*République Algérienne Démocratique et Populaire*

*Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique*

Université Abderahmane MIRA de Bejaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département des Sciences Alimentaires

# *Mémoire de fin de cycle*

*En vue de l'obtention du Diplôme MASTER II*

*En Biotechnologie, Agro- Ressources, Aliments, Nutrition*

## *Thème*

# *Etude comparative des procédés de séchage en termes de cinétique et de qualité phénolique: Etude phénoménologique.*

*Présenté par*

- ***M^r^ ARABI Takfarinas***
- ***M^r^ BOUCHERGUINE Yassine***

*Membres du jury*

**Présidente :** **M^elle^ BRAHMI F.**

**Promoteur :** **M^r^ MADANI K.**

**Co-promoteurs:** **M^r^ MOUSSI K.**

**M^r^ DAHMOUNE F.**

**Examinateurs:** **M^r^ KATI D.E.**

**M^r^ CHIKHOUNE A**

*Année Universitaire*

*2012/2013*

# *Remerciements*

*Nos remerciements vont tout d'abord à Dieu le tout puissant de nous avoir donné le courage, la volonté et la patience tout au long de ce travail ;*

*Nos reconnaissances s'adressent à nos chers parents qui nous ont encouragé et nous ont soutenue beaucoup dans nos études ;*

*Nous avons l'honneur et le plaisir d'exprimer notre profonde gratitude et nos sincères remerciements à* ***Mr MADANI K.****, notre promoteur et Mr* ***MOUSSI K.****, et* ***DAHMOUNE F.****, nos Co-promoteurs pour leurs précieuses aides, leurs orientations et le temps qu'ils nous ont accordé pour notre encadrement ;*

*Nous tenons à remercier très particulièrement* ***Mr KATI DJ.****, pour son aide et ses précieux conseils ;*

*Nos remerciements les plus sincères s'adressent également à Melle* ***BRAHMI*** *d'avoir accepté de présider le jury, ainsi que Mr* ***KATI*** *D.E, et* ***CHIKHOUNE A.****, de nous avoir fait l'honneur d'examiner notre travail ;*

*Nos remerciements les plus sincères s'adressent également à toute l'équipe de laboratoire BBBS pour leurs aides et leurs orientations ;*

*En bref nous remercions toutes personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail ;*

***Un grand merci à tous***

# *Dédicaces*

*Au nom de tout puissant je dédie ce modeste travail*

لولا القلوبُ الّتي تُحِبُّكَ وَالقلوبُ الّتي تُحِبُّها

لكُنتَ هَباءً مَنثوراً

جبران خليل جبران

*Aux deux êtres les plus chers au monde, mes parents qui n'ont pas cessé de m'encourager en me prodiguant de précieux conseils, C'est avec émotion que je Leurs exprime toute mon affection.*

*A la mémoire de mes grands-parents que dieu réserve pour eux une place au paradis*

*A ma très chère future épouse Bahia qui m'a toujours soutenu et encouragé et à L'intérêt qu'elle a toujours porté pour mes études Que Dieu te garde longtemps à mes côtés.*

*A mes très chèrs frères Fatah et sa femme Fatiha, Fahem et Anis et mes très chères sœurs Sounia et son faillancé Amar, et Manissa pour leurs encouragements.*

*A tous mes oncles et tantes, cousins et cousines et les leurs enfants.*

*A toute la famille ARABI et AIT ABDELMALEK*

*A tous mes copains de chambre Aimad, Fatah et Farhat.*

*A tous l'équipe de laboratoires 3BS Mr Madani et Mr Moussi, Farid, Hocine, Omar et Sofiane pour l'environnement familiale qu'ils nous ont créés durant notre cursus au sein de l'université.*

*A tous mes très chers amis.*

*Takfarinas*

## Dédicace

Je dédie ce modeste travaille à mes très chers parents

Qui m'ont soutenu depuis toujours, c'est grâce à eux que j'ai atteint se niveau, pour leurs éducation, orientation et conseilles de poursuivre mes études. La source de tendresse, d'amour et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager avec tout moyen et de prier pour moi. Ce travail est le fruit de vos sacrifices que vous avez consentis pour mon éducation, avenir et ma formation.

