1. Test de granulométrie de la matière première	41
III.7.3.2. Contrôle de la pâte du dentifrice formulé	42

CHAPITRE IV

RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1. Rendements des extraits	43
-------------------------------------	----

IV.2. Résultat de l'étude d'optimisation	44
IV.2.1. Analyse statistique	46
IV.2.2. Analyse graphique	48
IV.2.3. Détermination et validation expérimentale des conditions optimales	51
IV.3. Analyse qualitative de l'extrait optimal par CCM	52
IV.4. Activité antimicrobienne de l'extrait optimal	53
IV.5. Formulation d'un dentifrice	54
IV.5.1. Temps nécessaire pour la formulation	54
IV.5.2. Aspect et texture	54
IV.5.3. Couleur	55
IV.5.4. Goût et arôme	55
IV.5.5. pH et viscosité du produit final	55
IV.5.6. Test d'activité antimicrobienne	55
CONCLUSION GENERALE	57

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Résumé

Les conditions d'extraction optimales pour la récupération des composés phénoliques totaux et de l'activité antioxydante du curcuma ont été analysées à l'aide de la méthodologie de surface de réponse en utilisant le plan de Box Behnken. Les effets de la température d'extraction (25 à 50 °C), du temps d'extraction (60 à 120 min) et du rapport échantillon/solvant (10 à 20 g/100 ml) ont été étudiés. Les modèles polynomiaux du second ordre ont produit un ajustement satisfaisant des données expérimentales en ce qui concerne la teneur phénolique totale ($R^2 = 0,9869$, $P = 0,0004$) et l'activité antioxydante ($R^2 = 0,9903$, $P = 0,0002$). L'analyse de la surface de réponse a montré que les paramètres d'extraction optimaux qui maximisent l'extraction des antioxydants étaient une température de 36,25 °C, un temps d'extraction de 107,86 min, et un rapport échantillon/solvant de 15,44 g/100 ml. Les valeurs optimales de la teneur en phénols totaux (TPT) et l'IC₅₀ étaient respectivement de 602,846 mg de GAE/g de MS et de 1,54 µg/ml. Les valeurs expérimentales concordent bien avec celles prédites, indiquant la pertinence du modèle et le succès de la méthodologie des surfaces de réponse dans l'optimisation des conditions d'extraction. Le curcuma connue pour ses propriétés antioxydantes, antimicrobiennes et anti-inflammatoires peut aider à réduire les bactéries dans la bouche, prévenir les infections et apaiser les gencives irritées et donc peut être utilisé dans la formulation d'un dentifrice.

Mots clés : polyphénols totaux, Curcuma longa L, Activité antioxydante, Optimisation, Box-Behnken, activité antimicrobienne, Dentifrice.

Abstract

The optimal extraction conditions for the recovery of total phenolic compounds and antioxidant activity from turmeric were analyzed using response surface methodology (Behnken Box). The effects of extraction temperature (25–50 °C), extraction time (60–120 min), and sample/solvent ratio (10–20 g/100 mL) were studied. Second order polynomial models produced a satisfactory fitting of the experimental data with regard to total phenolic content ($R^2 = 0.9869$, $P = 0.0004$) and antioxidant activity ($R^2 = 0.9903$, $P = 0.0002$). Response surface analysis showed that the optimal extraction parameters that maximized the extraction of antioxidants were a temperature of 36.25 °C, an extraction time of 107.86 min, and sample/solvent ratio of 15.44 g/100 ml. The optimal values for total phenolic and IC₅₀ were 602.846 mg GAE/g DM and 1.54 µg/ml, respectively. The experimental values agreed well with those predicted, indicating the suitability of the model and the success of response surface methodology in optimizing the extraction conditions. Turmeric known for its antioxidant, antimicrobial and anti-inflammatory properties can help reduce bacteria in the mouth, prevent infections and soothe irritated gums and therefore can be used in the formulation of toothpaste.

Key words: Total phenolic, Curcuma longa L, Antioxidant activity, Optimization, Box-Behnken, antimicrobial activity, Toothpaste.

ملخص

تم تحليل ظروف الاستخراج المثالية لاستعادة الفينولات الكلية ونشاط مضادات الأكسدة من الكركم باستخدام منهجية سطح الاستجابة باستخدام تصميم Box Behnken. تمت دراسة تأثيرات درجة حرارة الاستخلاص (25-50 درجة مئوية)، ووقت الاستخلاص (60-120 دقيقة)، ونسبة العينة إلى المذيب (10-20 جم/100 مل). أنتجت نماذج متعددة الحدود من الدرجة الثانية توافقاً مرضياً للبيانات التجريبية فيما يتعلق بمحتوى الفينول الإجمالي ($R^2 = 0.9869$ ، $P = 0.0004$) ونشاط مضادات الأكسدة ($R^2 = 0.9903$ ، $P = 0.0002$). أظهر تحليل سطح الاستجابة أن معاملات الاستخلاص المثالية التي عززت استخلاص مضادات الأكسدة كانت درجة حرارة 36.25 درجة مئوية، ووقت استخلاص قدره 107.86 دقيقة، ونسبة العينة/العينة 15.44 جم/100 مل. وكانت القيم المثلى للمحتوى الفينولي الكلي (TPT) و IC₅₀ هي 602.846 ملغم GAE/g DM و 1.54 ميكروغرام/مل على التوالي. تتفق القيم التجريبية بشكل جيد مع تلك المتوقعة، مما يدل على ملاءمة النموذج ونجاح منهجية سطح الاستجابة في تحسين ظروف الاستخراج. الكركم المعروف بخصائصه المضادة للأكسدة والمضادة للميكروبات والمضادة للالتهابات يمكن أن يساعد في تقليل البكتيريا في الفم ومنع الالتهابات وتهدئة اللثة المتهيجة وبالتالي يمكن استخدامه في تركيب معجون لأسنان.

الكلمات المفتاحية: البوليفينول الكلي، كركم لونجا L، النشاط المضاد للأكسدة، التحسين، بوكس بهنكن، النشاط المضاد للميكروبات، معجون الأسنان.