

Ministère de L'enseignement Supérieur Et de La Recherche Scientifique

Université ABBES LAGHROUR-Khenchela

Faculté des Sciences et de La Technologie

Département des Sciences de La Matière

جامعة عباس لغرور خنشلة

كلية العلوم والتكنولوجيا

قسم علوم المادة



N° Série :

Mémoire de fin d'étude

Pour l'obtention du diplôme de

Master en Chimie

Spécialité : Chimie Analytique et Environnement

Réalisé par :

- Salhi malak
- Sekkrouf Wafa

Dirigé Par : *Mme Baaziz sonia*

THEME :

Oléchimie De l'huile De Tournesol : Synthèse Et Caractérisation

Soutenu le : juin 2022 devant la commission d'examen composée de :

Présidente :	Mme. Hammadi Fouzia	MAB	Abbes Laghrou - Khenchela
Encadratrice :	Mme. Bazziz Sonia	MAB	Abbes Laghrou - Khenchela
Examineur :	Mr. Benyezza Nabil	MCA	Abbes Laghrou - Khenchela

Promotion : 2021/2022

Remerciement

Au nom de Allah, louange à Allah et paix et salut sur le prophète du commencement Allah.

Tout d'abord, nous remercions « Allah » de nous avoir accordé le succès,

Ce mémoire de master est le résultat d'un travail et d'une recherche de plusieurs mois. en préambule, nous souhaitons adresser tous nos remerciements aux personnes qui nous ont apporté leur soutien et qui ont ainsi contribué à l'élaboration de mémoire de recherche fin d'étude.

Tout d'abord, nous tenons à remercier notre encadratrice : **Mme BAAZIZ SONIA** pour avoir encadrée et dirigée ce travail avec un grande rigoureuse scientifique, de notre profonde reconnaissance tant pour nous avoir accordée sa confiance et pour nous avoir guidée dans notre travail aussi notre remerciements pour sa présence permanente.

Nos remercions vont aussi aux membres de jury **Mme hammadi fouzia**, l'université de khenchela et **Mr Benyaza Nabil**, de nous avoir fait l'honneur d'accepter d'évaluer ce travail.

Nous remercions infiniment tous les membres de laboratoire de chimie de l'université Abbés Laghrour de Khenchela surtout **Mme Lilia. Bouroba**.

Un grand merci particulier à nos collègues et nos amies de la promotion chimie analytique pour les sympathiques moments qu'on a passés ensemble, on a passés ensemble, on les remercie pour leur confiance, leur disponibilité et leur fidélité.

Dédicace

A l'aide de dieu « **Allah** » tout puissant

Oui m'a tracé le chemin de ma vie,

J'ai pu réaliser ce travail.

A mon grand-père « **Bacher** » à ma très chère grand mère « **Adja la** »

A la bougie qui est la source de la lumière de ma vie, qui se fond toujours pour éclairer ma route, à mon cher père « **Ali** » je dédie ce travail et je lui souhaite une longue belle vie

A la fleur qui rehausse et aromatise mes joues, qui grande les nuits pour que je me rendorme, à ma très chère mère « **Hassiba** » je dédie ce travail et je lui souhaite une longue belle vie.

A mes chères sœur « **Wafa** » et son mari « **Salah** » et ses enfants « **Anes** » et « **Ines** »

à mes chers frères « **Ramzi** », « **Wassim** », « **Zakaria** »

à mes chers oncles : « **Adel, Fatah, Nabil** » et leurs enfants « **Djihad, Roia , Aridj, Nor el yakine, Abed el wadod, Rahma et Mohamed Saned** »

à toutes ma famille « **Nora, Lila, Salima, Firouz** » .

à mon binôme « **Wafa** » j'ai partagé avec elle les joies et les difficultés au suivi de notre travail.

A mes amis qui ont cru en moi et qui ont toujours encouragé, et avec qui j'ai passé des années inoubliables « **Imen, Aya , Wiam, Abir, Sawsen, Khawla, Widad, Amina, Zineb, Rokia, Mariem, Fatima, Rihab, Salsabil, Oumaima** »

à toutes mes camarades surtout les étudiants de chimie analytique

merci infiniment

S.Malak

Dédicace

Louange à Dieu car qui m'a donné la force, et la patience pour achever ce travail, que que:

*Je dédie ce à celle qui m'a donné la vie et ma raison de vivre, mon ange qui a souffert et s'est sacrifiée pour ma réussite, ... **ma Mère** ...*

*A **mon père** qui m'a aidé tout au long de ma vie et qui a toujours rêvé de ma réussite.*

Je n'oublie jamais la générosité illimitée de mes soeurs :

Mariam et Rizkallah.

Leurs soutien moral et financier, sans lesquels je n'aurais pu continuer mes études dans de bonnes conditions, tous simplement je voudrais leurs dire je les aime de tout mon cœur.

A mes neveux et nièces :

Nourhan et Amjad et Anas.

Je vous souhaite beaucoup de chance. J'espère que vous allez suivre les pas de votre tante, que Dieu vous protège.

*Aux granules de mon cœur et à **Iman Daghush et wedad jabaili** pour leur présence de tous les instants, leur sympathie et leurs encouragements qu'ils m'ont apportée.*

À tous ceux qui m'ont soutenu durant mon parcours d'études.

S.wafa

Liste des abréviations

K: vitamine

E:vitamine

Oméga 6: vitamine

Oméga 9 : vitamine

AG :acide gras

NaOH :hydroxyde de sodium

AlCl₃: le chlorure d'aluminium

CCM: chromatographie en couche mince

CPG: chromatographie en phase gazeuse

HPLC: chromatographie en phase liquide à haute performance

R_f: Rapport frontal

CC : colonne

SiO₂: silice

Al₂O₃: alumine

PS: phase stationnaire

PM: phase mobile

Ech: échantillon

UV: l'ultraviolet

IR: l'infrarouge

RMN: résonance magnétique nucléaire

FTIR:Spectroscopie infrarouge

H: proton,

C: carbone

P: phosphore

N: l'azote

pH: Potentiel d'hydrogène

H⁺: ions

Pa.s: Pascal par seconde.

mPa.s: milli Pascal par seconde

η: dynamique

ρ: masse volumique

SI: système international

Liste de figures

Numéro	titres	Page
01	Plante de tournesol	06
02	Huile de tournesol	12
03	Structure générale des alcaloïdes	15
04	Structure générale du noyau des flavonoïdes	18
05	Structure générale de les tanins	20
06	Structure générale de les saponines	21
7	Structure générale de la coumarine	23
8	Structure général de l'isoprène	24
9	Montage de filtration par gravité	26
10	Schéma d'un montage d'hydro distillation	27
11	Schéma d'une simple distillation	28
12	Schéma d'un appareil de Soxhlet	30
13	schéma de l'évaporateur rotatif	30
14	Mesure de la valeur Rf	33
15	L'expérience de base en chromatographie	34
16	Réalisation d'une chromatographie liquide à haute performance	35
17	Vibration des liaisons dans l'IR	36
18	L'image le FTIR situé la détour VTRS	37
19	spin du noyau	39
20	Paramètre de pH	39
21	Réfractomètre pour mesurer les indices de réfraction	41
22	les graines de tourneol	44
23	montage d'hydrodistillation utilisé lors d'extraction	44
24	les graines de tournesol décortiquées	45
25	broyage des graines de tournesol	45
26	pétrissage des graines de tournesol	46
27	l'huile extraite	47
28	macération dans les solants	50
29	macération et évaporation	50
30	filtration et évaporisation	54
31	montage de CCM	54
32	le sable	58
33	tests de flavonoides	59
34	L'appareil de réfraction	59
35	pH paramètre	60
36	Révélation de la plaque CCM	60
37	tests positif de Saponosides phase I	61
38	ests positif de Tanins phase II	62

Liste des tableaux

Numéro	Titres	Pages
1	Composition en acides gras de l'huile de tournesol	10
2	Composition en insaponifiable de l'huile de tournesol	11
3	Les hétérosides	23
4	Avantage et inconvénients des différents procédés d'extraction	31
5	Le protocole de CCM	51
6	La méthode de travail IR	53
7	Viscosité et indice de réfraction de l'huile et l'extrait.	57
8	des résultants de l'huile de macération	62
9	des résultants de l'huile de pétrissage	62
10	les valeurs des fréquences en cm^{-1} des spectres IR	66

Sommaire

Remerciement	A
Dédicace	B-C
Liste de figure	F-G
Liste des tableaux	H
Introduction générale	1-2
Partie bibliographique	
Chapitre I : aperçu bibliographique de plante étudiée	
Introduction	05
I.1. Systématique botanique du tournesol	06
I .2. Description morphologique	06
I.3. Nom scientifique de tournesol	07
I.4. Origine	07
I.5.Caractéristiques physiologiques et botaniques	07
I.6.Les graines de tournesol sont riches en huile	08
I .7. Utilisation De l'huile	09
I.7.1. Pour la cuisine	09
I .7.2. En cosmétique	10
I.7.2.1. Huile nourrissante	10
I.7.2.2. Huile teintée	10
I.7.2.3. Huile de massage	10
I.7.3.Biocarburant	10
I.8. Composition de l'huile de tournesol	10

II.Oléo chimie	11
II.1. Définition	11
II.2 . Principaux domaines d’application des huiles végétale	12
II.2.1. Pharmacologie	12
II.2.2. Aromathérapie	12
II.3. Industries agroalimentaires	12
II.4.Les différents types d’huile végétale et leurs particularités	13
II.5. Domaines d’application	13
II.6.Principaux procédés de transformation	14
III.Généralistes sur les principes actifs	14
III.1. Des alcaloïdes	14
III.1.1. Définition	14
III.2.Extraction, caractérisation et dosage	15
III. 3.1. Extraction par les solvants organiques non polaires	16
III.3.2. Extraction par l’alcool acide	16
III.3.3. Extraction par l’eau acide	16
III.3. Rôle des alcaloïdes	16
III.4. Caractérisation des alcaloïdes	17
III.2. LES FLAVONOÏDES	18
III.2.1. Définition	18
III.2.2.Analyse structurale des flavonoïdes	18
III.2.3. STRUCTURE CHIMIQUE ET CLASSIFICATION	18
II.3.Les tanins	19

III.3.1. Définition	20
III.3.2. Classifications	20
III.4. Les saponines	21
III.4.1. Définition	21
III.4.2. Structure chimique	21
III.5. Les coumarines	22
III.5.1. Définition	22
III.5.2. Diversité structurale des coumarines	23
III .6. Les terpénoïdes	23
III.6.1. Définition	23
Conclusion	24
Chapitre II : Méthode physico-chimique d'analyse	
Introduction	26
I. Extraction	26
I.1. Technique d'extraction	26
I.1.2. MÉTHODES D'EXTRACTION	27
I.1.2.1. Entrainement par la vapeur	27
I.1.2.1.1. Hydro distillation simple	27
I.1.2. 1.2 Hydrodistillation	28
I.1.2.1.3. Extraction par solvant	28
I.1.2.1.4. Extraction par macération	29
I.1.2.1.5. Extraction par froid	29
I.1.2.1.6. Extraction par micro- ondes	29

I.1.2.1.7. Extraction par Soxhlet	29
II. principe de l'évaporateur rotatif	30
II.1. Comparaison entre les procédés d'extraction des huiles essentielles	31
II.2. Récupération de l'extrait	31
II.3. séparation et purification	32
II.3.1. Techniques chromatographique	32
II.3.2. Chromatographie sur couche mince	32
II.3.3. La chromatographie sur colonne CC	33
II.3.4. La chromatographie liquide	34
II.4. Méthodes d'identifications et d'analyses chimiques	35
II.4.1. Spectroscopie infrarouge	35
II.4.2. Principe de la spectroscopie IR	36
II.4.3. Application de l'infrarouge	37
II.4.4. La spectrophotométrie UV-Visible	37
II.4.4.1 Mesure expérimentale de l'absorbance	38
II.4.4.2. Loi de Lambert-Béer	38
II.4.5. La Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)	38
II.4.5.1. Principe	39
II.5. Potentiel d'hydrogène PH	39
II.6. Viscosité	40
II.6.1. Les types de la viscosité	40
II.6.2. Viscosité dynamiques	40
II.6.3. Viscosité cinématique	40

II.7. La réfraction	41
II.7.1. Indice de réfraction de l'huile	41
II.7.2 Principe	41
Conclusion	41
Partie expérimentale	
Chapitre III : Matériels et méthodes	
Introduction	43
I. Extraction de l'huile de tournesol	43
I.1. Extraction par hydro distillation	43
I.2.Extraction par pétrissage	43
I.3. Conservation de l'huile de tournesol	44
I.4.calcul de rendement	44
II. Macération et évaporation	44
II.1.schéma de Macération	45
III. screening photochimiques	48
III.1. Les tests photochimiques	48
Teste des flavonoïdes	48
Test des tanins	48
Test des alcaloïdes	48
Test des saponines	48
Test des terpénoïdes	49
Test des stéroïdes	49
Test des coumarines	49

IV. Chromatographie	49
IV.1.Chromatographie Sur Couche Manice CCM	49
IV .1.1. Mode Opérateur	50
IV .2.Chromatographie Sur Colonne	50
V . spectroscopie IR	52
V.1. Protocole	52
V .I. Propriétés organoleptique	52
V .I.1. Détermination de l'indice réfraction	52
V .2. Calcule le pH	54
V.2.1. Mode opératoire	54
Conclusion	55
Chapitre IV : Résultats et discussion	
I. Résultats et discussion	56
II. screening phytochimique	56
III. Caractéristiques physico-chimiques des huiles de tournesol	57
III.1.les paramètres organoleptique	57
III.2. viscosité et indice de réfraction	57
III.3.mesure de pH	59
III.3.1. Mode d'emploi des bandelettes de test	58
IV. Chromatographie	58
IV.1. Chromatographie sur couche mince	59
IV.1.2. Chromatographie Sur Colonne	61
V. screening phytochimique : Phase I et Phase II	61

VI. Interprétation Des Analyses Infra Rouge De L'huile De Tournesol	62
Conclusion générale	65
Résumé	

Introduction Générale

*Si vous n'échouez jamaisvous
échoué aussi longatemps que vous
essayez de vous relever.*

L'oléochimie, cet art des premiers âges, transformant les huiles par procédés physico-chimiques, en produits devenus innombrables et nécessaires à de multiples corps de métiers, est en croissance soutenue au regard des tendances et législations à caractère écologique actuelles pour une chimie verte. Les principes de l'oléochimie connaissent un regain de popularité et ils se verront sans aucun doute présents au summum de l'offre à leurs utilités, à mesure que l'opinion publique et que les lois imposeront des seuils d'impacts environnementaux aux industriels oléochimiques.

Le créneau de l'oléochimie s'inscrit aujourd'hui dans la tendance du développement durable et s'ouvre sur des perspectives très prometteuses.

Par biotechnologies et synthèses oléochimiques, nous créons pour répondre à des besoins personnalisés en ingrédients pour : La cosmétique verte, l'agro-alimentaire et chimie, parachimie, et bon nombre d'autres industries¹.

En particulier, les produits oléochimiques issus des grains de tournesol oléagineux, bio-dérivés de faible teneur en toxicité, se composent de matières premières non fossiles, renouvelables et biodégradables, afin d'offrir des avantages d'efficacité et des performances écologiques non surpassées.

Le succès de cette plante réside dans le fait que c'est une oléo-protéagineuse aux nombreuses utilisations fourragères et alimentaires (tourteaux, graine et huile). L'huile de tournesol est une huile végétale préparée et extraite à partir des graines tournesol oléagineux².

La composition chimique de l'huile tournesol lui confère une bonne aptitude pour la friture. Sa résistance à la chaleur et sa stabilité en font une huile industrielle très appréciée pour la fabrication de certains produits alimentaires ; les objectifs principaux se résument dans les volets suivants ::

- ❖ L'extraction de l'huile végétale à partir des graines tournesol oléagineux.
- ❖ La détermination de caractéristiques physico-chimiques de l'huile végétale de graines tournesol.
- ❖ Le screening photochimique de l'huile tournesol.
- ❖ Identification et séparation des composés chimiques en huile de tournesol : par la chromatographie (CCM), chromatographie sur colonne, et par l'analyse structurale : infrarouge³.

¹.www.lhdm-oleochimie.ma

².J. Grysol, Huiles essentielles : de la plante à la commercialisation-Manuel pratique, (2005), 140-162.

³.S. D. Sarker, Z. Latif, A. I. Gray, Natural Products Isolation, Humana Press: New Jersey, (2005).

Introduction générale

Pour cela notre travail, a été organisé comme suit :

Tous d'abord une introduction générale, suivie par une partie bibliographique composée de deux chapitres qui nous renseigne sur les huiles végétales (leurs compositions, caractéristiques, utilisations... etc.) et la botanique tournesol.

Ensuite un chapitre intitulé : « matériels et méthodes » dans lequel on a cité toutes les méthodes d'extraction des huiles, les techniques d'analyses physico-chimiques et phytochimiques utilisées.

Un dernier chapitre était réservé pour les résultats obtenus et leurs discussions, et on a clôturé par une conclusion générale.

Partie Théorique

*Aucun mot n'est
impossible....seulement dans le
dictionnaire des faible.*

Chapitre I:

Aperçu bibliographique sur tournesol



*Le succès c'est d'aller d'échec
en échec sans perdre son
enthousiasme.*

Introduction

Plante herbacée annuelle de haute stature, le tournesol est originaire d'Amérique du Nord. Sa tige droite est couverte de feuilles vertes, ovales et alternées, tandis que ses fleurs varient du jaune pâle au rouge selon les variétés. C'est pourquoi le tournesol est souvent utilisé aussi, comme fleur d'ornement.

Membre de la famille des astéracées, le tournesol a bien d'autres appellations souvent d'origines locales, telles que « *grand-soleil* », « *soleil-des-jardins* » ou « *hélianthe* ». Il est aujourd'hui cultivé partout dans le monde, notamment pour son huile mais aussi pour servir de fourrage aux animaux d'élevage. Cependant l'huile de tournesol, extraite après broiement par pression à froid, présente un double intérêt : alimentaire et... pharmaceutique¹.

En cuisine, l'huile de tournesol est largement appréciée pour son équilibre en acides gras. Elle ne contient en effet que 45 % d'acides gras insaturés, contre seulement 4 % environ d'acides gras saturés. Très consommée en France, cette huile de qualité est également une excellente source de vitamine E. En pharmacie, l'huile de tournesol est utilisée pour la préparation d'onguents destinés à lutter contre les douleurs rhumatismales.²

Le tournesol semblerait également efficace en poudre ou en infusion, contre les troubles inflammatoires des voies aériennes supérieures. Il serait également intéressant pour soulager certains troubles digestifs, comme les gaz intestinaux et les diarrhées³.