A mes frères

Djamel et sa fiancé, Nourdine, je vous souhaite un avenir meilleur plein de joie, de bonheur, de réussite et de sérénité dans leurs vie.

A mes sœurs

Akila, les jumelle Sarah et Houda, je vous souhaite une bonne continuité d'étude, est de poursuite le chemin droit que le bon dieu nous à montré.

A mes grands parents

Nana thahçainithe, Nana Malika et Mouhande Amokrane.

A Cher regretté grand père Saadi et ma tante fadila, que le bon dieu le tous puissant leurs réserve une place dans sont vaste paradis.

A mes oncles et tantes

Hamid, Rabah, Abdelkader, Tahar, Ali, Mourad, Abdelouhabe, Razika, Hada, Nacéra.Naiima, Nabila, Nael, Sacia et fahima.

A Tout l'équipe du laboratoire 3BS : Madani Khoudir ,Moussi, Faride, Sofiane

A mes amis

Salim,Seddik,Takfarinas,hamza,Sofiane,Azddine,Lyes,Halim,Faride,Takfa,Omar, Akli,Macie,Fouade,Nassime.

Et toute la promotion de Biotechnologie, SA 2013.Les copains de chambre C309 : Safi, Athmane, Ferhate et les nouveau Hicham le phénomène et Aziri.

Hassane.

## Liste des figures

**Figure N°01 :** Monographie des feuilles, fleurs et fruits de *Pistacia lentiscus* ……..…2

**Figure N°02 :** Répartition géographique de la famille *Anacardiacée*…….……3

**Figure N°03 :** Pouvoir antioxydant de 112 plantes médicinales chinoises en fonction de leur concentration en composés phénoliques solubles.……..8

**Figure N° 04 :** Effets biologiques des polyphénols...…….……...…10

**Figure N°05 :** Structure générale des flavonoïdes……..……11

**Figure N°06 :** Structure moléculaire de base des tanins hydrolysable ……...12

**Figure N°07 :** Exemple de structure moléculaire de tanins condensés……...……....12

**Figure N°08 :** Comparaison de six profils de température du produit au cours du séchage..18

**Figure N°09 :** Frissonnement des dipôles soumis à une irradiation micro-ondes……..…23

**Figure N°10 :** Transferts thermiques sous les deux modes de chauffage……...…23

**Figure N°11 :** Photographie de la plante étudiée *Pistacia lentiscus*.…..…..…..…...…..…...26

**Figure N°12 :** Photographie du micro-onde(1) , Etuve(2)……..….…….…....27

**Figure N°13 :** Photographie de broyeur (1), Tamiseuse(2), Poudre de *Pistacia lentiscus*(3)..28

**Figure N°14 :**Prototype utilisé pour l'extraction assistée par micro-ondes….…….…..…28

**Figure N°15 :** Protocole de dosage des polyphénols totaux……..……30

**Figure N°16 :** Protocole de dosage des flavonoïdes …….……...…...31

**Figure N°17 :** Protocole expérimental de dosage des tanins……...32

**Figure N°18 :** Protocole expérimental de l'inhibition du DPPH…….33

**Figure N°19 :** Teneur moyenne en polyphénols totaux des échantillons séchés à Température ambiante (25°C) et à l'étuve……..……36

**Figure N°20 :** Variations du taux d'humidité en fonction du temps et les puissances d'irradiation par micro……..…...38

**Figure N°21 :** Teneur moyenne en polyphénols totaux des échantillons séchés au four à micro-ondes……..……..40

**Figure N°22 :** Teneur moyenne en polyphénols totaux des échantillons séchés au four à micro-ondes……41

**Figure N°23 :** Teneur moyenne en flavonoïdes des échantillons de feuilles séchés à Température ambiante et à l'étuve.……43

**Figure N°24:** Teneur moyenne en flavonoïdes des échantillons de feuilles sécher par MO...44

**Figure N°25:** Teneur moyenne en tannins des échantillons de feuilles séchées à Température ambiant et à l'étuve……..…….…….45

**Figure N°26 :** Teneur moyenne en tanins des échantillons de feuilles séchés par micro-ondes……..…...46

**Figure N°27 :** Résultats de l'activité antiradicalaire au DPPH..…….....….47

**Figure N°28 :** Résultats de l'évaluation de l'activité antiradicalaire au DPPH..….……..…48

# Liste des tableaux

**Tableau I :** Ordres de grandeur des valeurs de CEM en fonction des modes de séchage..….19

**Tableau II :** Principaux phénomènes de transformation de la qualité des produits en fonction de l'état ou de la dynamique de l'eau dans le produit……..……....……20

**Tableau III :** Taux d'humidité et extraits sec des poudres……..34

**AOP :** Activité antioxydante.

**AW** : Activité de l'eau.

**CEM :** Consommation d'énergie massique

**DPPH :** 2,2diphényl,1,picrylhydrazyle

**DW :** Poids sec.

**EAG :** Equivalent d'acide gallique.

**EAM :** Extraction assisté par micro-ondes.

**EC :** Equivalent catéchine.

**EQ :** Equivalent quercitine.

**ES :** Extrait sec.

**ESAM :** Extraction par solvant assistée par micro-ondes.

**HPLC-MS :** Chromatographie liquide à haute performance couplé à la spectrophotométrie de masse.

**IAA :** Industrie agro-alimentaire.

**LDL:** Low density lipoprotéine.

**MO:** Micro-ondes.

**MS :** Matière sèche.

**Phe :** Phénylalanine.

**PPT :** Polyphénols totaux.

**R°** **:** Radical libre.

**RMN :** Résonance magnétique nucléaire.

**UV :** Ultraviolets.

**W :** watt (unité de puissance ).

# Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction : ..... 1

***Partie bibliographique***

**Chapitre I. Présentation de *Pistacia lentiscus***

I.1.Classification systématique et description botanique ..... 2

I.1.1. Déscription botanique ..... 2

I.1.2. Classification taxonomique ..... 3

I.2. Répartition géographique ..... 3

I.3. Propriétés biologiques et pharmacologiques ..... 4

I.4. Produits et dérivés à base de *P. lentiscus* ..... 5

**Chapitre II. Composés phénoliques**

II.1. Propriétés des composés phénoliques ..... 7

II.2. Polyphénols ..... 8

II.2.1. Biosynthèse des composés phénoliques ..... 8

II.2.2. Répartition des polyphénols dans la plante ..... 9

II.2.3. Effets bénéfiques de consommation des polyphénols ..... 9

II.3. Flavonoïdes ..... 10

II.3.1. Biosynthèse des flavonoïdes ..... 10

II.3.2. Structure des flavonoïdes ..... 11

II.3.3. Classification des flavonoïdes ..... 11

II.4. Tanins ..... 12

II.4.1. Biosynthèse des tanins ..... 13

II.4.2. Propriétés physico-chimique des tanins ..... 13

## Chapitre III. SECHAGE ET EXTRACTION

III.1. Séchage ..... 14
III.1.1. Définition ..... 14
III.1.2.Objectifs ..... 14
III.1.3. Principe ..... 15
III.1.3.1 Principe physique de séchage ..... 16
III.1.3.1.1 Séchage par entrainement ..... 16
III.1.3.1.2. Séchage par ébullition ..... 16
III.1.3.2. Mode de transfert de chaleur ..... 16
III. 1.4. Méthodes de séchage ..... 17
III. 1.4.1. Séchage à la l'air libre ..... 17
III.1.4.2. Séchage par l'étuve ..... 17
III.1.4.3. Séchage par micro-onde ..... 18
III.1.5. Problèmes techniques liés à l'élimination de l'eau ..... 19
III.1.5.1 Consommation d'énergie ..... 19
III.1.5.2 Risque d'altération de la qualité des produits ..... 20
III.2.1. Extraction assistée par micro-onde ..... 21
III.2.2. Principe de l'extraction assistée par micro-onde ..... 21
III.2.3. Technologie du four micro-ondes ..... 22
II.2.4. Chauffage micro-ondes ..... 23
III.2.5. Interactions ondes-matière ..... 23
II.2.6. Avantages et inconvénients d'extraction assistée par micro-ondes ..... 24