La phytothérapie est utilisée en médecine traditionnelle depuis des siècles. Son efficacité et son innocuité restent toujours discutées. Et pour cause, comme l'explique l'Organisation mondiale de la Santé dans un rapport de 1998, « *un nombre relativement petit d'espèces de plantes ont été étudiées pour d'éventuelles applications médicales* ». Cet article s'inscrit naturellement dans cette démarche. Ajoutons que, compte tenu des risques éventuels d'effets indésirables d'interactions médicamenteuses voire de toxicité de certaines plantes, NOUS DEVONS informer R toujours Le médecin, si Nous AVONS recours régulièrement à la phytothérapie.⁴

¹ Guide des plantes qui soignent, édition Vidal, 2010.

² L'Encyclopédie des plantes médicinales, édition Larousse, 2001 et 2017.

³ Les plantes médicinales, Institut européen des substances végétales, mars 2015.

⁴ Les huiles essentielles chémotypées, Dominique Baudoux et M.L. Breda, édition JMO.

I.1. Systématique botanique de tournesol

Le mot « tournesol » est emprunté à l'italien girasol, « qui tourne avec le soleil⁵ ».



Figure 01: Plante de tournesol.

Tournesol	
Classification classique	
Règne	Plantae
Division	Maanoliophyta
Classe	Maanoliopsida
Ordre	Asterales
Famille	Asteraceae
Genre	Helianthus
Nom binominal	
<i>Helianthus annuus</i>	
Classification phylogénétique	
Ordre	Asterales
Famille	Asteraceae

I.2. Description morphologique

Grandes fleurs (environ 30 cm de diamètre). Sa tige peut atteindre 3 m de hauteur. Ses racines sont pivotantes ou exploratoires, ce qui permet à la plante de mieux exploiter le sol. Sa racine principale peut atteindre 2 m de profondeur. La hauteur moyenne de la plante varie de 182 cm (ensemencement pendant la saison des pluies) à 150 cm (ensemencement à la saison sèche). Le diamètre des capitules varie de 18,0 cm (saison des pluies) à 14,8 cm (saison sèche). Pollinisation croisée et fleurs jaunes. Cycle de 90 à 115 jours. Les graines sont oblongues avec 11,43 mm de longueur, 6,09 mm de largeur et 3,94 mm d'épaisseur. Elles sont noires et rayées de gris.⁶

⁵ sous licence CC-BY-SA 3.0. La liste des auteurs de cet article est disponible ici.

⁶ Mise En Valeur des Huiles De Tournesol Sciences et Techniques Smassel Ahmed 2012/2013 Ouargla.

I.3. Nom scientifique de tournesol

Le nom scientifique du tournesol, *Helianthus annuus* Linnaeus, fait référence à la forme caractéristique de son inflorescence composée, le capitule. Il provient des mots grecs Helios et Anthos qui signifient respectivement « soleil » et « fleur ». Le tournesol est donc en quelque sorte la « fleur du soleil » (sunflower en langue anglaise). L'appellation française provient quant à elle de la tendance de la plante à se tourner vers le soleil pendant la journée.⁷

I.4. Origine

Originnaire d'Amérique, le tournesol serait l'une des plus anciennes espèces, endémique dans le sud de l'Amérique du Nord. Il fut cultivé jusqu'au XV^{ème} siècle par les indiens d'Amérique à des fins alimentaires (consommation de ses graines crues ou sous forme de farine) mais également pour d'autres applications (médicinale, colorante...). En raison de sa forme de soleil, le tournesol avait aussi une fonction ornementale et symbolique. Ce n'est qu'au début du XVI^{ème} siècle que les explorateurs espagnols le rapportèrent en Europe, d'abord pour cette fonction ornementale.

Le tournesol fut ensuite diffusé progressivement vers l'est et le nord du continent, initialement comme plante d'ornement. Toutefois, d'autres utilisations ne tardèrent pas à apparaître. Les feuilles furent utilisées pour l'alimentation du bétail, les pétales pour la teinture, les tiges pour le papier et surtout les graines pour l'huile. D'abord utilisée pour le tissage, les peintures ou le vernis selon un brevet anglais en date de 1716, l'huile de tournesol commença pourtant à être utilisée dans l'alimentation humaine dès la fin du XVI^{ème} siècle.⁸

I.5. Caractéristiques physiologiques et botaniques

Les tournesols sont très utiles en aménagement paysager, les variétés géantes et ramifiées peuvent être plantées en rangées le long des clôtures et des murs, pour les cacher temporairement.

Il faut être prudent lors de l'utilisation des géants car dans les petits espaces, ils peuvent devenir disproportionnés en « réduisant » les bâtiments. Les variétés naines conviennent à la

⁷ M. Philippe EVON, nouveau procédé de bioraffinage du tournesol plante entière par fractionnement thermo-mécano-chimique en extruder bi-vis : étude de l'extraction aqueuse des lipides et de la mise en forme du raffinat en agromatériaux par thermomoulage, thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2008.

⁸ M. Philippe EVON, nouveau procédé de bioraffinage du tournesol plante entière par fractionnement thermo-mécano-chimique en extruder bi-vis : étude de l'extraction aqueuse des lipides et de la mise en forme du raffinat en agromatériaux par thermomoulage, thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2008.

formation de massifs, de bordures et de plates-bandes et sont également largement vendues dans des pots et des jardinières.

Ils peuvent avoir des fleurs simples et doubles et des couleurs différentes, mais principalement jaune, rouge, orange et marron. Ils sont particulièrement adaptés aux enfants à cultiver, en raison de leur développement rapide et de leur cycle de vie, ce qui les rend très éducatifs.

Le tournesol pousse bien à des températures élevées, tolérant même des températures proches de 40 ° C. Ainsi, la température minimale pendant le cycle de croissance ne doit pas être inférieure à 5 ° C, et il vaut mieux ne pas en dessous de 10 ° C. rappelez-vous que les vents forts et les tempêtes peut endommager les plantes.

Quant au site de plantation, le sol doit être bien drainé, profond, fertile et riche en matière organique. La plante est assez tolérante au pH du sol, mais idéalement, il devrait se situer entre 6 et 7,5.

- * La floraison du tournesol ne doit pas coïncider avec des périodes humides et froides.
- * La floraison et le remplissage des grains ne doivent pas non plus coïncider avec des périodes très pluvieuses.
- * La récolte du tournesol ne doit pas non plus coïncider avec une saison très pluvieuse.
- * Pendant la période allant de la formation des boutons floraux à la fin de la floraison, le gel ne devrait pas se produire.
- * La période de plantation doit coïncider avec une période de bonnes pluies et des températures adéquates pour la germination.⁹

I.6. Les graines de tournesol sont riches en huile

Ces huiles de grande valeur sont d'abord des tinées à l'alimentation humaine, même si leur valorisation énergétique (transformation en biocarburant Diester) ou vers la chimie végétale prennent de l'importance. Une fois ces huiles extraites des graines au moyen de procédés mis en œuvre dans des industries spécialisées (huileries ou usines de trituration), il reste un produit solide, le tourteau. Riche en protéines, ce coproduit a un grand intérêt pour l'alimentation des animaux d'élevage et remplace facilement le tourteau de soja importé. La graine de tournesol se décompose en moyenne de 44% d'huile, 18% de protéines, 15% de

⁹ West-indies.Fr - BR GRA 05/08 - Créés dits photos : J. J. Baudet, C. Ledermann, D. Rivaud, Matté is, L. Lot, F. Kay, P. Montigny ET UNIP. Des grains aux huiles et protéines végétales, Filière française des huiles et protéines végétales, PROLEA, Paris, 2012.

cellulose, 9% d'eau et 14% d'autres matières. L'huile de tournesol qui est extraite est constituée à 98% de triesters d'acides gras.¹⁰

I.7. Utilisation de l'huile

L'huile de tournesol bio est une huile obtenue grâce à la transformation des graines de tournesol, qui sont récoltées en général au mois de septembre et octobre. Une fois récoltées, ces graines sont épurées, c'est-à-dire nettoyées de tout déchet. Ensuite, les graines sont transformées grâce à une première pression à froid dans une grande presse (température maximale de 27°C pour une pression dite « à froid »).

Il existe deux sortes d'huile de tournesol bio, dont les compositions varient sensiblement : l'huile de tournesol dite « linoélique », plus chargée en Oméga 6, et l'huile de tournesol dite « oléique », plus chargée en Oméga 9.

Ces deux types d'huile de tournesol bio ont tout de même une base de composants commune, dont :¹¹

- L'acide palmitique.
- L'acide stéarique.
- Des acides gras trans.
- La vitamine K.
- La vitamine E.

I.7.1. Pour la cuisson

L'huile de tournesol bio n'est globalement pas recommandée pour la cuisson, car, à haute température, elle entraîne une oxydation (c'est-à-dire que les acides gras présents dans l'huile entrent en réaction avec l'oxygène).

En revanche, elle est peu chère, très neutre en goût, et a la particularité de révéler les saveurs des aliments. Elle peut donc tout à fait servir d'assaisonnement ! Veillez cependant à ne pas

¹⁰- 2021 L'intendance - Tous droits réservés <https://www.lintendance.co/blog/huile-tournesol-bio-bienfaits-utilisations>.

¹¹- 2021 L'intendance - Tous droits réservés <https://www.lintendance.co/blog/huile-tournesol-bio-bienfaits-utilisations>.

en consommer tous les jours, car le déséquilibre entre les Oméga 6 et les Oméga 9 présents dans l'huile de tournesol bio peut engendrer des problèmes de santé.

I.7.2. En cosmétique

I.7.2.1. Huile nourrissante

Cette huile dite « sèche » pénètre la peau très rapidement, sans laisser de film gras. Sa richesse en vitamine E et en Omega 6 en fait une huile très nourrissante et apaisante, idéale pour soigner la peau .

I.7.2.2. Huile teintée

Pour cette recette ultra-simple et sans achat, il vous faudra simplement de l'huile de tournesol bio et la fin d'un fard à joues couleur bronze (ou tout autre type de fard en poudre de cette couleur).

I.7.2.3. Huile de massage

L'huile de tournesol bio est une huile de massage idéale¹².

I.7.3. Biocarburant

Les huiles végétales de tournesol sont transformées en biocarburant Diester (ou ester d'huile végétale) par la réaction de trans-estérification. Ce produit, qui représente 80% des biocarburants produits sur notre territoire, est ensuite incorporé dans les gazoles. D'origine renouvelable, son utilisation permet d'éviter plus de 50% d'émissions de gaz à effet de serre par rapport au gazole.

I.8. Composition de l'huile tournesol

L'huile de tournesol est composée essentiellement de triglycérides (98 à 99%) et d'une faible proportion de substances diverses regroupées sous le terme de fraction insaponifiable (cires, tocophérols, stérols)¹³

L'huile de tournesol est caractérisée par sa teneur importante en AG insaturés 87% contre 13% d'acides gras saturés (Tableau I).

Tableau I : Composition en acides gras de l'huile de tournesol

		Pourcentage d'AG %
Acide palmitique	C 16 :0	5-7%
Acide palmitoléique	C 16 :1 n-9	<0,4%
Acide stéarique	C 18 :0	4-6%
Acide oléique	C 18 :1 n-9	15-25%
Acide linoléique	C18 :2 n-9,12	62-70%
Acide linoléique	C16 :3 n-9,12,15	<0,2%
Acide arachidonique	C20 :0	<1%
Acide gadoléique	C20 :1 n-9	<0,5%
Acide behénique	C22 :0	<1%

¹²- 2021 L'intendance - Tous droits réservés <https://www.lintendance.co/blog/huile-tournesol-bio-bienfaits-utilisations>.

¹³- Karleskind A. (1992). Manuel des Corps Gras. Ed.Tech & Doc, Paris, Tome 1 et Tome II.1579 Tableau V : Composition en insaponifiable de l'huile de tournesol.

La teneur en insaponifiables de l'huile de tournesol est décrite dans le tableau II¹⁴

Tableau II: Composition en insaponifiable de l'huile de tournesol

Insaponifiables	Concentration (mg/100g)
-Teneur en stérols	325-5.5
-Teneur en tocophérols	44-120
-Teneur en hydrocarbures	15-20
-Teneur en hydrocarbures	100

II .Oléochimie

II .1.définition

Historiquement, l'oléochimie est la chimie de transformation des corps gras en molécules d'intérêt pour des applications multiples telles que les savons, les lubrifiants, les tensio-actifs, les émulsifiants et autres agents dispersants. À la fin du XIX^{ème} siècle, la société Lever a mis au point le premier savon utilisant de l'huile de palme (provenant alors principalement d'Afrique) en lieu et place de la matière grasse d'origine animale (suif). Le développement massif de l'huile de palme en Asie (Indonésie, Malaisie) a permis, en accompagnant le développement des économies locales (Au niveau des plantations : écoles, santé, transport, énergie renouvelable – biogaz produit à partir des résidus issus des moulins – ou mise en place de systèmes d'économie participative. dans de multiples applications. La présence de chaînes de graminées insaturées (acide oléique) en fait aussi une matière de choix pour différentes modifications chimiques, la double liaison constituant un site d'intérêt pour diverses fonctionnalisations. De même, vers le milieu du XX^{ème} siècle, l'huile de ricin, et plus particulièrement l'acide ricinoléique, a ouvert la voie, là aussi, à des développements chimiques d'intérêts, tel que l'amino¹⁵, utilisé pour la préparation de divers polyamides.

Au-delà de ces faits historiques marquants, l'oléochimie est devenue au fil des années une chimie complexe avec de très nombreux composés

¹⁴ Université Frères Mentouri Constantine 1 Contrôle Qualité De Deux Huiles Alimentaires Tournesol Et Soja Au Cours Du Raffinage Au Sein De L'industrie Cevital Par : Melle. HAMAILI Ikram Msr . Boudjabi Ramzi Amine : 2020/2021.

¹⁵ Bibliothèque de ressources Akerma. Disponible sur <http://www.arkema.fr/fr/arkema-en-france/implantations-sud-est/marseille> (dernière consultation 17/05/2016).



Figure02 : huile de tournesol

II.2.Principaux domaines d'application des huiles végétales

II.2.1.Pharmacologie :

Des nombreuses huiles végétales se trouvent dans la formule d'un très grand nombre de produit pharmaceutique : sirop, gouttes, gélules. Elles rentrent aussi dans la préparation d'infusion t elle que : la verveine, le thym, la menthe et autres.

II. 2.2. Aromathérapie

En stimulant le système nerveux, les arômes des huiles végétales lancent un ordre d'autorégulation. Plus précisément, l'aromathérapie prépare le corps à lutter contre la maladie en stimulant le réflexe d'auto-guérison et en modifiant la structure chimique des liquides corporels (la salive, le sang, la lymphe). Les huiles végétales ont également une influence sur les sécrétions hormonales, sur l'équilibre endocrinien et sur les réactions neurovégétatives corporelles .

II.2.3. Industries agroalimentaires

Plusieurs segments alimentaires utilisent, à degrés divers, les huiles végétales qui leur offrent un formidable potentiel de leurs notes aromatiques dans un registre infiniment varié. On les retrouve presque dans tous les secteurs alimentaires: boissons non alcoolisées, confiseries, produits laitiers, soupes, sauces, produits de boulangerie, produits carnés...etc. Cependant, c'est seulement récemment que beaucoup d'attention a été donnée à l'application potentielle d'HE comme conservateurs et ceci est dû à la présence dans ces dernières de composés ayant des propriétés antimicrobiennes et antioxydantes . La part des HE dans l'aromatation ne cesse de croître au dépend des composés

aromatiques de synthèse, à côté de dérivés de transformation de fruits, les huiles végétales ont vraisemblablement encore une progression pour leur marché.¹⁶

II.3. Les Différents types des huiles végétales et leurs particularités

Les huiles végétales sont principalement faites à base de grains oléagineux (colza, tournesol, etc.), de légumineuses (arachide, soya, etc.), de noix (huiles de palme et de palmiste)¹⁷ et de fruits (huile d'olive, etc.). Leur importance peut s'apprécier par leur utilité dans l'alimentation, les biocarburants et la production industrielle. Sur le plan macromoléculaire, les huiles végétales fournissent comme principal nutriment des lipides sous forme de triglycérides. En effet, toutes les huiles végétales sont composées d'un ensemble de triglycérides constitué de différents acides gras, et ce, dans des proportions différentes. La plupart des huiles végétales consommées sont composées d'acides gras non saturés, c'est-à-dire riches en acides gras mono-insaturés (huile d'olive, huile de canola ou de colza, huile d'arachide) ou polyinsaturés (huile de tournesol, huile de soya, huile de maïs). Toutefois, certaines huiles végétales sont riches en gras saturés¹⁸, en particulier l'huile de coco (91 % de gras saturés), l'huile de palmiste (86 %) et l'huile de palme (51 %).

II.4. Domaines d'application

Bien que les applications dans les industries de l'alimentation, de la pharmacétique et des cosmétiques soient plus connues du grand public, les applications industrielles consomment les volumes les plus importants de produits oléochimiques, soit à hauteur de plus de 50 % de la production oléochimique mondiale.

Les différents secteurs de l'oléochimie industrielle sont:

- Fluides mécaniques : Lubrifiants, graisses, fluides hydrauliques et caloporteurs ;
- Revêtements et adhésifs : Peintures, laques, colles, pavage ;

* Matériaux : Plastiques, caoutchoucs, linoléum ;

* Agents tensioactifs : Détergents, surfactants et savons ;

* Agents d'imprégnation : Cires, encres, agent assouplissants, traitement du bois ;

* Combustibles : Biodiesel, huile, cire de chandelle ;

* Intermédiaires chimiques : Solvants, produits chimiques, additifs.

¹⁶ Kerbouche, Lamia 2010, Composition chimique et activité biologique des huiles essentielles de quelques plantes des familles de labiacées et de cupressacées.

¹⁷ L'huile de palmiste est extraite des graines – les noyaux – du fruit du palmier à huile. Elle est différente de l'huile de palme, qui est extraite de la chair du fruit.

¹⁸ La consommation excessive de gras saturés contribuerait à l'accroissement du risque de maladies cardiovasculaires, car elle augmenterait le taux de cholestérol LDL dans le sang. Par contre, les acides gras mono-insaturés et polyinsaturés auraient tendance à abaisser le cholestérol LDL.