## *Partie pratique*

## Chapitre IV. MATERIELS ET METHODES

IV.1. Matériels utilisés ..... 25
IV. 1.1. Appareillages utilisés ..... 25
IV. 1.2. Produits chimiques ..... 25
IV. 3. Matériel végétal ..... 26
IV. 3.1. Description de la plante ..... 26
IV. 3.2. Collecte ..... 26
IV. 3.3. Séchage ..... 27
IV. 3.4. Broyage et tamisage ..... 27

IV. 4. Extractions assistée par micro-onde ..... 28
IV. 5. Dosage des composés phénoliques ..... 29
IV. 5.1. Dosage des polyphénols totaux ..... 29
IV. 5.2. Dosage des flavonoïdes ..... 31
IV. 5.3. Dosage des Tanins ..... 32
IV. 7. Détermination de l'activité antioxydante ..... 33

**CHAPITRE V. Résultats et discutions**

V.1 Taux d'humidité ..... 34
V.2. Cinétiques de séchage ..... 35
V.2.1. Cinétique de séchage conventionnelle des feuilles de *Pistacia lentiscus* ..... 35
V.3. Dosage des composés phénoliques ..... 39
V.3.1 Polyphénols totaux ..... 39
V.3.1.2. Dosage de PPT des feuilles séchées à différentes puissances micro-ondes ..... 41
V. 3 .2. Flavonoïdes ..... 43
V.3 .2.2 Dosage des flavonoïdes de feuilles séchées à différentes puissances micro-ondes ..... 44
V. 3 .3. Tanins ..... 45
V.3 .3.2. Dosage des tanins de feuilles séchées à micro-ondes ..... 46
V.4. Détermination du pouvoir antioxydant par la méthode au DPPH ..... 47
V.4.1 Pourcentage d'inhibition du radical DPPH des feuilles séchées à l'air libre et à l'étuve ..... 47
V.4.2 Pourcentage d'inhibition du radical DPPH des feuilles séchées par MO ..... 48
Conclusion ..... 50
Références bibliographiques.
Liste des annexes.

# Introduction

**Introduction générale**

Au travers des âges, l'Homme a pu compter sur la nature pour subvenir à ses besoins de base tels que, nourriture, abris, vêtements et aussi pour ses besoins médicaux. Les plantes possèdent d'extraordinaires vertus thérapeutiques. Leurs utilisations pour le traitement de plusieurs maladies chez les êtres vivants et en particulier l'Homme est très ancienne et a toujours était faites de façon empirique [1].

Aujourd'hui, les traitements à base de plantes reviennent au premier plan, car l'efficacité des médicaments tels que les antibiotiques (considérés comme la solution quasi universelle aux infections graves) décroît. Les bactéries et les virus se sont peu à peu adaptés aux médicaments et leur résistent de plus en plus [2].

Grâce au développement des méthodes d'extraction et des techniques d'analyses physico-chimiques et biologiques, une meilleure connaissance de la composition des plantes d'importance alimentaire et des aliments qui en dérivent, du devenir de leurs principaux micronutriments après ingestion (biodisponibilité) et des effets nutritionnels qui en découlent, est devenue possible [3].

Le *Pistacia lentiscus* est un arbrisseau appartenant à la famille des *Anacardiaceae*. La médecine traditionnelle algérienne utilise surtout l'huile dans le traitement des petites blessures, brûlures légères et érythèmes. Elle est aussi employée par voie orale contre les problèmes respiratoires d'origine allergique et les ulcères de l'estomac [4].

L'objectif du présent travail, vise à démontrer l'influence des différents procédés de séchage sur la composition en substance bioactive des feuilles de *Pistacia lentiscus*. Pour cela notre étude englobe deux aspects; dont le premier est consacré à l'étude des cinétiques de séchages, et leur évolution au cours du temps avec les différentes températures à l'étuve, et puissances du four à micro-ondes.

Le deuxième est réservé à l'étude de la composition phytochimique basé principalement sur l'extraction et la quantification des composés phénoliques des feuilles de notre plante, après avoir été séchées avec les différents modes de séchage (l'air libre, étuve, micro-onde), et ainsi évaluation de l'activité antioxydante de ces substance vis-à-vis du radical libre DPPH.

# Partie Théorique

# Chapitre I

## Présentation de *Pistacia lentiscus*

## I. Présentation de *Pistacia lentiscus*

### I.1.Classification systématique et description botanique

#### I.1.1. Déscription botanique

*Pistacia lentiscus* fait partie de la famille d'Anarcadiaceae **[5]**, qui est un arbrisseau dioïque thermophile de 1 à 3 mètres **[6]**, l'odeur résineuse forte à écorce lisse et grise; les feuilles persistantes, composées, alternes pourvues d'un pétiole ailé, paripennées à 4-10 petites folioles elliptiques-obtuses, mucronulées, coriaces, luisantes en dessus, mates et pâles en dessous **[7]**.Les fleurs en grappes spiciformes denses, naissant 1 ou 2 à l'aisselle d'une feuille et égalant au plus la longueur d'une foliole. Le fruit petit, subglobuleux, apiculé, rouge, puis noir à la maturité **[7, 8]**.

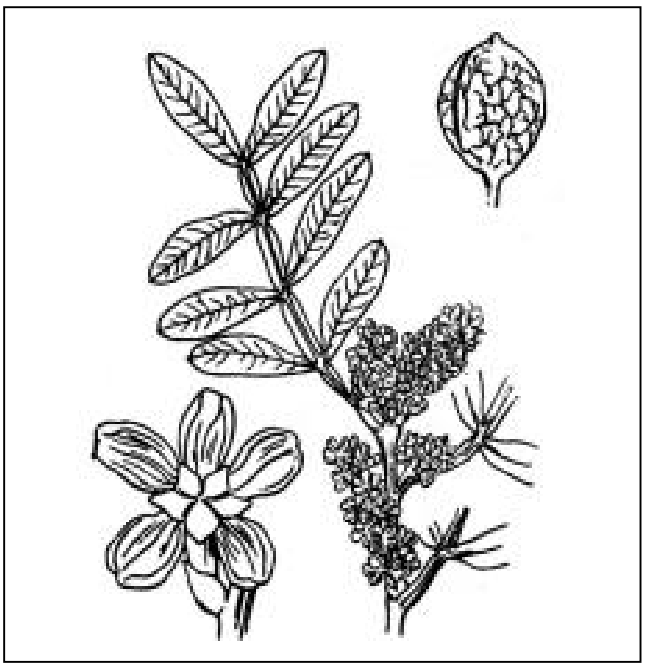


**Figure N°01** :Monographie de feuilles, fleurs et fruits de *Pistacia lentiscus* **[7]**.

### I.1.2. Classification taxonomique

La classification est donnée selon **Bock (2013)** [7]:

Règne : végétale

Division : Magnoliophyta

Classe : Magnoliopsida

Ordre : Spinales

Famille : Anacardiaceae

Genre : *Pistacia*

Espèce : *Pistacia lentiscus*

**Noms vernaculaires [7] :**

(Anglais) /..... Lentisk,Chios mastic tree

(Allemand) /……...Mastixbaum

(Italien) /……..…Stinco, Lentischio

(Français) /……....Arbre au mastic, L*entisque*

(Espagnol) /……Lentisco, Charneca

**Synonymes [7]:**

*Lentiscus massiliensis (Mill.) Fourr.*

*Lentiscus vulgaris Fourr.*

*Pistacia brevifolia Gand.*

*Pistacia chia Desf.*

*Pistacia gummifera Salisb.*

*Pistacia narbonensis Mill.*

*Terebinthus vulgaris Four*

*Pistacia massiliensis Mill*

### I.2. Répartition géographique

*Pistacia lentiscus* se répartie dans la région méditerranéenne **[6, 9]**,en Europe ,Asie, de Afrique jusqu'aux Canaries **[7]**. Il pousse de façon sauvage et permanente en Algérie, Turquie, le Maroc, la France, l'Espagne, l'Italie et la Grèce **[10, 11]**.