Ces mêmes secteurs sont aussi soumis à des pressions importantes pour que les normes environnementales qui les touchent soient des plus sévères. Le créneau de l'oléochimie industrielle, s'inscrit aujourd'hui dans la large tendance du développement durable et s'ouvre sur des perspectives très prometteuses¹⁹.

II.5.Principaux procédés de transformation

- Estérification
- Trans-estérification
- Sulfurisation , soufflage, ...

✓ Hydrolyse:

Triglycérides + eau → acides gras + glycérine (Huile)

✓ Esterification:

Acides gras + alcool → ester + eau D'acides gras

✓ Trans-estérification :

Triglycérides + alcool → esters + glycérine (Huile)

III. Généralités sur les métabolites secondaires

III .1.Des alcaloïdes

III.1.1.définition

Alcaloïdes vrais: Ce sont des substances d'origine naturelle (principalement végétale), azotées (l'atome d'azote inclus dans un système hétérocyclique), +/- basiques, donnant des réactions de précipitation avec certains réactifs « réactifs généraux des alcaloïdes » , bio génétiquement formés à partir des acides aminée et douées, à faible dose, de propriétés pharmacologiques marquées.

¹⁹- Mise En Valeur des Huiles De Tournesol Sciences Et Techniques. Smassel. Ahmed. 2012/2013. Ouargla.

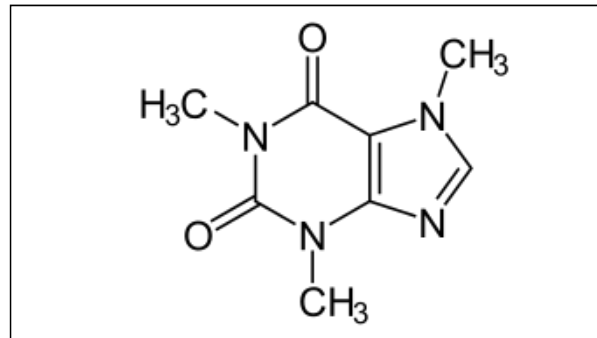


Figure03: Structure générale des alcaloïdes

- **Les pseudo-alcaloïdes:** présentent les caractéristiques des alcaloïdes vrais mais ne sont pas des dérivés des acides aminés, ex: alcaloïdes terpéniques et alcaloïdes stéroïdiques
- **Les proto-alcaloïdes:** sont des amines simples dont l'azote n'est pas inclus dans un système hétérocyclique, mais ils sont élaborés à partir d'acides aminés, ex: sérotonine, mescaline...²⁰

III.1.2.Extraction, caractérisation et dosage

⇒ L'extraction est basée sur la différence de solubilité des alcaloïdes en milieu acide et en milieu alcalin (solubilité des sels et des bases dans l'eau et les solvants organiques) ; ils vont ainsi pouvoir être séparés des autres constituants du végétal qui possèdent les mêmes solubilités quelque soit le pH.²¹

⇒ Il existe trois types d'extraction des alcaloïdes :

↳ Extraction par les solvants organiques non polaires.

↳ Extraction par les solvants organiques polaires.

↳ Extraction par l'eau acide

III.13. Extraction par les solvants organiques non polaires

C'est la méthode la plus importante. Elle comprend plusieurs étapes :

→ Déplacement des alcaloïdes de leurs combinaisons et extraction.

La plante séchée et pulvérisée est traitée par un ammoniacque alcali .

²⁰ <https://fmedecine.univ-setif.dz/ProgrammeCours/LES%20ALCALOIDES-Cours%20de%20pharmacognosie%20Dr%20SAHRAOUI%203eme%20ann%C3%A9e%20pharmacie>.

²¹ <https://fsnv.univ-setif.dz/images/telecharger/BEV/41.pdf>

Les alcaloïdes libérés sont ensuite extraits par un solvant organique non polaire. L'épuisement se fait à froid par macération, percolation ou à l'aide d'un appareil à épuisement continu (Soxhlet). On obtient un marc (poudre pulvérisée) et une solution organique dans laquelle les alcaloïdes se trouvent à l'état de bases. → Purification : La purification consiste à faire passer les alcaloïdes de la phase organique à la phase aqueuse par acidification et inversement de la phase aqueuse à la phase organique par alcalinisation : on élimine ainsi les impuretés solubles dans les solvants organiques (lipides, résine, chlorophylle) et les impuretés hydrosolubles (sucres, sels minéraux et organiques).

III.1.4. Extraction par l'alcool acide

La drogue pulvérisée est traitée par une solution alcoolique acide ; celle-ci est ensuite évaporée à sec. Le résidu est repris par l'eau acide ; après alcalinisation, la solution aqueuse est épuisée par un solvant organique non polaire. On obtient une solution organique d'alcaloïdes ; bases purifiés ; on évapore le solvant. On obtient un résidu d'alcaloïdes totaux (bases).

III.1.5. Extraction par l'eau acide

La drogue pulvérisée est épuisée par l'eau acide. On obtient une solution aqueuse acide de sels d'alcaloïdes. À cette solution on peut ajouter : • un agent alcalin : on obtient alors un précipité d'alcaloïdes bases que l'on peut recueillir ou que l'on peut extraire par un solvant organique non polaire • un réactif précipitant : les alcaloïdes totaux peuvent alors être récupérés à partir du complexe formé.²²

III.1.6. Rôle des alcaloïdes

Le rôle biologique des alcaloïdes réside essentiellement dans leur amertume et leur toxicité, ils pourraient jouer un rôle de protection vis à vis des prédateurs et des herbivores. Indépendamment du rôle biologique des métabolites secondaires, un certain nombre de fonctions ont été proposés plus particulièrement pour les alcaloïdes. Ils pourraient être des produits d'excrétion du métabolisme azoté, les

- alcaloïdes jouant chez les plantes le rôle de l'urée ou de l'acide urique chez les animaux. Ils pourraient également servir de réserves d'azote

²²- Houazene. Mounira .Étude De L'activité Antibactérienne Des Flavonoïdes Et Des Tanins Du Marrube Blanc Et L'évaluation De L'activité Antioxydante De L'extrait Tannique. 28 / 09 / 2017.

• On retiendra également leur toxicité bien que cela n'empêche pas l'adaptation de certains animaux: aussi la Belladone, toxique pour l'homme, peut être broutée par un lapin, celui-ci possédant un enzyme hydrolysant la molécule de l'hyoscyamine en acide tropique et tropanol non toxiques.²³

III.1.7. Caractérisation des alcaloïdes

A) Caractérisation des alcaloïdes totaux: La caractérisation générale des alcaloïdes s'effectue sur un extrait aqueux acide de la drogue par les réactions de précipitations .

Les précipités obtenus, donnent une idée de la teneur de la drogue en alcaloïdes.

B) Caractérisation spécifique de groupes d'alcaloïdes: La caractérisation s'effectue sur le résidu sec d'alcaloïdes totaux par des réactions colorées spécifiques à un type chimique d'alcaloïdes :

- p-diméthylaminobenzaldéhyde donne avec les alcaloïdes de l'ergot de seigle une coloration bleu violacée
- Sulfate de Cérium et d'ammonium donne avec l'indole une coloration jaune et les dihydroindole une coloration rouge
- Réaction de Vitali-Morin donne avec l'ester de l'acide tropanique une couleur violacée
- Les réactifs de chlorures ferriques sont utilisés en milieu chlorhydrique pour l'identification du tropalone ou en milieu perchlorique pour l'identification de la Rauwolfia. Ou sur des teintures et des extraits alcooliques d'alcaloïdes bases purifiés par les méthodes chromatographiques (CCM, HPLC) permettant l'identification des mélanges en présence de témoins et la révélation de la plaque de CCM se fait par le réactif de Dragendorff²⁴.

²³- <https://fac.umc.edu.dz/snv/faculte/BCM/2019/CHAPITRE%204%20LES%20ALCALOIDES.pdf>.

²⁴- <https://fmedecine.univ-setif.dz/ProgrammeCours/LES%20ALCALOIDES-Cours%20de%20pharmacognosie%20Dr%20SAHRAOUI%203eme%20ann%C3%A9e%20pharmacie.pdf>.

III.2. Les Flavonoïdes

III.2.1- Définition

Les flavonoïdes sont des dérivés du noyau FLAVONE ou 2-PHENYL CHROMONE portant des fonctions phénols libres, éthers ou glycosides.²⁵

Le noyau FLAVONE est lui même un dérivé du noyau FLAVANE de base.

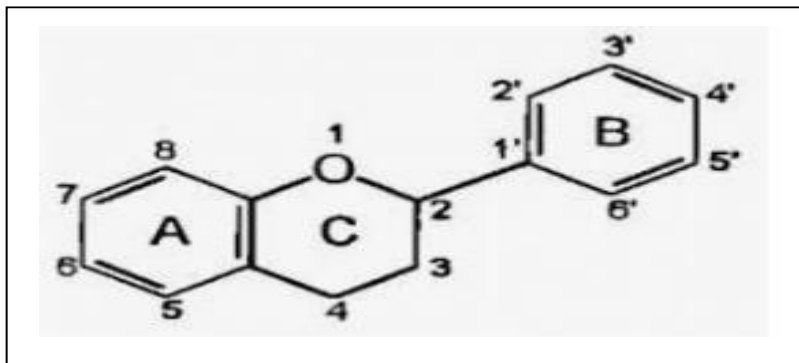


Figure 04 : Structure générale du noyau des flavonoïdes²⁶

Les flavonoïdes sont donc des polyphénols complexes dont la structure est constituée de deux noyaux aromatiques (noyaux A et B) et d'un hétérocycle oxygéné (cycle C).

III.2.2. Analyse structurale des flavonoïdes

Les méthodes d'analyse structurale comprennent des méthodes chimiques et physico-chimiques. Les techniques les plus couramment utilisées sont.

Spectroscopie UV-Visible La spectrophotométrie UV-Visible est basée sur le principe suivant : en milieu alcoolique, chaque famille de flavonoïdes a un spectre d'absorption caractéristique, susceptible d'être modifié par l'addition des réactifs. D'après Jurd et al. et Voirin et la nature du réactif et l'effet qu'il produit sur le spectre d'absorption apportent des indications sur la structure des flavonoïdes. Les étapes d'enregistrement des spectres en présence de réactifs sont effectuées selon les étapes suivantes :

Première étape : On enregistre le spectre d'absorption dans le méthanol neutre puis immédiatement après l'ajout d'une goutte de NaOH (0,5 N), ensuite on enregistre après 5 minutes

²⁵ Université Mentouri Constantine. Professeur .Benayache Samir. Benguerba Adlen. Mai 2008.

²⁶ Houazene .Mounira .Etude De L'activité Antibactérienne Des Flavonoïdes Et Des Tanins Du Marrube Blanc Et L'évaluation De L'activité Antioxydante De L'extrait Tannique.28 / 09 / 2017.

. **Deuxième étape** : On enregistre une première fois le spectre d'absorption dans le méthanol, puis à cette solution on additionne AlCl_3 (1%) et on enregistre le spectre d'absorption. Après cette opération on rajoute quelques gouttes d'acide chlorhydrique (6N) puis on enregistre le spectre de cette nouvelle solution.

Troisième étape : On enregistre dans la solution méthanolique puis on ajoute NaOAc (sec) et on enregistre le spectre, après cette opération on rajoute à cette solution quelques gouttes de solution saturée d'acide borique puis on enregistre le spectre d'absorption.²⁷

III.2.3. Structure chimique et classification

Les composés de chaque sous-classe se distinguent par le nombre, la position et la nature des substituants (groupement hydroxyles, méthoxyles et autres) sur les deux cycles aromatiques A et B et la chaîne en C-3 intermédiaire. Les flavones et les flavonols représentent à eux seuls plus de 80% des flavonoïdes connus d'où la place de choix qu'ils occupent au sein de cette classe de produits du métabolisme secondaire. Concernant toujours les flavones et les flavonols (côté structure), dans 90% des cas, le cycle A est substitué par des hydroxyles libres en position 5 et 7 (hydroxyles originels). Quelques fois, les carbones C-5 et C-7 peuvent porter des substitutions de types O-Alkyl. D'autre part, dans plus de 80% des cas, le cycle B est substitué en C-4' ou disubstitué en C-3' et C-4', ou moins fréquemment 3',4',5'-trisubstitué. Ces substituants du cycle B peuvent être des hydroxyles libres (flavonoïdes polyhydroxylés) ou des méthoxyles (flavonoïdes polyméthoxylés). Les positions C-2' et C-6' ne sont qu'exceptionnellement substituées.²⁸

III.3. Les tanins

III.3.1. Définition Les tanins

Sont des polyphénols qu'on trouve dans de nombreux végétaux tels que les écorces d'arbres, les fruits (raisin, datte, café, cacao...) et les feuilles de thé. Les tanins sont des composés phénoliques solubles dans l'eau et les solvants polaires. Les tanins ont la propriété de tanner la peau. C'est à dire de la rendre imputrescible ;

²⁷ Brahim Harkati Valorisation Et Identification Structurale Des Principes Actifs De La Plante De La Famille Asteraceae: Scorzonera Undulata. E 17 Janvier 2011.

²⁸ Chaouche Massika Recherche Et Détermination Structurale Des Composés Flavoniques De L'espèce : Myrtus Communis L. (Myrtaceae) 20/05/2010.

cette propriété est liée à leur aptitude à se combiner à des macromolécules (protéines, polysaccharides...) ²⁹ Ils présentent, à côté des réactions classiques des phénols, la propriété de précipiter les alcaloïdes, la gélatine et d'autres protéines. On distingue habituellement, chez les végétaux ³⁰ supérieurs, deux groupes de tanins différents par leur structure : les tanins hydrolysables et les tanins condensés

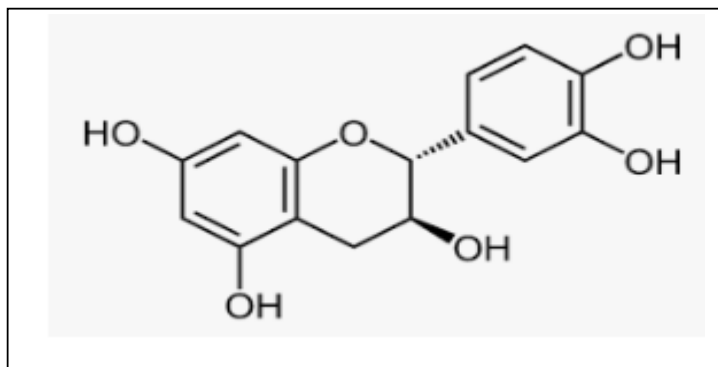


Figure05: Structure générale de les tanins

III.3.2. Classifications

A- Les tanins hydrolysables Ce sont des esters du glucose (ou de molécules apparentées) et d'acides phénols qui sont : l'acide gallique, on parle alors de tanins galliques ou de l'acide ellagique, qui est un dimère de l'acide gallique, on parle alors de tanins ellagiques. Dans les deux cas, la fraction osidique est estérifiée par plusieurs molécules d'acide gallique ou plusieurs molécules d'acide ellagique ³¹

b- Les tanins condensés : Les tanins condensés, appelés aussi polyphénols ou proanthocyanidine, sont largement répandus dans l'alimentation humaine (fruits, légume, thé, dattes, ...). Certains auteurs ont trouvé pour la variété Deglet- Nour que le taux est 16,66 ug/ml d'acide tannique, au stade Tmar, cette teneur reste faible par rapport à celle notée par Yahiaoui, 1999 (70 ug/ml d'acide tannique).

Il a été rapporté par Haslam (1998) que les tanins jouent un rôle important dans les qualités organoleptiques et nutritionnelles des produits. Ces tanins sont des oligomères ou polymères de flavan-3-ols qui ont la propriété de libérer des anthocyanes en milieu acide à

²⁹Haouli Nour El Houda Caractérisation Phytochimique Et Biologique Du Contenu Tannique De « Marrubium Vulgare » Et « Urtica Urens » De Zones Arides Et Semi Arides 14 /06/2015.

³⁰ Haouli Nour El Houda Caractérisation Phytochimique Et Biologique Du Contenu Tannique De « Marrubium Vulgare » Et « Urtica Urens » De Zones Arides Et Semi Arides 14 /06/2015.

³¹ Ahmed. Bessas. dosage biochimique des composés phénoliques dans les dattes et le miel récoltés dans le sud algérien. université djillali libes sidi bel abbes. 2008.

chaud par rupture de la liaison inter monomérique Ils ne s'hydrolysent pas sous l'action des acides minéraux dilués mais forment à l'ébullition des composés insolubles appelés phlobaphènes ou rouge de tanins.³²

III.4. Les saponines

III.4.1. Définition

Les saponines (du latin *sapo* = savon) constituent un vaste groupe d'hétérosides appartenant aux triterpènes cycliques. Elles sont caractérisées par leurs propriétés tensioactives, car ils se dissolvent dans l'eau en formant des solutions moussantes (MALNE et al., 1980 ; CHARROUF et al., 1996). Elles sont principalement produites par les plantes, mais aussi par les organismes marins.³³

III.4.2. Structure chimique

III.4.2.1. PARTIE OSIDIQUE

Les oses sont : glucose, galactose, rhamnose, arabinose...souvent associés à l'acide glucuronique. Ils sont répartis en une ou deux chaînes linéaires ou ramifiées fixées sur la génine.

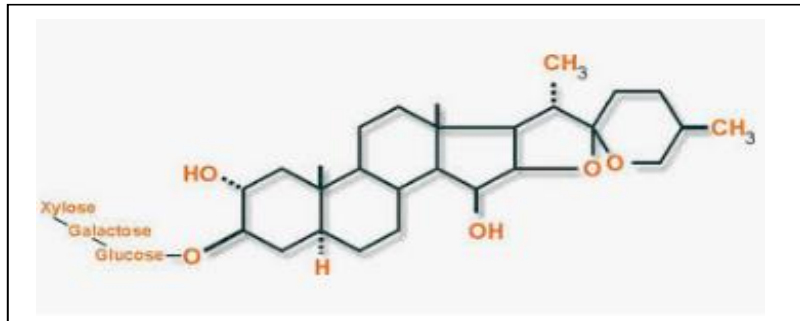


Figure06: Structure générale de les saponines

III.4.2.2. GENINES Les génines appartiennent à deux types structuraux

a.génines stéroïdiques : (neutre) à 27 atomes de carbone. Elles sont construites sur un squelette hexacyclique spirostane (ex. diosgénine),

³²- Ahmed. Bessas. dosage biochimique des composés phénoliques dans les dattes et le miel récoltés dans le sud algérien .université djillali libes sidi bel abbes. 2008.