Localisé dans les zones côtières dont la sécheresse, l'irradiation élevée et à haute température **[7, 12]**.Pour une courte ou longue durée peuvent influer grandement sur l'écophysiologie des plantes et de limiter leur production. Différentes espèces ont tendance à s'adapter à des conditions environnementales différentes, adaptations éco-physiologiques et

structurales à différentes échelles temporelles, par exemple, la modulation de l'activité de croissance **[12]** . La Répartition géographique de la famille des Anacardiceae est représentée dans la Figure 02.

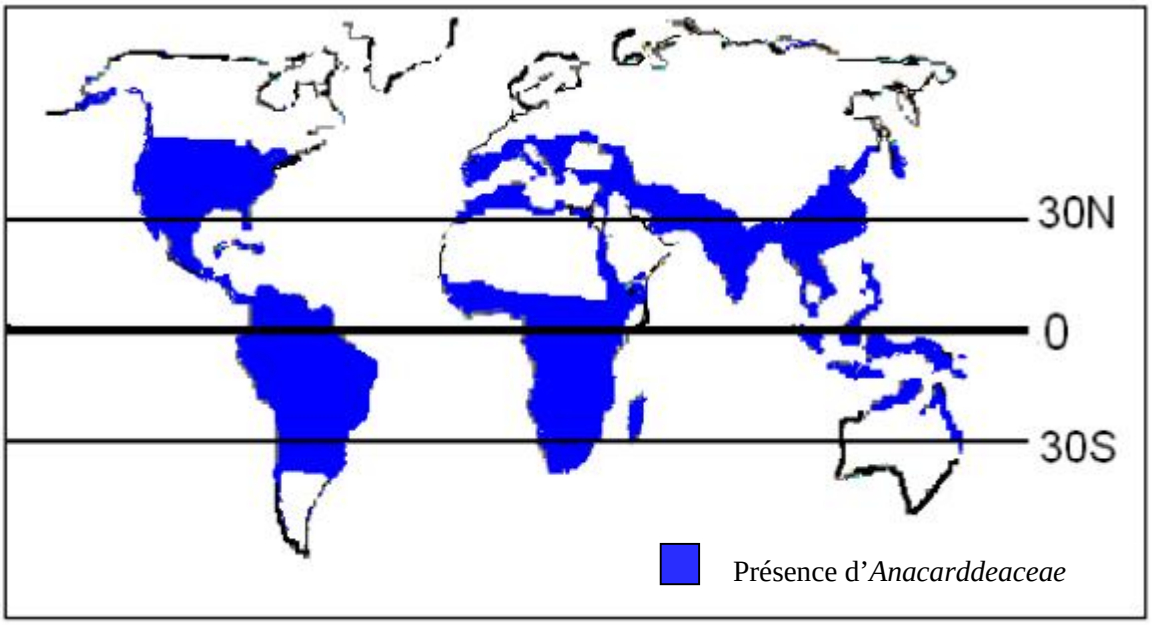



**Figure N°02**: Répartition géographique de la famille des *Anacardiceae* **[13]**.

**I.3. Propriétés biologiques et pharmacologiques**

Les études expérimentales effectuées sur cette plante ont mis en évidence différents activités biologiques et pharmacologiques**.**

Les feuilles de lentisque sont largement utilisées dans la médecine traditionnelle pour le traitement de l'eczéma, la diarrhée, les infections de la gorge et comme un puissant agent anti-ulcéreux **[5, 14]**. Sa résine est utilisée en cosmétique et parfumerie, comme l'assaisonnement dans la technologie alimentaire, comme antimicrobienne en particulier contre *Helicobacter pylori* **[13, 15]**, antifongique**[16]** et hepatoprotecteur **[17]**.

Les feuilles de *Pistacia lentiscus* contiennent différents types de métabolites secondaires. Parmi ceux-ci, les composés les plus abondants sont censément les flavonoïdes, qui ont fait preuve d'une capacité antioxydante puissante. Ils exercent également des effets hépatiques, anti-inflammatoires et anticancéreux **[11]**. Les feuilles de cette plante sont aussi utilisées pour purifier l'eau; augmenter la durée de conservation des tomates et des figues séchées au soleil; elles sont également utilisées comme conservateur naturel pour les poissons et viandes **[18]**.