³³- Melle CHEMOUL Tamazouzt Essai de valorisation de quelques ressources agricoles par l'extraction des saponines à partir des feuilles de noyer et leur application dans l'élaboration d'une pommade cosmétique et les pectines à partir d'écorces de melon et leur caractérisation. : 29.10.2015.

b.génines triterpéniques

(acide) à 30 atomes de carbone. a-Squelette pentacyclique : a-1-Squelette Oléanane : type β -amyrine.³⁴

a-1-Squelette ursane : type a-amyrine.

b-Squelette tétracyclique

: Squelette dammarane :

III.5. Les coumarines

III.5.1. Définition

La coumarine est une substance naturelle organique aromatique isolée de la fève tonka par Vogel en 1820. Elle fut synthétisée en 1868 par W.H. Perkin à partir de l'aldéhyde salicylique et d'un anhydride d'acide, à haute température en présence d'une base faible (CH_3COONa). Son nom vient de l'arbre sur lequel pousse la fève tonka, que l'on appelle kumarù en amérindien, connue dans la nomenclature internationale comme 2H-1-benzopyran-2-one qui peut être considérée en première approximation, comme une lactone de l'acide Z-2-hydroxy-cinnamique. Son odeur de foin fraîchement coupé a attiré l'attention des parfumeurs dès le XIXe siècle. Les coumarines existent sous plusieurs structures différentes. Elles constituent une classe importante d'agents pharmacologiques possédant une gamme de différentes activités physiologiques, elles font objet de la recherche intense dont la possibilité que cette classe de molécules pourrait être une source de médicaments pour le traitement de plusieurs maladies.³⁵

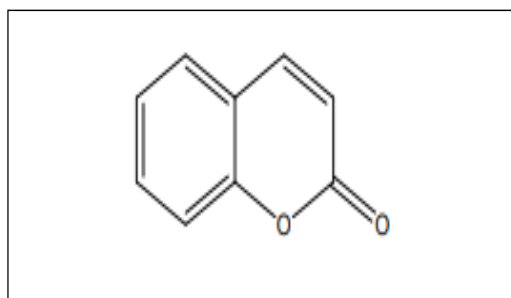


Figure 07: Structure générale de la coumarine

³⁴- Dr Ben Moussa MT Département de pharmacie Laboratoire de pharmacognosie

³⁵ : M elle IMMOUNE LILA et Melle ZEBICHE NOUARA Synthèse et activités biologiques de quelques molécules hétérocycliques 14 / 07 / 2016.

III.5.2. Diversité structurale des coumarines

La coumarine est une famille de composés, qui se forment par une substitution sur un cycle aromatique, de ce fait et selon la nature des substitutions, on peut classer les coumarines en :

III.5.2.1. Coumarines simples

Les coumarines les plus répandues dans le règne végétal possèdent des substitutions (OH ou OCH₃) en 6 et 7³⁶. Exemples : les hétérosides.

III.5.2.1.b. Les hétérosides :

Tableau3.I.2 : Les hétérosides

Coumarines	R1	R2	R3
Esculoside (=Esculine)	O-Glu	OH	H
Cichorioside(=cishorine)	OH	O-Glu	H
Scopoloside(=scopoline)	OCH3	O-Glu	H
fraxoside	OCH3	O-Glu	OH

III.6. Les terpénoïdes

III.6.1. Définition

Les terpénoïdes sont des métabolites secondaires synthétisés par les plantes, organismes marins, les champignons et même les animaux. Ils dérivent d'une structure de base à cinq carbones (C₅H₈), communément appelée isoprène. Selon le nombre répétitif de cette unité, les terpénoïdes sont classés en : monoterpénoïdes(C₁₀), sesquiterpénoïdes (C₁₅), et diterpénoïdes (C₂₀)³⁷

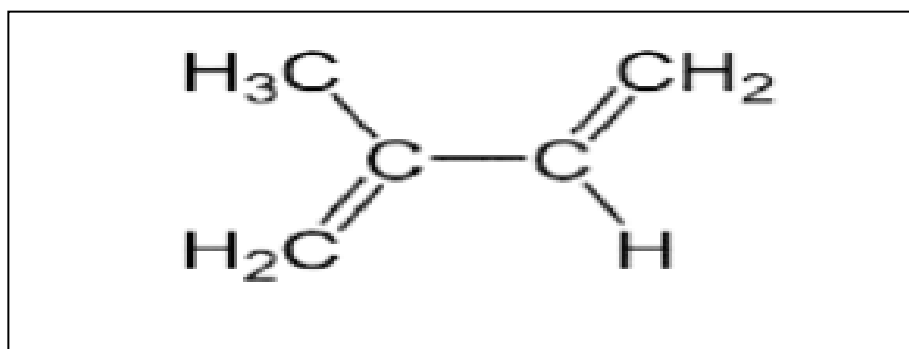


Figure 08: Structure général de l'isoprène (C₅H₈).

³⁶- Tebakh .Chabha, Imerzoukene Fadhela. Synthèse et caractérisation de quelques molécules anticoagulante dérivées de la coumarine. Master: Chimie pharmaceutique: UMMTO, (2009).

³⁷- Houazene. Mounira. Etude de l'activité antibactérienne des flavonoïdes et des tanins du marrube blanc et l'évaluation de l'activité antioxydante de l'extrait tannique. 28 / 09 / 2017.

Conclusion

Le tournesol possède plusieurs vertus :

- ✓ Ses graines sont, certes petites, mais elles sont riches en nutriments importants.
- ✓ Ses graisses saines qu'elles renferment contribuent à protéger le cœur et les vaisseaux.
- ✓ Ces petites merveilles peuvent aider les végétariens et les végétaliens à combler leurs besoins journaliers en protéines.
- ✓ Les graines de tournesol décortiquées peuvent se consommer crues ou venir relever le goût de plats aussi bien sucrés que salés.

Chapitre II:

Méthodes physico-chimique d'analyse



*La meilleure façon de
prédire l'avenir est de le créer*

Introduction

Les huiles végétales jouent un rôle essentiel dans notre alimentation. Elles assurent tout d'abord une fonction nutritionnelle et énergétique.

L'huile végétale est extraite de graines oléagineuses et de certains fruits; elle est utilisée principalement comme huile de table, qu'elles soient pures (formulées d'une seule huile) ou coupées (mélange de deux huiles).

C'est le dernier conduit à apparaître d'une grande variété de techniques d'extraction la caractérisation des huiles, ont subi des différentes analyses physico-chimiques.

Ces technologies peuvent être classifiées en deux catégories conventionnelles (utilisées depuis longtemps) et innovantes (développées plus récemment).

I. Extraction

Les extractions sont parmi les méthodes les plus utilisées en analyse pour séparer les mélanges.

Cette technique utilise un moyen pour séparer sélectivement un ou plusieurs composés d'un mélange sur la base de propriétés chimiques ou physiques.¹

L'extraction consiste à transférer un composé d'une phase à une autre:

- D'une phase liquide à une autre phase liquide.
- D'une phase solide à une phase liquide.

I.1. Technique d'extraction

Plusieurs techniques simples existent :

- **La filtration** : permet de séparer les constituants d'un mélange solide-liquide.

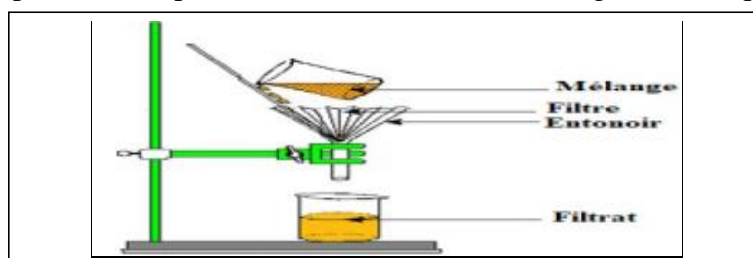


Figure 09: Montage de filtration par gravité.

- **Pressage** : on exerce une pression pour faire sortir un produit.
- **Décoction** : on place dans de l'eau froide des végétaux, et on les porte à ébullition. On récupère alors les espèces par évaporation.
- **Infusion** : on trempe des végétaux dans de l'eau bouillante.

¹Université Frère Mentour Constantine 1, Polycopié du Cours: Techniques de séparation, Présenté par Dr. Sabrina BENDIA, Année: 2019/2020.

- **Enfleurage** : on dispose sur de la graisse des végétaux et on recueille sur celle-ci des arômes.

I.1.2.MÉTHODES D'EXTRACTION

Il existe plusieurs méthodes d'extraction :

I.1.2.1.Entrainement par la vapeur

C'est procédé le plus utilisé dans l'extraction moderne.

Le procédé consiste à placer la masse végétale dans un alambic à vapeur sous pression et faire passer le flux de vapeur en son sein.

La chaleur de la vapeur fait éclater les gouttes d'huiles végétales qui s'évaporent.

La vapeur étant emprisonné dans un circuit fermé, elle monte naturellement dans l'alambic jusqu'à son passage dans un système de refroidissement.

La vapeur est donc condensée et fait sont retour à l'état liquide en étant gorgé des précieuses huiles essentielles².

L'huile essentielle commence à se séparer de l'eau et, bien sûr, flotte au-dessus de l'eau. On pense que ce processus permet de conserver les propriétés curatives et aromatiques de la manière la plus avantageuse³.

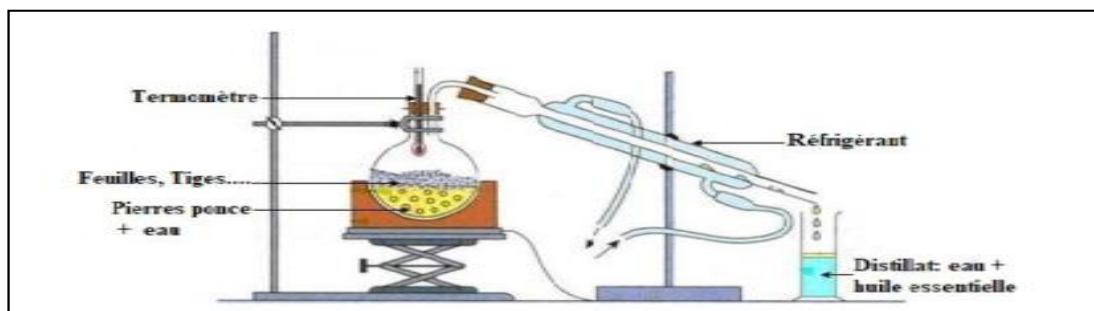


Figure 10: Schéma d'un montage d'hydro distillation

a. Hydrodistillation simple

La méthode par hydrodistillation est traditionnellement la plus couramment utilisée (environ 80% des cas) car elle est la plus économique.⁴

Elle consiste à immerger directement le matériel végétal à traiter (intact ou éventuellement broyé) dans un alambic rempli d'eau qui est ensuite porté à ébullition.

Les vapeurs hétérogènes sont condensées sur une surface froide et l'huile essentielle se sépare par différence de densité.⁵

²BRUNETON, J., 1999. Pharmacognosie- photochimie- Plantes médicinales. Ed : Tec Doc. Lavoisier, Paris, 1220 p.

³PADRINI, P et LUCHERONI, M.T., 1996. Le grand livre des huiles essentielles- guide, pratique pour retrouver vitalité, bien-être et beauté avec les essences. Ed : De Vecchi, Paris.

⁴Université Abou Bekr Belkaid, 2015. Fekih N. [thèse]: Propriétés chimiques et biologiques des huiles essentielles de trois espèces du genre Pins poussant en Algérie Tlemcen.

b. Hydrodistillation :

L'hydro distillation demeure la technique la plus utilisée pour extraire les huiles essentielles et pouvoir les séparer à l'état pur mais aussi de fournir de meilleurs rendements.⁶ Le principe consiste à immerger la matière végétale dans un bain d'eau. L'ensemble est porté à ébullition sous pression atmosphérique.

La chaleur permet l'éclatement et la libération des molécules odorantes contenues dans les cellules végétales.

Ces molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau un mélange azéotrope (eau huiles essentielles) et l'huile essentielle est séparée de la phase aqueuse par différence de densité^{7,8}

Cependant, l'hydro distillation possède des limites.

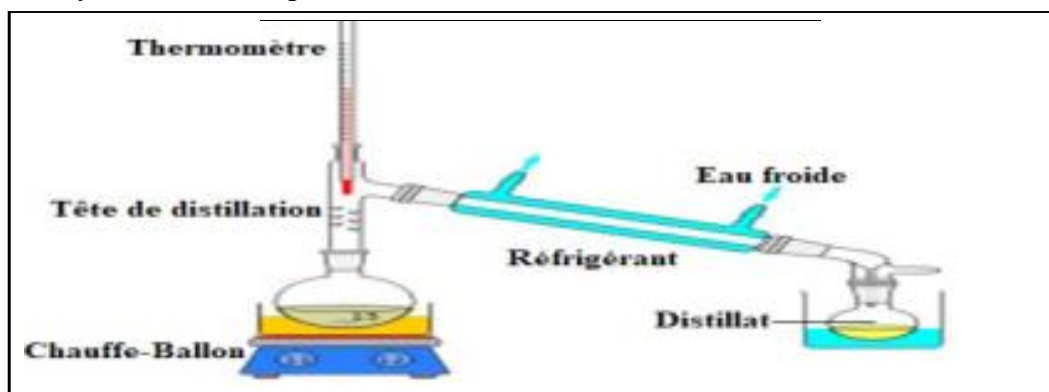


Figure 11 : Schéma d'une simple hydrodistillation

1.1.2.2. Extraction par solvant

L'extraction par solvant consiste à dissoudre la substance contenant l'huile essentielle recherchée dans un solvant, puis à éliminer le solvant et récupérer l'huile essentielle.

Les séparés des constituants recherchés étant solubles dans les solvants employés, il est particulièrement aisé⁹.

⁵ Simple-hydro distillation [en ligne]. Consulté en Juin 201. disponible sur: www.researchgate.net.

⁶ Citrus d'Algérie : les huiles essentielles et leurs procédés d'extractions. Ed. Office des publications universitaires, Alger. p157 Ferhat M.A., Meklati B.Y., Chemat F. (2010).

⁷ Extraction des épices et herbes aromatiques et différents types d'extraits. Epices et aromates. Tec et Doc – Lavoisier, APRIA., Paris. 108p. Peyron L. et Richard H., 1992.

⁸ Crouzet J., 1996, Arômes alimentaires. Techniques de l'ingénieur, F 4 100, Paris.

⁹ UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID – Sur le thème ; Extraction solide-liquide sur pilote de graine aromatique TLEMCEN Un Mr BENGUERFI Mohammed Wassim, Mr BENAMMAR Amen Allah Soutenu publiquement le 19 juin 2018.

I.1.2.3. Extraction par macération

La poudre de la plante est macérée à température ambiante pendant quelques heures à une nuit dans des solutions aqueuses des solvants: éthanol, méthanol.¹⁰

I.1.2.4. Extraction par froid

Il s'agit d'une méthode d'extraction de l'huile de la matière première sans chauffage. Dans la démarche, la graine ou une partie de plante sont pressées à froid afin d'avoir une huile vierge de haute qualité.

C'est la seule méthode qui garantit la pureté et la conservation de la l'huile extraite.¹¹

I.1.2.5. Extraction par micro- ondes

Le procédé d'extraction par micro-ondes appelée Vacuum micro-ondes

Hydro distillation consiste à extraire l'huile essentielle à l'aide d'un rayonnement micro-ondes d'énergie constante et d'une séquence de mise sous vide.

Seule l'eau de constitution de la matière végétale traitée entre dans le processus d'extraction des essences.

Sous l'effet conjugué du chauffage sélectif des micro-ondes et de la pression réduite de façon séquentielle dans l'enceinte de l'extraction, l'eau de constitution de la matière végétale fraîche entre brutalement en ébullition.

Le contenu des cellules est donc plus aisément transféré vers

l'extérieur du tissu biologique, et l'essence est alors mise en œuvre par la condensation, le refroidissement des vapeurs et puis la décantation des condensats¹².

I.1.2.6. Extraction par Soxhlet

L'extraction par l'appareil de Soxhlet consiste à faire passer à travers la matière à traiter contenue dans une cartouche de cellulose, un flux descendant de solvant toujours renouvelable puisque distillé à chaque cycle.¹³

Un extracteur Soxhlet est une pièce de verrerie qui permet de faire l'extraction continue par solvant d'un solide.

Il se compose d'un corps en verre dans lequel est placé une cartouche en papier filtre épais, d'un tube siphon et d'un tube d'adduction.

¹⁰Extraction à froid, Mahmoudi et al, 2013 ; Talbi et al, 2015.

¹¹Schidecke, D. (s.d.). Lipide- Technique d'extraction et de dosage - principaux indices des matières grasses O .R. S .T. O. M Fond documentaire.

¹²Caractérisation des huiles essentielles de trois plantes aromatiques : Hyptis spicigera, Pluchea ovalis et Laggetera aurita. DEA. UNIVERSITE de Lomé-Togo, Julia Nzeyumwami K (2004).

¹³Univ Badji Mokhtar - Annaba. p18-19, Activités antioxydant et antimicrobienne de deux plantes du sol local : Origanum vulgare et Mentha pulegium. Thèse de Doctorat en Biochimie appliquée. Bouhaddouda N, 2015.

Le corps de l'extracteur est placé sur un ballon contenant le solvant extracteur, les matières premières à extraire sont placés dans l'extracteur surmonté d'un réfrigérant.

Quand le ballon est chauffé, les vapeurs du solvant passent par le tube adducteur, se condensent dans le réfrigérant et retombent dans le corps de l'adducteur, faisant ainsi macérer les résidus dans le solvant.

Le solvant condensé s'accumule dans l'extracteur jusqu'à atteindre le sommet du tube siphon, qui provoque alors le retour du liquide dans le ballon, accompagné des substances extraites.¹⁴

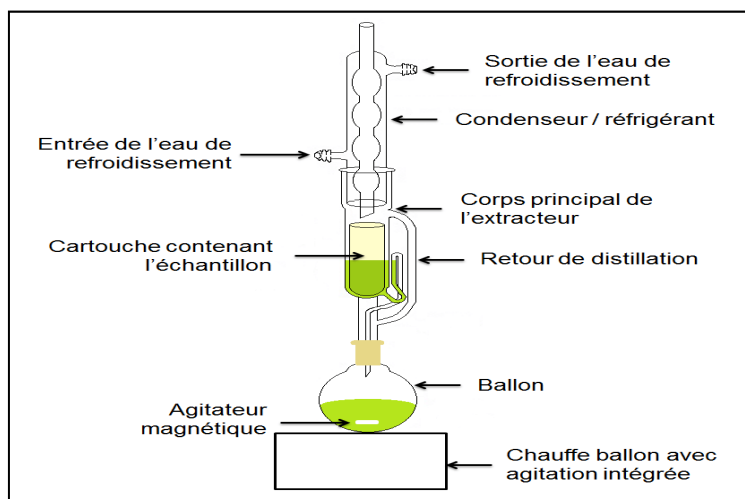


Figure12: Schéma d'un appareil de Soxhlet

II.Principe de l'évaporateur rotatif

L'évaporateur rotatif (ou rotavap, ou rotavapor) est un appareil utilisé en chimie afin de distiller rapidement des solvants, dans le but de concentrer partiellement une solution ou pour concentrer à sec (on enlève tout le solvant) une solution ou une suspension.

Cet appareil permet d'éliminer rapidement un solvant volatil par évaporation.

Le principe est basé sur l'abaissement du point d'ébullition avec la pression (schéma 03).¹⁵

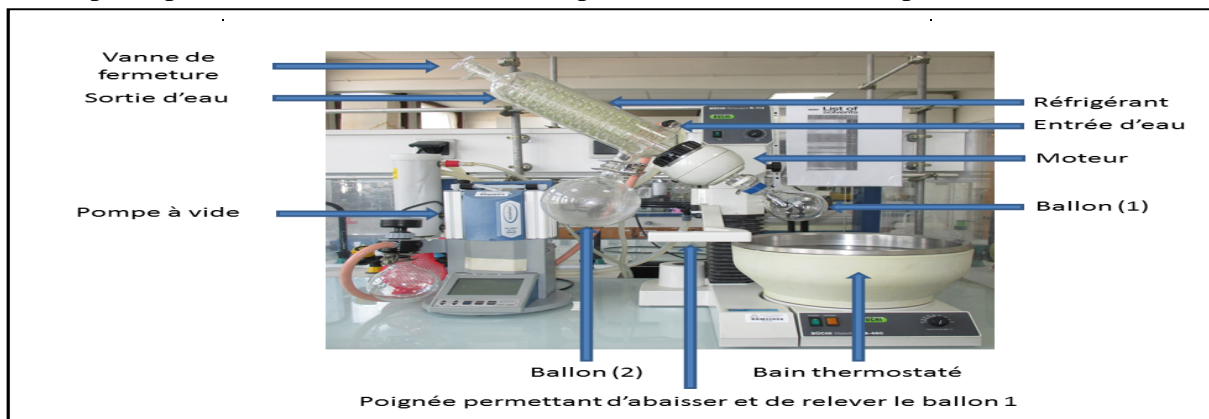


Figure13: schéma de l'évaporateur rotatif

¹⁴Univ Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem. p 28, Extraction des huiles essentielles Analyse par FT-IR et UV-Visible. Mémoire de fin d'étude en Chimie.

¹⁵Universitaire 2012/2013, MEMOIRE DU MASTER EN CH Bettahar, 2015. IMIE ; Présenter par : Chekroun Nabila, Date Année: 12 /09/2013.

II.1. Comparaison entre les procédés d'extraction des huiles végétales

Tableau.1 : Avantages et inconvénients des différents procédés d'extraction. ¹⁶

Procédés d'extraction	Avantages	Inconvénients
Hydro distillation	-Essence de bonne qualité, très concentrée. -Contact direct entre matière végétale-eau.	-Perte d'une partie d'essence par évaporation, oxydation, dissolution et cyclisation. -Procédé violent.
Entraînement à la vapeur d'eau	-Réduire l'altération des constituants d'huile essentielle. -Efficacité d'extraction.	-Réaction secondaire hydrolyse et formation d'artéfacts
Micro-onde	-Rapidité -Réduction considérable du temps d'extraction -Amélioration du rendement.	-Détérioration des constituants odorants par les micro-ondes qui possèdent une grande énergie de pénétration

II.2. Récupération de l'extrait

Le mélange recueilli par les différentes méthodes d'extraction citées ci-dessus est soumis à une pression sous vide grâce à un évaporateur rotatif, pour séparer le solvant et les composés chimiques existants dans l'extrait.

Le principe de cet appareil est basé sur la distillation sous vide.

La solution est mise en rotation pour éviter des bulles d'ébullition trop grosses ou mousseuses, puis la pression est diminuée grâce à une trompe à eau.

La température de chauffage est en fonction de la température d'ébullition du solvant à éliminer pour accélérer l'évaporation.¹⁷

¹⁶ Université Sidi Mohammed Ben Abdellah- fés, Beboualizooungbo ; 2013 ; Etude de l'effet synergique des huiles essentielles sur l'activité antibiotique d'un aminoside : la streptomycine ; mémoire de master.

¹⁷ Univ de Sidi Mohamed Ben Abdellah Maroc. p 12. Extraction et distillation d'une plante aromatique et médicinale : Rosmarinus Officinalis. Mémoire de fin d'étude en Biotechnologie et Valorisation des Phytoressources, -Azrak H, 2017.

III. Séparation et purification

Les techniques d'analyse sont essentielles pour contrôler la pureté d'un produit.

En présence d'impuretés dans un produit brut, il est nécessaire d'effectuer une séparation des constituants du mélange afin de le purifier.

III.1. Techniques chromatographique

La chromatographie est une méthode séparative qui permet l'identification et le dosage des différents composés d'un mélange.

Le chromatogramme traduit la variation du soluté dans l'éluant en fonction du temps.

Le terme de chromatographie recouvre donc plusieurs technologies basées sur un principe commun: l'identification par la séparation.

Nous avons à retenir avant tout que: Chromatographie = Séparation.

Il existe différents types de chromatographie suivant la méthode de séparation utilisée:

- ✓ la chromatographie en couche mince (CCM).
- ✓ la chromatographie en phase gazeuse (CPG).
- ✓ la chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC).
- ✓ Les différentes techniques exposées ci-dessus sont très différentes sur le plan technologique mais ont de nombreux points communs sur le principe de fonctionnement.
- ✓ Elles sont différentes quant au matériel utilisé.
- ✓ Une CCM nécessite une feuille de papier, un solvant et une cuve en verre. La CPG, ou la HPLC nécessite des appareils de technologies poussées de coût élevé.¹⁸

III.1.1. Chromatographie sur couche mince¹⁹

La chromatographie sur couche mince (CCM) est une méthode qui permet de séparer les constituants d'un mélange et éventuellement de les identifier ; elle permet également de contrôler la pureté d'une substance.

Le mélange est fixé sur un support appelé phase stationnaire (un gel de silice déposé en couche mince sur une plaque), est entraîné par un solvant approprié appelé éluant (phase mobile) qui migre par capillarité sur la plaque.

¹⁸ Université Frère Mentouri Constantine I Présenté par Dr. Sabrina BENDIA, , Année: 2019/2020.

¹⁹ Univ, Tiziouezo, P10-11-12-13-14. Université Les Frères Mentouri De Constantine ; Extraction analyse et encapsulation d'huile essentielle de déchets de citron (Citrus limon) et déchets d'orange (Citrus sinensis), en vue de l'obtention de la maîtrise en Sciences de l'Analyse Chimique. Présenté par- Didi Aicha Oumeima /-Yakoubi Sofia Ines. 14 juillet 2021 leurs valorisation.

Les constituants du mélange se séparent par migration différentielle, chacun d'eux est d'autant plus entraîné par l'éluant qu'il est plus soluble dans celui-ci et moins adsorbé sur la phase stationnaire. Après migration les taches doivent être révélées.

La révélation peut se faire par immersion dans un bain de permanganate de potassium ou de vapeur de diode ou encore par observation à la lumière UV si la plaque de silice comporte un indicateur de fluorescence. On peut ainsi calculer le rapport R_f . Ce dernier définit la position d'un composé sur une plaque ; il est défini par le rapport frontal.²⁰

$$R_f = \frac{\text{La distance ligne de dépôt-composé}}{\text{La distance ligne de dépôt-front de solvant}}$$

La distance parcourue par le composé étant mesurée au centre de tache.

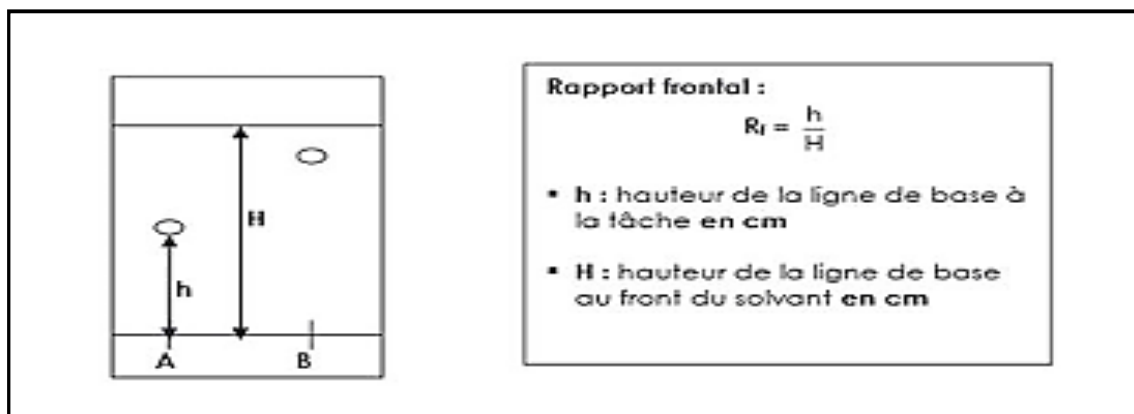


Figure 14 : Mesure la valeur R_f

III.1.2. La chromatographie sur colonne CC

Chromatographie sur colonne est l'une des techniques plus utiles pour la purification de composés.

Cette technique utilise une phase stationnaire, ce qui est emballée dans une colonne, et une phase mobile qui traverse la colonne.

Cette technique exploite la différence de polarité entre composés, ce qui permet des molécules à séparer simpliste.²¹

Les deux phases stationnaires plus courantes pour chromatographie sur colonne sont le gel de silice (SiO_2) et alumine (Al_2O_3), avec le plus couramment utilisé des phases mobiles en solvants organiques.²²

²⁰ Andrew, S, Clayton. H. H, Introduction a la chimie organique, Per face. Derek Barton pour l'édition française, (1986), 285-268.

²¹ Dana W. Mayo, Ronald M. Pike, David C. Forbes. (2011). Microscaleorganiclaboratory: with multistep and multiscale syntheses. 5th ed.; J. Wiley & Sons: Hoboken, NJ; p xxi, 681 p.

²² Armarego. W. L. F, Chai. C. L. L. (2003). Purification of laboratory chemicals. 5th ed.; Butterworth-Heinemann: Amsterdam; Boston; p 15, 609 p.

Le point choisi pour la phase mobile dépend de la polarité des molécules étant purifié. Les composés polaires plus exigent généralement des solvants polaires plus afin de faciliter le passage des molécules à travers la phase stationnaire. Une fois achevé le processus de purification le solvant peut être retiré des fractions collectées à l'aide d'un évaporateur rotatif à céder le matériel isolé.

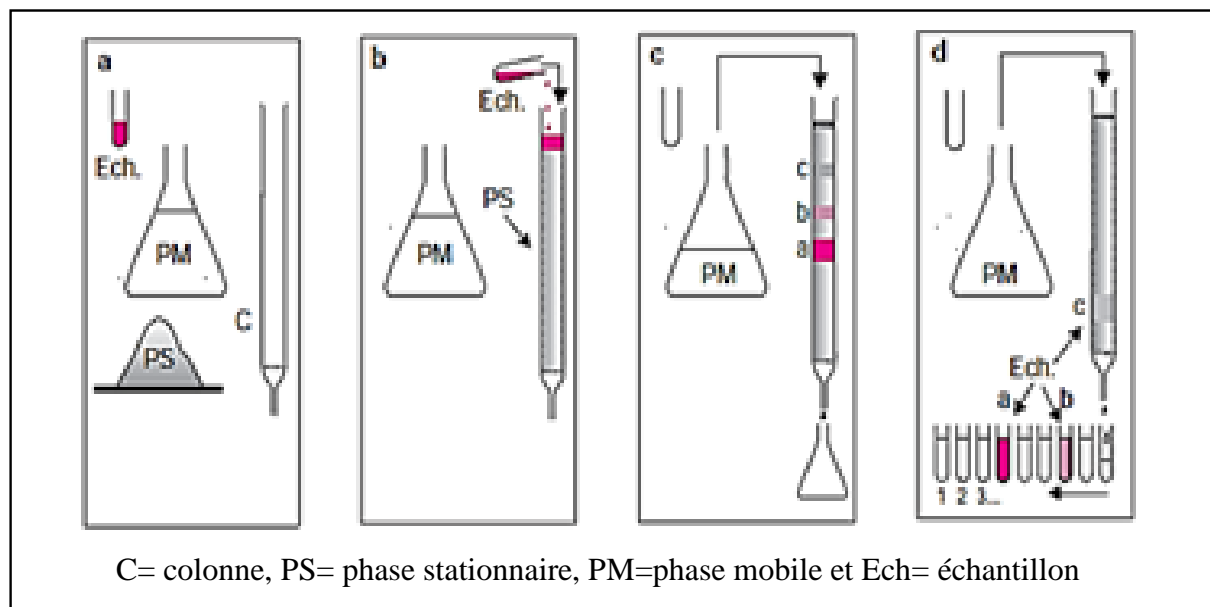


Figure 15 : L'expérience de base en chromatographie

III.1.3. La chromatographie liquide

La phase mobile est un solvant technique est donc adaptée à l'analyse des composés thermolabiles et moléculaire élevée et/ou polaire.

La chromatographie liquide à haute performance (HPLC) est une technique d'analyse de quantification d'un grand nombre de molécules.

La séparation des analyses est effectuée par la phase stationnaire. Ces derniers seront plus ou moins retenus en fonction de leurs propriétés physico-chimiques (taille, polarité, charge...).

La nature de phase stationnaire et de phase mobile liquide est dictée des composés cibles. Le mode de séparation est alors choisi entre l'adsorption, l'échange d'ion, le partage, les paires d'ions ou encore l'exclusion stérique. De par la nature des constituants des huiles essentielles, l'HPLC est utilisée dans de très rares cas.

Il s'agit généralement de l'analyse de composés thermolabiles et/ou très polaires ou de composés peu volatils dans les essences de citrus.²³

²³-Xavier.F , Farid.CH .La chimie des huiles essentielles Tradition et innovation ISBN/ 978-2-311-01028-2 p 147,168,170.

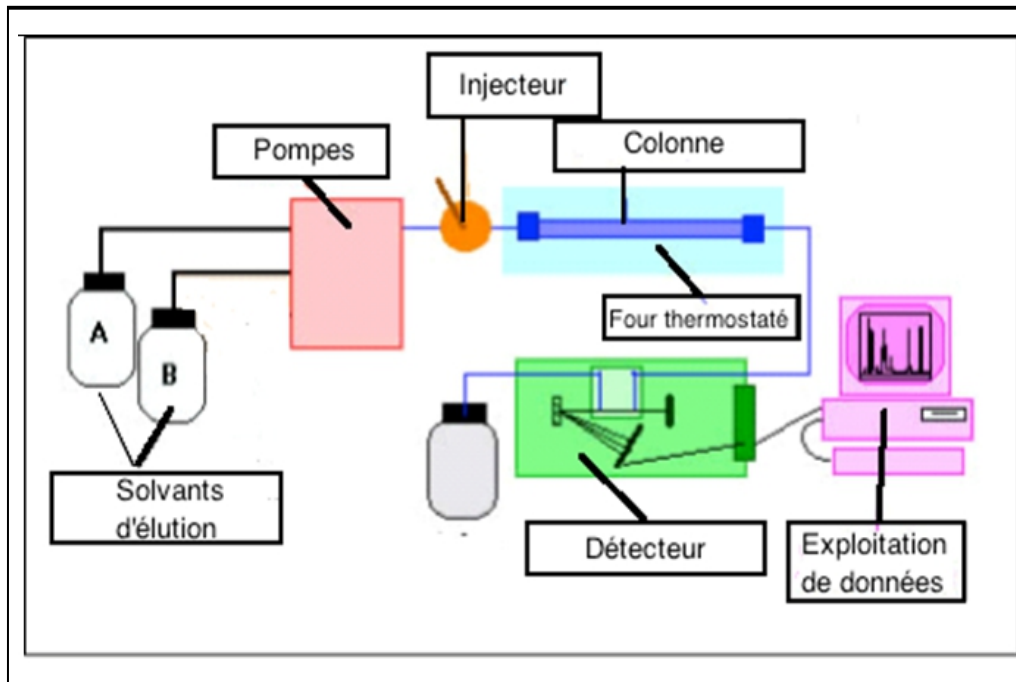


Figure 16: Réalisation d'une chromatographie liquide à haute performance

III.2. Méthodes d'identifications et d'analyses chimiques

Il existe de nombreuses techniques pour l'analyse des huiles essentielles et les extraits végétaux.

Les techniques présentant un intérêt spéciale sont : l'ultraviolet (UV), l'infrarouge (IR), la résonance magnétique nucléaire (RMN).

On peut distinguer les techniques chromatographiques de séparation des composants chimiques.²⁴

III.2.1. Spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infrarouge (FTIR) est une méthode d'analyse physico-chimique qui sonde les liaisons entre les noyaux atomiques et leurs arrangements.

La spectroscopie infrarouge permet de donner des informations sur la matière à partir de son interaction avec le rayonnement selon la fréquence du rayonnement incident (c'est-à-dire son énergie).²⁵

²⁴. Univ de Mohammed V Maroc. p 22. Benazzouz M-A, 2011. Les huiles essentielles, importance et potentialité : mise à jour bibliographiques des dernières recherches sur leurs emplois, toxicité et l'analyse de la composition de l'huiles essentielles de quinze plantes les plus consommées au Maroc. Thèse de Doctorat en Pharmacie

²⁵ R. Laouer, Développement de la méthode RP-HPLC pour le dosage de la vitamine E plasmatique des enfants d'âge préscolaire de la wilaya de Tlemcen, CHU Tlemcen. Thèse de magister, U. Tlemcen). J. Contr. Release, 02 septembre (2007) - vol 67, p (339-348).