L'extrait de feuilles de lentisque présente un intérêt pour le développement de nutraceutiques et de suppléments alimentaires **[11]**.

L'huile essentielle de baies est appliquée sur le corps, ainsi qu'il est utilisé pour la cuisson en temps de pénurie. Récemment, des études ont rapporté que l'huile essentielle des feuilles présente des effets antimutagènes et antibactériennes.En outre, les baies sont riches en anthocyanes, qui confèrent la capacité antioxydante et induisant l'autophagie, un mécanisme pour renforcer la chimioprévention **[11]** .

Les usages médicinaux sont divers, la décoctions de ses parties aériennes et/ou la résine est utilisée pour traiter des toux, maux de gorge, l'eczéma, mal d'estomac, calcul rénale et la jaunisse **[5]**.

## I.4. Produits et dérivés à base de *P. lentiscus*

- **Le bois**

Il occupe le premier rang parmi les combustibles ; il donne un feu vif qui dure longtemps et un charbon abondant qui se maintient incandescent jusqu'à combustion complète **[7]** , pour sa robustesse et la finesse de sa texture, le bois de cette espèce est très apprécié en ébénisterie **[19]**.

- **La résine**

Des branches et le tronc exsude naturellement ou par incision une résine jaune claire, fortement aromatique qui durcit au contact de l'air, qui est appelée mastic ou gomme-mastic d'où son nom commun d'arbre à mastic, généralement la production est d'environ 4 à 5 kg par arbuste. Cette résine est produite à grande échelle dans de vastes plantations dans la région d'Emporio et Mesta, qui est d'ailleurs appelée "mastihohoria" qui se traduit par villages à mastic, d'où le nom commercial répandu de « Mastic de Chio ». Ce dernier entrait dans la confection d'eau-de-vie et de liqueurs, aromatiser certaines confitures, confectionner des pâte ou des gommes à mâcher parfumées ou pastilles qui furent les douceurs favorites des sultans de l'empire ottoman et des femmes du Moyen-Orient **[19]**.

Utilisé aussi par les femmes turques, grecques, arméniennes et juives en mâchant avec délices cet odorant mastic, surtout le matin ; il se ramollit, parfume l'haleine, fortifie les gencives et blanchit les dents. Le brûlé dans des cassolettes pour parfumer les appartements, le mêlé à la pâte et préparation d'un pain agréable **[7]**.

- **Essence de Mastic**

Après distillation du mastic, une essence est récupérée, qui entre dans la confection des parfums, produits cosmétologiques et pharmaceutiques, vernis de grande qualité recherchée par les peintres œuvrant à la peinture à l'huile et aussi dans l'industrie photographique **[19]**.

- **Essence des feuilles et rameaux**

Dans ces parties est extraite une huile essentielle qui est utilisée pour traiter les problèmes veineux dont les hémorroïdes, en aromathérapie et phytothérapie pour ses propriétés décongestionnantes **[19]**.

- **Les huiles**

Dans les fruits comestibles une huile est extraite et couramment utilisée pour l'alimentation, l'éclairage et la confection de savons. L'huile est produite à l'Est de l'Algérie, dans les zones notamment côtière (El Milia, Skikda), où l'espèce est abondante **[19]**. En outre, dans la médecine traditionnelle est utilisée pour diverses maladies dont : l'asthme, diarrhée, ulcère gastrique, anti-inflammatoire, antipyrétique, antibactérienne, antiviral et comme insecticides **[18]**.