III.2.1.1. Principe de la spectroscopie IR

La technique est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé et permet, via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau²⁶.

Toutes les vibrations ne donnent pas lieu à une absorption, cela va dépendre aussi de la géométrie de la molécule et en particulier de sa symétrie.

Pour une géométrie donnée on peut déterminer les modes de vibration actifs en infrarouge grâce à la Théorie des Groupes.

La position de ces bandes d'absorption va dépendre en particulier de la différence d'électronégativité des atomes et de leur masse²⁷.

L'absorption du rayonnement IR par les composés organiques correspond à le type principal de vibrations²⁸.

Le spectrophotomètre permet d'observer des radiations infrarouges dans la gamme 400-4000cm⁻¹.²⁹

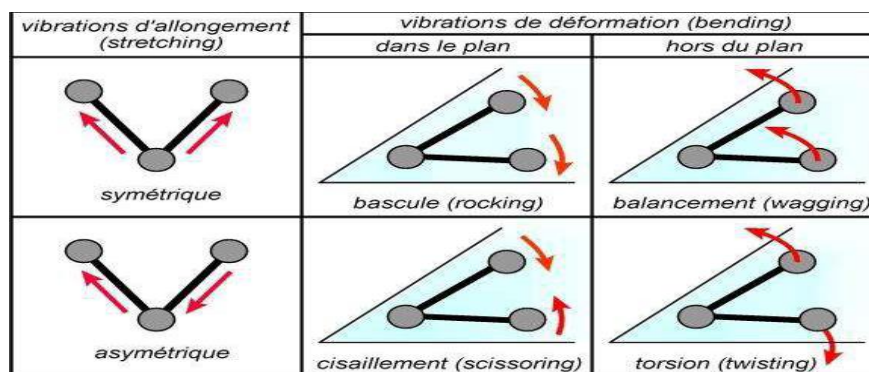


Figure17: Vibration des liaisons dans l'IR

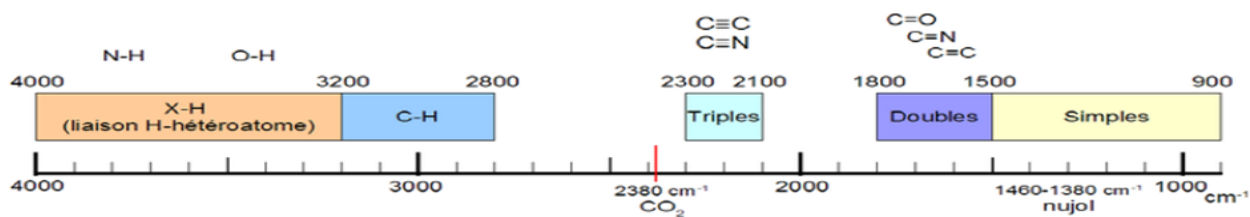
L'analyse des fonctions organiques présentes dans la molécule s'effectue à l'aide de table indiquant la nature de la fonction selon le nombre d'onde mesuré. Une liaison peut avoir différents modes de vibration et faire apparaître différentes bandes d'absorption, ce qui rend l'analyse du spectre parfois très difficile

²⁶- Michel. Dalibart, Laurent. Servant; Techniques de l'ingénieur : traite analyse et caractérisation, Doc (2845) 1- 25, Bordeaux.

²⁷,²⁸ -Martinez, F. Agnely, J. Siepmann, B. Leclerc, M. Cotte, S. Geiger ET G. Couarraze infrarouge utilisant le rayonnement synchrotron » Colloque SFμ-2007- Grenoble.

« Cross-linking of chitosan and chitosan /poly (ethylene oxide) beads: A theoretical treatment».

²⁹-Université Kasdi Merbah- Ouargla ; Méthodes spectroscopiques d'analyse ; Préparé par Dr SLOUGUI Nabila .2017/2018.



Quelques domaines d'absorption correspondant à divers types de liaisons chimiques. Les nombres d'onde sont exprimés en cm^{-1} .³⁰

III.2.1.2. Application de l'infrarouge

Elle permet une identification des matières premières beaucoup plus sûre que les réactions colorées ou que la préparation de produits caractéristiques dont on mesure le point de fusion.

➤ En analyses quantitative

L'infrarouge est une méthode beaucoup plus laborieuse et parfois c'est la seule utilisable

Tous les spectrophotomètres IR sont contrôlés par quatre paramètres:

- ✓ **SLIT-WITCH** : Contrôle de la résolution de l'instrument et l'admission de la radiation en monochromateur ainsi que le détecteur.
- ✓ **PERIODE** : C'est le temps de réponse en seconde au moins à 98% de groupe de signaux.
- ✓ **GAINS** : C'est un thermocouple, pour l'amplification des signaux.
- ✓ **SCANNING SPEED** : C'est la vitesse nécessaire pour l'enregistrement du

Spectre.³¹

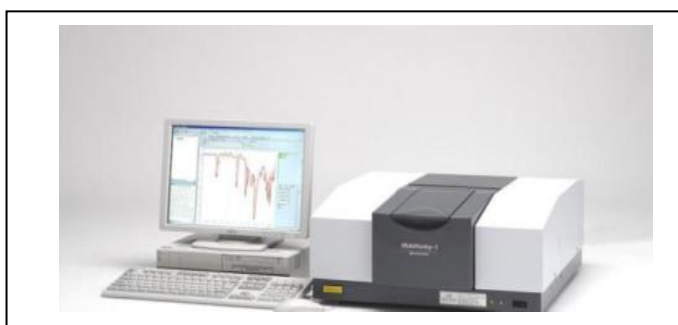


Figure 18: L'image le FTIR situé la détour VTRS

III.2.2. La spectrophotométrie UV-Visible

Cette technique d'absorption moléculaire est une des méthodes spectroscopiques employées pour la détermination de la structure des molécules.

³⁰M.Cotte, J.Susini, P.Dumas « les nouveaux développements en microspectroscopie

³¹D-Ahmed Kemicte Mohamed Salme .Appareil Analyses le chromatographe : Edition TECHNIP 1961-1962, page 53-55.

Un spectre UV-Visible est une courbe précisant les variations d'absorption d'énergie d'une substance soumise aux rayonnements ultraviolet et visible.

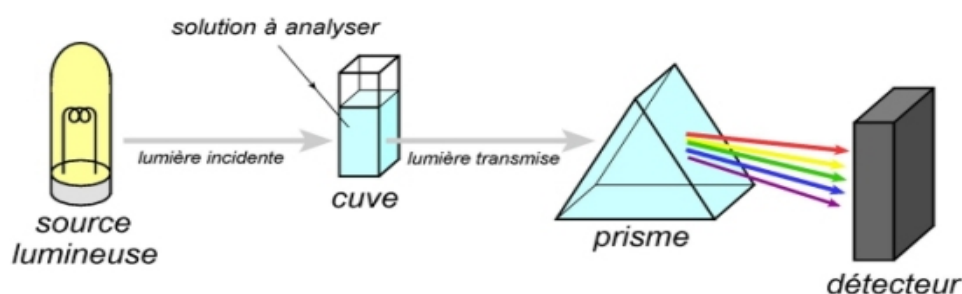
Les substances chimiques interagissent avec la lumière dans différentes gammes de longueur d'onde.

Dans le cas de la spectroscopie UV-visible, c'est-à-dire pour des longueurs d'onde comprises entre environ **280 nm** et **900 nm**, habituellement à **280 nm**, ce qui représente un bon compromis car la plupart des phénols absorbent considérablement à cette longueur d'onde, l'interaction entre la matière et la lumière met en jeu les électrons de valence de la molécule.

Ainsi, un photon entrant en collision avec une molécule peut être absorbé, l'énergie du photon étant utilisée pour faire passer un électron de valence de la molécule de son état fondamental à un état excité (plus haut en énergie).

III.2.2.1. Mesure expérimentale de l'absorbance

Les mesures d'absorbance se réalisent à l'aide d'un spectrophotomètre en saisissant les valeurs de longueur d'onde à l'aide du clavier. Il faut au préalable réaliser le « réglage du blanc » en mesurant l'absorbance du solvant de la solution : on « efface » ainsi l'absorption du solvant de la solution.



III.2.2.2. Loi de Lambert-Béer

Pour un milieu de longueur L , contenant une substance absorbante à la concentration C , l'absorbance de cette substance vérifie la loi de Lambert-Béer :

$$A = \epsilon \cdot L \cdot C$$

L'utilisation du spectrophotomètre UV reste une nécessité majeure pour déterminer avec précision les concentrations des solutions des composés purs.³²

III.2.3. La Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)

La résonance magnétique nucléaire ou RMN est une technique utilisée pour l'analyse des structures de nombreuses molécules chimiques.

Elle sert principalement à la détermination structurale des composés organiques.

³²Validation des méthodes d'analyse /1996/INH

Les principaux noyaux étudiés sont le proton **¹H**, le carbone **¹³C**, le phosphore **³¹P**, et l'azote **¹⁵N**.

Cette méthode repose essentiellement sur le phénomène de magnétisme.

En effet, les noyaux de certains atomes (**¹H**, **¹³C**, etc....) possèdent un moment magnétique nucléaire, c'est-à-dire qu'ils se comportent comme des aimants microscopiques caractérisés par une grandeur quantique appelée «le spin».

La technique de **RMN** étudie le comportement des noyaux atomiques en présence d'un champ magnétique externe. Le champ magnétique appliqué aux produits entraîne un dédoublement des niveaux d'énergie du spin nucléaire, de sorte qu'on puisse induire des transitions entre eux, suite à l'absorption d'une radiation électromagnétique adéquate.³³

III.2.3.1.Principe

Cette technique est basée sur le magnétisme du noyau, en d'autre terme le spin du noyau.

Tout noyau porte une charge, chez certains d'entre eux, cette charge génère un dipôle magnétique le long de cet axe.³⁴

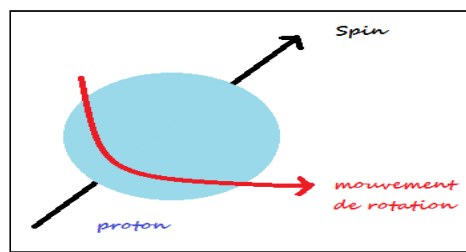


Figure 19: Spin du noyau

III.2.4.Potentiel d'hydrogène pH

Le **pH** (potentiel d'hydrogène) mesure la concentration en ions **H⁺** de l'eau et traduit ainsi la balance entre acides et bases sur une échelle logarithmique de **0** à **14**.

Ce paramètre conditionne un grand nombre d'équilibres physico-chimiques.³⁵

Ses valeurs se situent entre 6 et **8.5** dans les eaux naturelles.

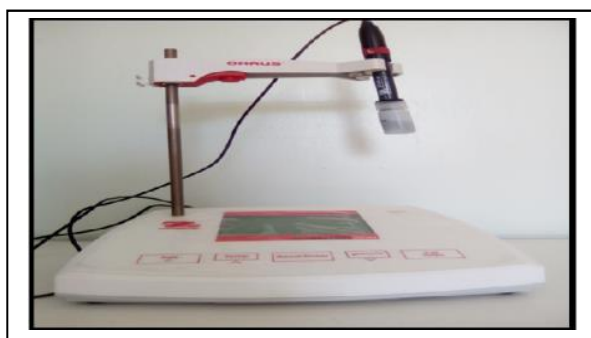


Figure 20: PH paramètres

³³Univ Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem, p 28. Bettahar, 2015. . Mémoire de fin d'étude en Chimie/ Extraction des huiles essentielles Analyse par FT-IR et UV-Visible.

³⁴ Université Kasdi Merbah- Ouargla ; Méthodes spectroscopiques d'analyse ; Préparé par Dr SLOUGUI Nabila .2017/2018.

³⁵(Chapman & Kimstach, 1996).

III.2.5. viscosité

La viscosité (du latin viscum, gui) est un paramètre important de la qualité de la plupart des produits finis. C'est une grandeur physique qui exprime la capacité d'un corps à s'opposer au cisaillement.

La viscosité se manifeste chaque fois que les couches voisines d'un même fluide sont en mouvement relatif, c'est à dire lorsqu'il s'établit un gradient de vitesse.

On peut donc dire de la viscosité qu'elle est la mesure du frottement fluide .³⁶

II.2.5.1. Les types de la viscosité

Il existe 2 types de viscosité :

a. Viscosité dynamiques³⁷

La viscosité dynamique η est le rapport des contraintes internes aux gradients de Il s'agit de la résistance interne d'un fluide par rapport à son écoulement. Elle exprime donc l'intensité des contraintes mises en jeu lorsqu'on cisaille un fluide L'unité pour la viscosité dynamique dans le système international est le « Pascal par seconde » (Pa.s).

Fréquemment, on utilise aussi l'unité « milli Pascal par seconde » (mPa.s).

D'anciennes unités sont toujours plus au moins utilisées, comme le poiseuille (PI) (1 P=Pa.s) ou bien le poise (Po) (1Po = 0.1 PI = 0.1 Pa.s).

b. Viscosité cinématique

La viscosité cinématique notée ν est déterminée en mesurant le temps qu'il faut à un fluide donné pour s'écouler dans un tube capillaire de section S par la force de gravité(35). Elle est donnée en (cm² .s⁻¹).

La viscosité cinématique est le quotient de la viscosité dynamique η par la masse volumique du fluide ρ , soit : $\nu = \eta / \rho$

A noter : Dans le système SI, l'unité est le pascal par seconde (Pa. s) ou encore le milli Pascal par seconde (mPa.s).



Figure 21: Viscosimétere

³⁶Carre B, Gomez J, Melcion B, Giboulot, 1994. La viscosité des aliments destinés à l'aviculture. Utilisation pour prédire la consommation et l'excrétion d'eau.

³⁷Université Akli Mohand Oulhadj – Bouira

III.2.6. La réfraction

Défini comme le phénomène de déviation de la lumière lorsqu'elle rencontre une surface séparant deux milieux transparents d'indice différent.³⁸

III.2.6.1. Indice de réfraction de l'huile:

L'indice de réfraction d'une substance est le rapport de la vitesse de la lumière à une longueur d'onde définie dans le vide à sa vitesse de propagation dans la substance. Il est déterminé à l'aide d'un réfractomètre à température 20°C selon la norme .³⁹



Figure 22: Réfractomètre pour mesurer les indices de réfraction

III.2.6.2 Principe

A l'aide d'un réfractomètre, on mesure directement l'angle de réfraction que l'on observe à la limite de réfraction totale ; l'huile étant maintenue dans des conditions d'isotropisme et de transparence.

Conclusion

Les différents aspects sur les substances les l'huile végétales indiquent que ces essences végétales divers et multiples représentent un intérêt économique jouent un rôle important dans les industries agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétologique. Ces substances de composition chimique complexe (aromatiques et autres...), peuvent être isolées à partir des différents organes de plantes (feuilles, fruits, fleurs, graines, etc...), à l'extraction de l'huile basés sur l'utilisation de techniques physicochimiques d'analyse extraire et isoler les espèces chimiques afin de les analyser, d'étudier leur efficacité et éventuellement de les utiliser comme principe actif.

³⁸ Ailem A, Lehtihet Y, Mokrani K, Abderrahim R, Ailem Y, Hartani D, Aouchiche M. Le ptérygion dans la région d'Alger : aspects cliniques, épidémiologiques et thérapeutiques. J Fr Ophtalmo 2007;30(2): 2S183.

³⁹ Université Abdelhamid Ibn Badis-Mostaganem ; Présenté par : Mlle Belmiloud Souria ; Thème Effet antimicrobien de l'huile de pépins de raisin sur certaines bactéries pathogènes Année universitaire 2017 / 2018.

Partie Expérimentale



*On n'est pas vieux tant
qu'on cherche.*

Introduction

Dans ce chapitre on va présenter les différentes étapes de la préparation de la matière végétale investiguée, la méthodologie adoptée pour le travail expérimental, et le matériel manipulé.

Nôtre travail a été effectué au sein de laboratoire de l'université Abbes Laghrour de Khenchela;

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'obtention du Diplôme de Master en chimie analytique.

Le matériel végétal, exploité dans cette étude, est constitué des graines de tournesol, qui ont été récoltées au mois septembre 2022 dans la région de Al-Hamma.

Il faut décortiquer les grains pour ne garder que les amandes blanches. L'opération est simple lorsque les graines sont grosses, "bombées" et sèches : il suffit de frapper les graines avec une massette, l'enveloppe éclate. En revanche, pour les variétés à graines fines et longues. Nous avons fait une extraction de l'huile de tournesol par deux méthodes : hydrodistillation et par pétrissage, une macération, et faites un screening phytochimique suivi par des analyses physico-chimiques pour contrôler la qualité et évaluer cette huile oléochimique.

I. Extraction de l'huile de tournesol

L'huile de tournesol est la quatrième huile par ordre d'importance dans le monde. Elle est utilisée dans la cuisson, la friture et la fabrication de margarine. Toutefois, sa forte teneur en acides gras insaturés (AG) renforce sa sensibilité à l'oxydation.

I.1.Extraction par hydrodistillation

Le principe de la technique d'hydrodistillation se base sur le pouvoir que possède la vapeur d'eau à transporter les huiles essentielles. L'opération consiste à introduire une masse des graines de tournesol (150g) dans un ballon (2l), on y ajoute une quantité suffisante d'eau distillée sans remplir complètement le ballon pour éviter les débordements de l'ébullition et le Phénomène de stagnation. En suite le mélange est porté à l'ébullition à l'aide d'un chauffe ballon, avec un réglage du chauffage pour permettre une stabilité de l'extraction. Les vapeurs Chargées d'huile essentielle passent à travers le tube vertical (colonne de rectification) puis dans la colonne de refroidissement où aura lieu la condensation. Le distillat (huile + eau) est récupéré dans une ampoule à décanter pour la séparation le mélange par différence de densité.

Mettre la phase organique dans le rota vapes pour évaporer le solvant, puis récupérer l'huile obtenue.

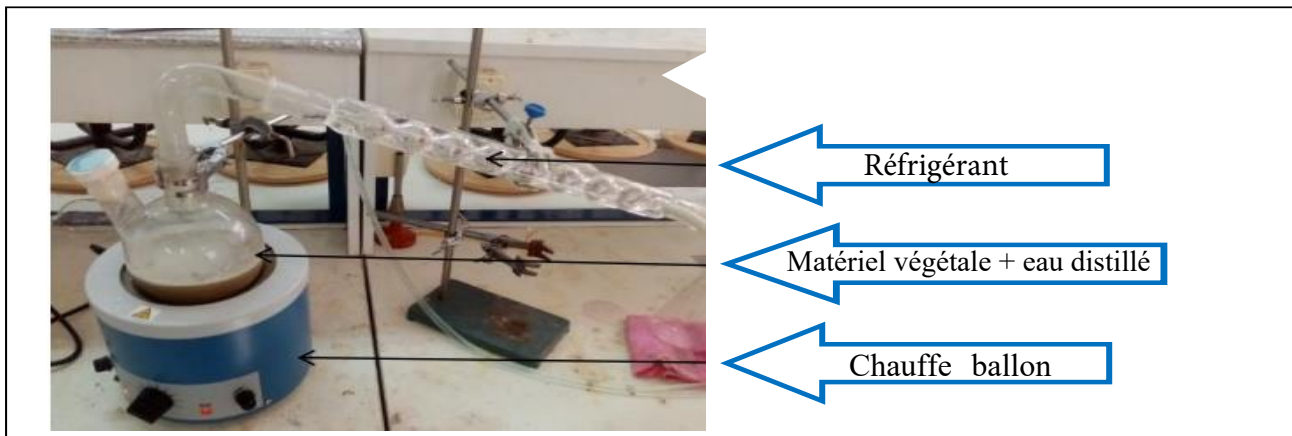


Figure23 : montage d'hydrodistillation utilisé lors d'extraction

I.2.Extraction par pétrissage

Le pétrissage consiste à appliquer une force mécanique afin d'obtenir l'homogénéisation des constituants et des propriétés mécaniques et physiques pour la pétrissée. ces propriétés supposent d'obtenir le développement, le déroulement, et l'orientation des protéines de gluten ainsi que l'incorporation d'air dans la pâte et en plus l'extraction des huiles végétales.

*Prendre 200g des grains de tournesol et les décortiquer.



Figure 24: les graines de tournesol décortiquées

*Faire broyer les amandes dans un mortier.



Figure25 : broyage des graines de tournesol

Après avoir mixer les graines de tournesol, verser une petite quantité d'eau sur la pâte, ensuite nous venons la mélanger de 02 à 03 minutes avec les mains.

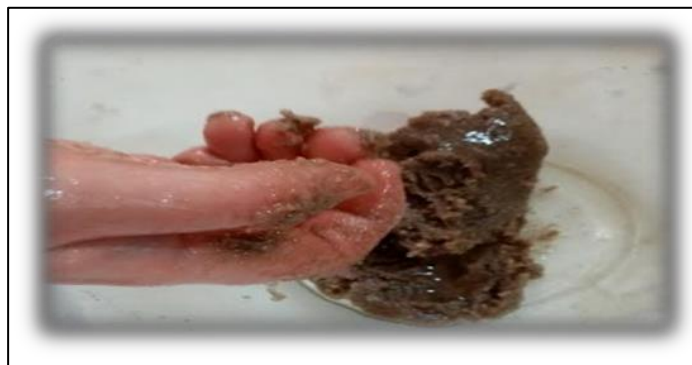


Figure26 : Pétrissage des graines de tournesol (l'huile monte à la surface)

Le Faite d'ajouter l'eau en petite quantité et de mélanger la pâte avec les mains c'est ça qui fait au sort que l'huile monte à la surface, alors n'hésitez pas d'ajouter l'eau et tourner la pâte dans tous les sens pour activer l'huile. A ce niveau filtrer l'huile obtenue.



Figure 27: l'huile extraite

I.3. Conservation de l'huile de tournesol

La conservation des huiles de tournesol exige certaines précautions indispensables. Trois facteurs interviennent dans l'altération des huiles végétales :

1. La température : obligation de stockage à basse température (entre 4 °C et 8 °C).
2. La lumière : stocker dans l'obscurité et dans des flacons opaques, brun de préférence.
3. L'oxygène : les flacons doivent être hermétiquement fermés.

I.4. Calcul de rendement

Le rendement d'extraction de l'huile (R), a été calculé à l'aide de la formule :

$$R = \frac{m}{m_1} \times 100$$

- ✓ m_1 : masse de la matière végétale sèche (g) .
- ✓ R: Rendement des huiles essentielles (%).
- ✓ m : Masse d'huile essentielle récupérée (g) .

L'huile a été recueillie dans un flacon en verre fumé, étiqueté et mis au chambre foncé (4 °C) en attente d'analyses.

II. Macération et évaporation

Les graines de tournesol (20g) ont été soumises à la macération à froid dans un mélange des solvants hydroalcooliques : méthanol/eau (80/20 V/ V), éthanol/eau (80/20 V/V). Dans une pièce sombre pendant 3 jours. Après filtration le méthanol est évaporé à l'aide d'un évaporateur rotatif sous pression réduite à une T° 40 °C. Le même processus est répété avec l'éthanol.

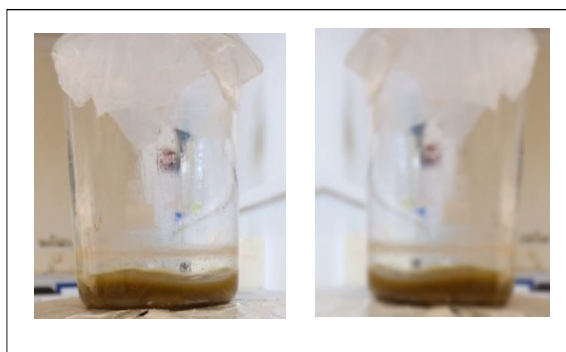
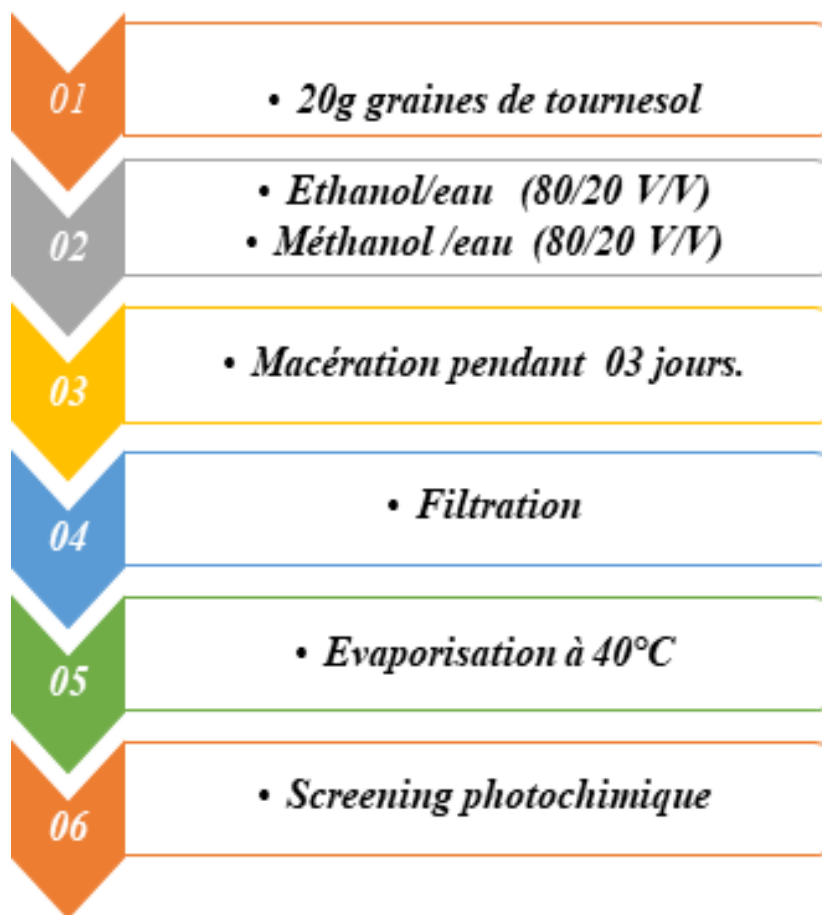


Figure 28: Macération dans les solvants :méthanol/eau (80/20 V/ V), éthanol/eau (80/20 V/V)

II. I. Schéma de Macération**Figure29** : Macération et évaporation**Figure30** : Filtration et évaporation

III. Screening phytochimiques

Les tests phytochimiques consistent à détecter les différentes familles de composés existant dans la partie étudiée de la plante par des réactions qualitatives de caractérisation. Ces réactions sont basées sur des phénomènes de précipitation, de coloration par des réactifs spécifiques à chaque famille de composés, des essais de solubilité. Ces dernières permettent de définir la présence ou non de métabolites secondaires : flavonoïdes, tanins, alcaloïdes, saponines, terpénoïdes, stéroïdes, et les coumarines. Les résultats ont été évalués comme suit :

+++ : Fortement positif ; ++ : Moyennement positif

+ : Faiblement positif ; - : Négatif

III.1. Les tests phytochimiques

L'huile de tournesol et l'extrait ont subi différents tests chimiques afin de mettre en évidence la présence ou l'absence des principales familles de métabolites secondaires.

➤ **Teste des flavonoïdes :**

Dans un tube à essai, mettre 5ml d'extrait à tester plus 5ml d'ammoniaque (NH_3) dilué et 1ml d'acide sulfurique (H_2SO_4). L'apparition d'une couche supérieure avec une couleur jaune prouve la présence des flavonoïdes.

➤ **Test des tanins :**

Les tanins sont mis en évidence à partir de 0,5 ml d'extrait placé dans un tube en présence de quelques gouttes de FeCl_3 (préparé au méthanol). Après l'agitation de l'extrait, la couleur vire au bleu noir en présence de tanins galliques et au brun verdâtre en présence de tanins catéchiques

➤ **Test des alcaloïdes**

On met 1ml de l'extrait dans 2 tubes à essai, on ajoute 1,5 ml de HCl à 2%, et aussi on ajoute 5 gouttes de réactif de Mayer dans le premier tube, et 5 gouttes de réactif de Wagner dans le deuxième tube. La présence des alcaloïdes est révélée par l'apparition de précipité blanc et brun, respectivement

➤ **Test des saponines :**

Les saponines sont caractérisées par l'apparition d'une mousse. Leur détection est réalisée en ajoutant 2,5ml d'eau distillé à 2,5 ml de l'extrait méthanolique dans un tubes de 1,3 cm de

diamètre, après l'agitation, la teneur en saponines est évaluée par la mesure de la hauteur de mousse :

- ✓ Pas de mousse = test négatif,
- ✓ Mousse moins de 1cm = test faiblement positif
- ✓ Mousse de 1-2cm = test positif
- ✓ Mousse plus de 2cm = test très positif

➤ **Test des terpénoïdes :**

Dans un tube à essai, ajouter à 5ml d'extrait de plante, 2ml de chloroforme (CHCl_3) et 3ml d'acide sulfurique (H_2SO_4) concentré. La formation d'une couleur brune rougeâtre indique la présence des terpénoïdes.

➤ **Test des stéroïdes :**

Pour 1ml d'extrait végétal ajouter 0,5ml de solution d'acide acétique, est suivi par 0,5ml De H_2SO_4 concentré. Si la solution ne donne aucune couleur verte cela prouve la présence de stéroïdes non saturés. Dans un 2ème tube, le même volume de H_2SO_4 est ajouté. La présence de la couleur rouge indique la présence des dérivés des stéroïdes.

➤ **Test des coumarines :**

Une quantité de 10ml d'extrait est solubilisée dans 2 ml d'eau chaude. La solution obtenue est divisée en deux parties égale dont la première représente un témoin et la deuxième est traitée avec 0.5 ml de NH_4OH . L'examen est réalisé sous la lumière Ultra violette et l'apparition d'une fluorescence intense révèle la présence de coumarines.

IV. Chromatographie

IV. I. Chromatographie sur couche mince CCM

La chromatographie sur couche mince préparative CCM repose principalement sur des phénomènes adsorption. Cette technique est très utile car la transposition à partir de CCM analytique est facile à réaliser.

IV.1.1. Mode opératoire

-La phase stationnaire :

La plaque de chromatographie est recouverte d'un gel de silice sur un support d'aluminium il faut la prendre sur les côtés pour éviter les traces de doigts qui fausseraient l'expérience. Tracer la ligne de dépôt à environ 2,5 cm du bord de la plaque. On dépose, à l'aide d'un capillaire ou d'une microseringue, une petite quantité d'huile végétale sur une position déjà marquée. Il nous faut trois plaques.

-Phase mobile

On a préparé 03 éluants

Le système d'éluant	Eluant 01	Eluant 02	Eluant 03
Les solvants	5ml acétate d'éthyle +5ml éthyle de pétrole	10ml n hexane	10ml éthyle de pétrole

-Mettre dans des trois cuves chromatographiques les trois éluants préparés. Puis fermer les cuves afin d'éviter l'évaporation des solvants .

-Dépôt et développement

-Placer les trois plaques dans les trois cuves chromatographiques en position verticale.

-Refermer les cuves par les couvercles qui ne doit plus être déplacés.

-Lorsque le front du solvant se trouve à environ 1 cm de l'extrémité supérieure de la plaque, la retirer et marquer cette position.



Figure 31: Montage de CCM

-Révélation et calcul de R_f

- ✓ Secher la plaque a l'aide d'un sechoir
- ✓ Révéler les taches sous une lampe U V à 254 nm
- ✓ Cercler les taches et pointer leur centre.
- ✓ Calculer les R_f .

IV.2. Chromatographie sur colonne**- Choix de l'éluant**

Il faut faire des essais sur CCM avec différents éluants pour avoir une bonne séparation .

En effet, on trouve que le meilleur éluant est **Eluant 01** (5ml éthyle de pétrole +5ml acétat d'éthyle).

-Préparation de la colonne

- On place tout d'abord un morceau de coton au fond de la colonne que l'on recouvre d'éluant, afin d'éliminer l'air emprisonné dans le coton. On rajoute un demi centimètre du sable

environ au dessus du coton, afin que la phase stationnaire ne puisse pas s'échapper de la colonne. On considérera ici que le sable n'a pas de propriétés adsorbantes.



Figure32 : le sable

- On remplit la colonne avec la phase stationnaire en réalisant une suspension de silice dans éluant choisi. Le gel ainsi formé est introduit dans la colonne grâce à l'entonnoir. On rince avec l'éluant et on le laisse s'écouler.
- Une fois la colonne remplie, on rajoute un demi centimètre de sable en tête de colonne au dessus de la surface de silice, après s'être assuré que cette dernière était plane. Cette couche permet de réaliser des dépôts et d'ajouter de l'éluant sans perturber la surface de silice, ce qui empêcherait une bonne séparation.
- On s'assure régulièrement de ne pas assécher la phase stationnaire, en vérifiant qu'il reste toujours de l'éluant au niveau du sable.

-Dépot des produits et élution

- Ajouter l'huile de tournesol à l'aide d'une pipette Pasteur tout doucement en évitant d'abimer la couche superficielle d'adsorbant.
- Faire éluer à raison d'une goutte toutes les 5 secondes.
- Faire séparer les phases observées.
- Le solvant doit-être juste à la hauteur de l'adsorbant.



Figure33 : La colonne et les phases séparées

V. Spectroscopie IR

V.1. Protocole

		
<p>1- L'échantillon est incorporé à un support qui n'absorbe pas dans l'IR, ici le bromure de potassium KBr.</p>	<p>2- Il est déposé dans un moule puis soumis à une très forte pression dans une presse hydraulique</p>	<p>3- Il est ensuite extrait du moule sous la forme d'une pastille.</p>
		
<p>4- Pastille de KBr, contenant l'échantillon à étudier, extraite du moule, prête à l'emploi. La qualité de la pastille conditionne celle du spectre.</p>	<p>5- Le porte-échantillon contenant la pastille KBr/produit est placé dans le compartiment de mesure du spectro sur le trajet du faisceau incident.</p>	<p>6- Le spectre est enregistré en transmittance.</p>

VI. Propriétés organoleptiques

Les caractéristiques organoleptiques (aspect, couleur, odeur) sont des indicateurs qui permettent d'évaluer initialement la qualité d'une huile essentielle, mais ces propriétés seules sont insuffisantes pour caractériser l'huile, d'où la nécessité de faire appel à d'autres indices physicochimiques répondant aux normes exigées.

VI.1. Détermination de l'indice de réfraction

Mode opératoire :

L'échantillon est simplement déposé sur le prisme de mesure, puis le processus de mesure est lancé.

Le plateau plat en acier inoxydable est facile à nettoyer et très résistant aux substances agressives. Comme l'indice de réfraction dépend de la température de l'échantillon, il est conseillé de thermoréguler le réfractomètre.

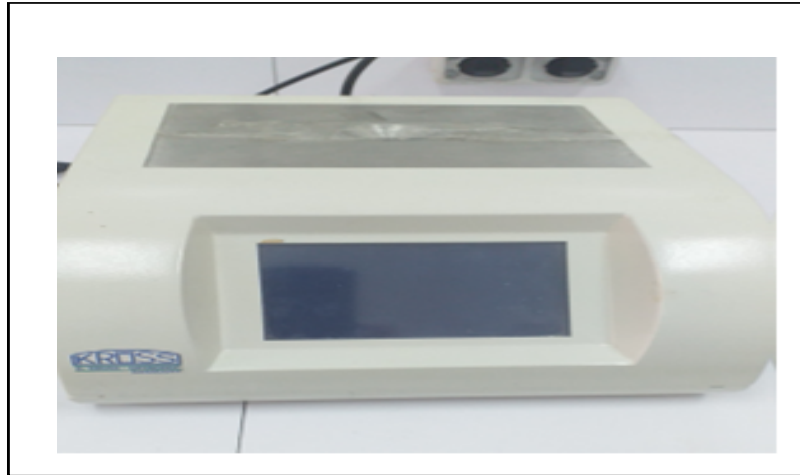


Figure34 : L'appareil de réfraction

IV.2. Calcule le pH

IV.2.1. Mode opératoire

On a mis quelques gouttes des huile sur un bout de papier pH, après le changement de la couleur du papier on la compare avec une gamme des couleurs qui varient selon le pH.



Figure35: pH paramètre

Conclusion :

Le tournesol, est parmi les plantes oléochimiques très utilisée dans les domaines industriels et cosmétiques. Une extraction, macération et un criblage phytochimique qualitatif par réactions, suivi d'une confirmation par chromatographie sur couche mince et sur colonne ont été élaboré pour les graines oléagineuses de la plante en vue d'une caractérisation des propriétés physico-chimiques (viscosités, réfraction, pH) susceptibles d'être exploités à plusieurs échelles (pharmaceutique, alimentaire, cosmétique...).

Chapitre IV

Résultats et discussion



*Tout ce qui se ressemble n'est pas
identique*

Résultats et discussion

L'huile obtenue est d'une couleur jaune pâle avec un aspect liquide et une odeur forte et agréable.

I. Rendement d'huile de tournesol

Le rendement de huile de tournesol est le rapport entre le poids de l'huile extraite et le poids des grains à traiter .Le rendement est exprimé en pourcentage .

- ✓ m_1 : Masse de la matière végétale sèche (350g).
- ✓ m : Masse d'huile essentielle récupérée (175.125g)
- ✓ R : Rendement de l'huile de tournesol (%).

R de l'huile été calculé par de la formule :

$$R = \frac{m}{m_1} \times 100 \quad \longrightarrow \quad R = \frac{175.125}{350} \times 100 = 50.04\%$$

✚ Le rendement de l'huile : **R = 50.04%**

La même chose que le rendement de l'extrait :

$$R = \frac{m}{m_1} \times 100 \quad \longrightarrow \quad R = \frac{5.59}{20} \times 100 = 27.95\%$$













✚ Le rendement de l'extrait : **R=27.95%**

Les rendements d'extraction sont très intéressants. Le rendement d'extraction de l'huile de tournesol par pétrissage (50.04%) est très important.

II. Screening phytochimique :

Le screening phytochimique est un moyen pour mettre en évidence la présence des groupes de familles chimiques présentes dans une substance donnée.

D'après les résultats obtenus nous avons noté les remarques suivantes :

Famille	Commentaire	L'huile	L'extrait
Flavonoïdes	L'huile de tournesol, et l'extrait de macération sont riches en flavonoïdes. L'apparition de coloration rouge –orange confirmé la présence de flavonoïdes.		
Stéroïdes et triterpénoïdes	Les stéroïdes et les terpènes sont fortement positifs dans l'huile et l'extrait. L'apparition, à l'interface, d'un anneau pourpre ou violet, virant au bleu puis au vert, a indiqué une réaction positive. Une couleur rouge-marron sur la couche d'interface révèle la présence des triterpènes.		
Tanins	*L'apparition d'une coloration verte foncée ou bleue verte indique la présence des tanins. *L'apparition d'une coloration vert foncé indique la présence des tanins catéchiques. *L'apparition d'une coloration bleu-verte indique la présence des tanins galliques.		
Alcaloïdes	L'apparition d'un précipité orange, révèle la présence d'alcaloïdes.		
Saponosides	L'apparition d'une mousse indique la présence des saponosides.		
Coumarines	La fluorescence est observée sous U.V à 366 nm. Une fluorescence intense dans le tube où il a été ajouté de l'ammoniaque indique la présence de coumarines.		

III. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de tournesol

Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de tournesol analysée sont déterminées selon un protocole précis et obéissent à des normes édictées.





III.1. Les paramètres organoleptiques

L'huile obtenue est d'une couleur jaune pâle avec un aspect liquide et une odeur forte et agréable.

III.2. Viscosité et indice de réfraction

Les propriétés physico-chimiques viscosité, indice de réfraction et le pH offrent des indications importantes de la pureté et de la qualité. La température pendant la réalisation des tests était 22 C°.

Tableau 07 : Viscosité et indice de réfraction de l'huile et l'extrait.

Paramètres	L'huile	L'extrait
Viscosité	 <p>$\eta = 9475.2 \text{ cP} = 9.475 \text{ Pa.s}$</p>	 <p>$\eta = 5317.3 \text{ cP} = 5.317 \text{ Pa.s}$</p>
Indice de réfraction	 <p>$nD = 1.4709$</p>	 <p>$nD = 1.3975$</p>

III.3. Mesure de pH

On a utilisé des bandelettes de test pH.

III.3.1. Mode d'emploi des bandelettes de test

1. À l'aide d'un flacon ou d'un verre, prélever un échantillon d'huile de tournesol.
2. Tremper une **bandelette** dans le flacon pendant quelques secondes.
3. Sorter la **bandelette** de l'échantillon et attendre quelques secondes, les couleurs vont apparaître.

À 6,5, le corps est légèrement acide et à 6 et moins, il est très acide. Notre **pH= 6,8**

IV. Chromatographie

IV.1. Chromatographie sur couche mince CCM

La chromatographie sur couche mince d'huile de tournesol révèle une bonne séparation des constituants. Après la révélation sous lampe UV à 254nm et à 365 nm, on observe dans la plaque CCM spots de R_f différents et comme R_f est caractéristique d'une substance donnée pour un éluant déterminé sur un support donné, on peut conclure que notre huile contient 6 composés différents. (4 taches spéciales avec de l'huile extraite du macération et 2 taches de l'huile pétrissage).

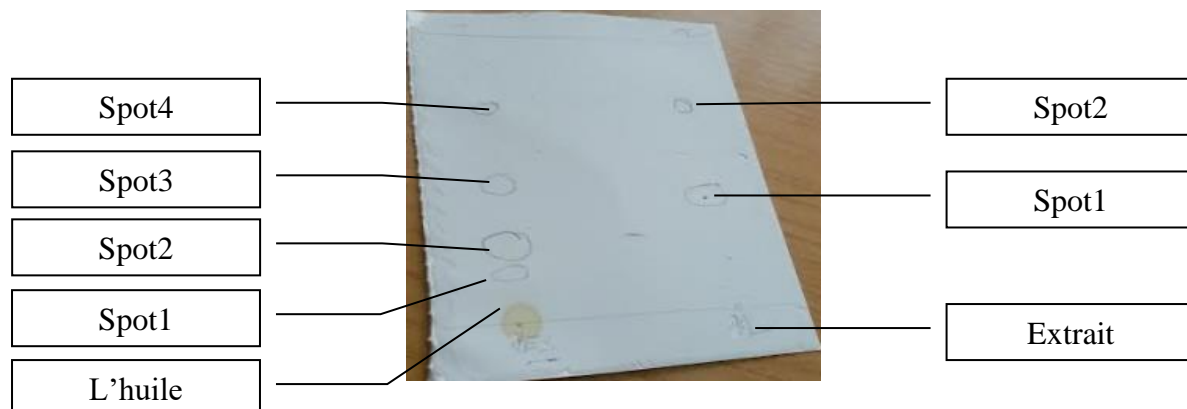


Figure36 : Révélation de la plaque CCM

Révélation de la plaque CCM obtenue après l'élution de mélange acétate d'éthyle +éthyle de pétrole

- ✓ Les R_f ont été calculés d'après la relation suivante :

$$R_f = H_s/H_m$$

- ✓ Le résultats de cette analyse sont exprimés dans le tableau :

Tableau08 : des résultants de l'huile de macération

Spot	Rf
Spot1	$R_1 = \frac{1}{7.2} R_1 = 0.138$
Spot2	$R_2 = \frac{1.5}{7.2} R_2 = 0.208$
Spot3	$R_3 = \frac{3.3}{7.2} R_3 = 0.45$
Spot4	$R_4 = \frac{5.3}{7.2} R_4 = 0.736$

Tableau09 : des résultants de l'huile de pétrissage

Spot	Rf
Spot	$R_1 = \frac{2.5}{7} R_1 = 0.35$
Spot	$R_2 = \frac{5}{7} R_2 = 0.70$

IV. 1.2.Chromatographie sur colonne

Cette technique repose sur le phénomène d'absorption, dont les molécules sont entraînés vers le bas solubilité dans l'éluant, les produit apolaires sont élués les premiers. (figure 39)

La séparation est basée sur une différence de vitesses d'entraînement des espèces chimiques vers le bas de la colonne. L'objectif de cette analyse est donc de séparer les constituants de l'huile de tournesol puis de montrer l'intérêt de la chromatographie sur colonne vis vis de la chromatographie sur couche mince. Après séparation, on a récupéré deux phases.

La réalisation d'une analyse de séparation, par la chromatographie sur colonne complétant la caractérisation par criblage phytochimique.

Les tests chromatographiques ne renseigne pas sur la nature des molécules chimiques, donc pour plus de confirmation, on a recours à un screening phytochimique par formation de coloration.

V.Screening phytochimique : phase I et phase II

Après une comparaison avec des rapports frontaux différents, l'examen obtenu montre la présence de famille Saponosides dans la phase I, et la famille Tanins dans la phase II. L'examen des CCM, confirme ces résultats.



Figure37 : tests positif de Saponosides
phase I



Figure38 : tests positif de Tanins
phase II

VI .Interprétation des analyses infra rouge de l'huile de tournesol

Le spectre IR de l'huile de tournesol est représenté dans la figure suivante :

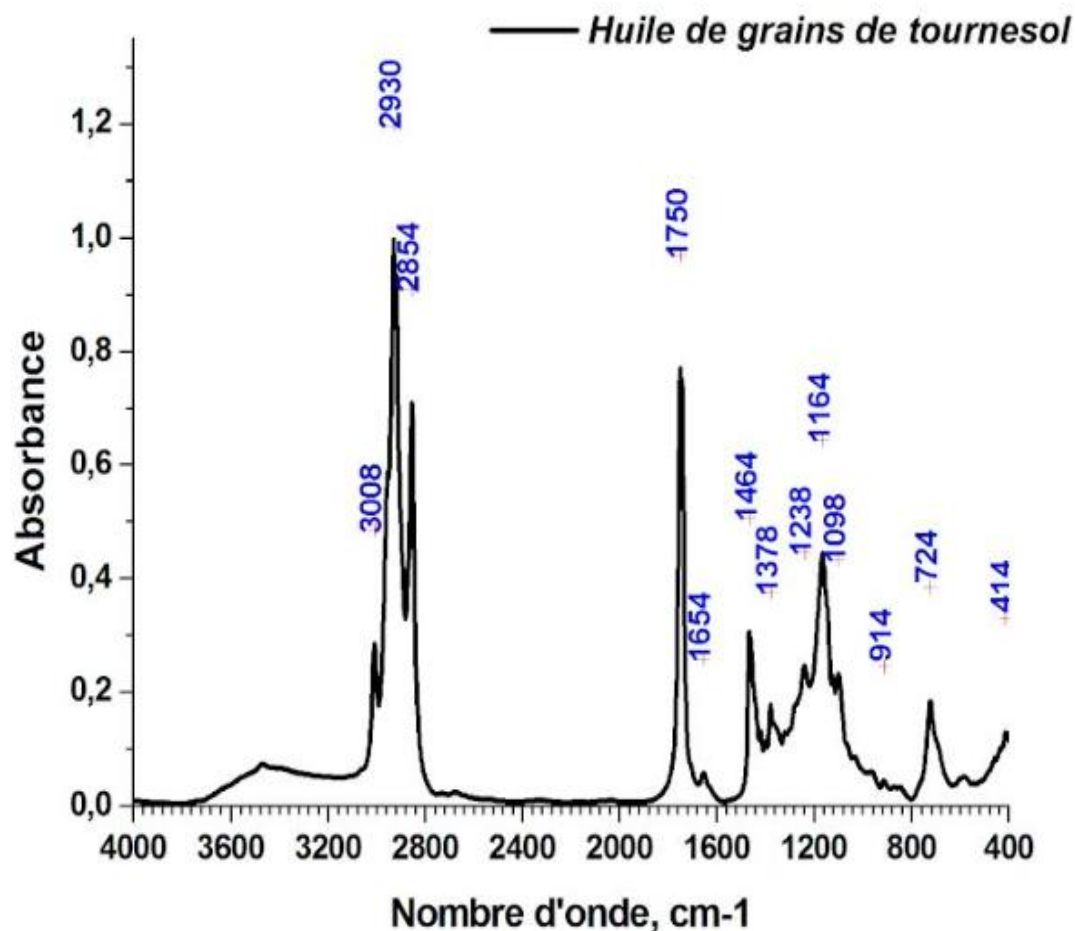


Figure45 : Spectre IR de l'huile de tournesol

Tableau10 : les valeurs des fréquences en cm^{-1} des spectres IR

Groupe	Liaison	Nombre d'onde cm^{-1}	Vibration	Bande
Acides	O-H	3550	Elongation	faible et large
-CH ₂ -	C-H	2930	Elongation asymétrique	Très Forte ;fine
-CH ₂ -	C-H	2854	Elongation symétrique	Forte
Aromatiques	C-H	1654	Harmonique des Déformations C-H	Faible
Aster aliphatique	C=O	1750	Elongation	Forte ;fine
Ether	C-O	1164	Elongation	Variable

Discussion :

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est une technique analytique efficace pour identifier rapidement la «famille chimique» d'une substance. Dans cette partie, nous avons présenté le spectre infrarouge de l'huile de tournesol, après avoir optimisé les systèmes moléculaires.

Le spectre IR de l'huile de tournesol présenté dans la figure (45) est caractérisé par : une bande faible et large à 3550 cm^{-1} correspond à une vibration d'élongation de la liaison O-H des acides ; 2930 cm^{-1} une forte et fine bande caractéristique d'élongation asymétrique de la liaison C-H de groupement $-\text{CH}_2$; 2854 cm^{-1} une bande forte de vibration d'élongation symétrique de la liaison C-H de groupement $-\text{CH}_2-$; 1750 cm^{-1} une bande forte ; fine de vibration d'élongation C=O de Aste aliphatique ; et à 1164 cm^{-1} une bande indique une vibration d'élongation de C-O d'ether

CONCLUSION GÉNÉRALE

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans le cadre de la valorisation d'oléochimie de tournesol, nous nous sommes intéressés, au cours de cette étude, à la caractérisation et l'indentification phytochimique de l'huile des graines tournesol oléagineux, collectées dans la région de la municipalité d'Al-Hamma (Khenchela).

En premier lieu, nous sommes parvenus à optimiser le rendement en matière grasse (huile) des graines de tournesol, par extraction de l'huile par pétrissage. Ces graines donnent un rendement très important d'environ 50%.

En revanche, cette étude a pour objectif de déterminer les molécules bioactives existantes dans cette plante par le biais d'un screening phytochimique, en utilisant des réactions de coloration/précipitation et des techniques de chromatographies sur couches minces et colonne suivi par une spectroscopie infrarouge. Ce travail permet donc de déterminer la richesse de cette espèce en métabolites secondaires (flavonoïdes, tanins, alcaloïdes, saponines, terpénoïdes, stéroïdes, et des coumarines), afin de la valoriser et de l'exploiter dans divers domaines en particulier médicaux, cosmétique et industriel.

En d'autres parts, les analyses des indices de qualités physicochimiques (indice de réfraction, la viscosité, et pH) de l'huile examinée présentent des résultats qui répondent aux normes internationales. Elle peut être donc considérée comme une huile pure à 90% minimum, avec une couleur jaune, odeur : discrète, texture : fluide, pénétrante, goût : assez neutre. Riches en oméga 6, oméga 9 et vitamine E, elle est utilisée avantagement dans les produits cosmétiques, les savons liquides corporels ou de ménage, les savons barre et toute autre industrie.

Résumé,

Avec un sens profond de l'engagement durable, l'oléochimie également est un acteur en énergie renouvelable, par la mise au point de fuel écologique à fort pouvoir calorifique pour chaudière industrielle, et par l'élaboration de bio-solutions d'enrobage pour antimottage d'engrais minéraux. La chimie renouvelable constitue un axe de développement stratégique et prometteur pour la valorisation des oléagineux

La teneur importante de l'huile de tournesol en métabolite secondaire, en Omega 6, combinée aux Omega 9 et à la vitamine E, lui confère essentiellement - en théorie- des bienfaits anti-oxydants, hypocholestérolémiant, protecteurs du système cardio-vasculaire et stimulants du système immunitaire. Cependant, L'huile de tournesol présente un ratio oméga-6/oméga-3 trop déséquilibré.

En outre, il convient de tenir compte des mises en garde liées aux Omega-6. Lorsqu'ils sont présents en quantité trop importante et non compensés par la présence d'Omega-3, ils sont susceptibles de devenir pro-inflammatoires et allergisants, et de provoquer une élévation du taux de triglycérides.

Mots clés: Oléochimie; Oléagineux; Tournesol; Métabolites secondaires; Tests physicochimiques

Abstract

With a deep sense of sustainable commitment, oleochemistry is also a player in renewable energy, through the development of ecological fuel with high calorific value for industrial boilers, and through the development of bio-coating solutions for anti-caking of mineral fertilizers. Renewable chemistry is a strategic and promising area of development for the development of oilseeds.

The high content of sunflower oil in secondary metabolite, Omega 6, combined with Omega 9 and vitamin E essentially gives it - in theory - antioxidant, hypocholesterolemic, protective benefits of the cardiovascular system and stimulants of the immune system. However, sunflower oil has an omega-6/omega-3 ratio that is too unbalanced.

In addition, caveats related to Omega-6 should be considered. When they are present in too large a quantity and not compensated for by the presence of Omega-3, they are liable to become pro-inflammatory and allergenic, and to cause a rise in triglyceride levels.

Keywords: Oleochemistry; oilseeds; Sunflower; Secondary metabolites; Physicochemical tests

ملخص

بالمعنى العميق بالالتزام المستدام، تعتبر الكيمياء الزيتية أيضاً طرفاً فعالاً في مجال الطاقة المتجددة، من خلال تطوير الوقود البيئي ذي القيمة الحرارية العالية للمسخنات الصناعية، ومن خلال تطوير حلول حيوية لمكافحة تكتل الأسمدة المعدنية. الكيمياء المتجددة هي مجال استراتيجي واعد للتطوير وتثمين البذور الزيتية.

المحتوى الأبيض الثانوي العالي لزيت عباد الشمس ، أوميغا 6 ، مع أوميغا 9 وفيتامين هـ يعطيها أساساً - من الناحية النظرية - فوائد مضادات الأكسدة ، وخفض الكوليسترول ، والفوائد الوقائية لنظام القلب والأوعية الدموية ومنتشطات جهاز المناعة. ومع ذلك ، فإن زيت عباد الشمس يحتوي على نسبة أوميغا 6 / أوميغا 3 غير متوازنة بالإضافة إلى ذلك ، يجب مراعاة المحاذير المتعلقة بأوميغا 6. عندما تتواجد بكميات كبيرة جداً ولا يتم تعويضها عن طريق وجود أوميغا 3 ، فإنها معرضة لأن تصبح مسببة للالتهابات و للحساسية ، وتسبب ارتفاعاً في مستويات الدهون الثلاثية.

الكلمات الرئيسية: الكيمياء الزيتية؛ البذور الزيتية. دوار الشمس؛ المستقبلات الثانوية؛ الاختبارات الفيزيوكيميائية