# Chapitre II

## Les  composés phénoliques

## II. Composés phénoliques

### II.1. Généralités sur les composés phénoliques

Les composés phénoliques sont des métabolites secondaires ayant comme base un cycle benzoïque avec un ou plusieurs groupements hydroxyle (OH). Leurs synthèse se fait principalement suite à la voie de l'acide shikimique par la désamination de la phénylalanine et en faible partie, par la voie de l'acide malonique **[20]**. Les deux principaux groupes de composés phénoliques sont les flavonoïdes et les acides phénoliques. Les principales classes des flavonoïdes sont les flavonols, les flavones, les flavanols et les isoflavones. Les acides phénoliques sont des dérivés d'acide benzoïque (acide gallique) ou des dérivés d'acide cinnamique (les acides coumarique, férulique, sinapique), qui servent de précurseurs aux unités de base de la lignine **[21]**.

Les composés phénoliques sont importants, notamment pour la protection de la plante contre les rayons ultraviolets (UV), pour sa défense contre les herbivores et les pathogènes **[22]**. Une autre propriété intéressante des composés phénoliques, plus particulièrement ceux de la classe des flavonoïdes, est leur facilité à céder un électron. Plusieurs de ces composés ont même un pouvoir antioxydant élevé **[23]**. Ce pouvoir antioxydant pourrait donc être utilisé pour réduire les radicaux libres et ainsi les rendre non dommageables. Il a d'ailleurs été montré qu' il existe une relation linéaire entre le pouvoir antioxydant des végétaux et la concentration en composés phénoliques (Figure 03) **[24]**.

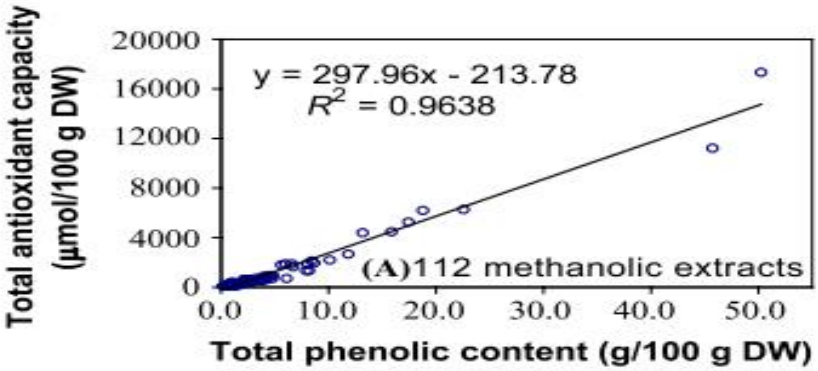



**Figure N°03**: Pouvoir antioxydant des extraits méthanolique de 112 plantes médicinales Chinoises en fonction de leur concentration en polyphénols totaux **[24]**. (DW =Poids sec)

## II.2. Polyphénols

Les polyphénols constituent le groupe de métabolites le plus large et le plus répandu du règne végétal. Composés de plus de 8000 structure allant de simples phénolique de bas poids moléculaire (Acides phénoliques) à des hauts composés polymérisés (les tanins). Ils peuvent être conjugués avec un ou plusieurs résidu(s) sucré(s) lié(s) ou liés avec d'autres composés chimiques, tels que des acides carboxyliques, des amines ou des lipides ou avec d'autres phénols existent également **[25]**.

### II.2.1. Biosynthèse des composés phénoliques

Les polyphénols sont des produits du métabolisme secondaire des plantes, synthétisés par deux voies biosynthétiques :

**a / La voie de shikimate**

C'est souvent la voie de biosynthèse des composés aromatiques, elle joue un rôle critique pour contrôler le métabolisme de la voie de phénylpropanoide **[25]**. La voie shikimate de biosynthèse des composés aromatiques est représenté dans Annexe II.1 **[26]**.

**b / La voie de phénylpropanoide**

La voie de phénylpropanoide (Annexe II.2) commence par la phénylalanine (Phe) qui fournit en plus des principaux acides phénoliques simples, coumarines, isoflavonoïdes, flavonoïdes, acide salicylique et des précurseurs de lignine, qui est quantitativement le second biopolymère le plus important après la cellulose **[27]** .

### II.2.2. Répartition des polyphénols dans la plante

Les composés phénoliques sont localisés chez les plantes de façon hétérogène dans tous les niveaux de l'organisation végétale (feuilles, tiges, fleurs et racines). Au sein de la cellule, la vacuole et la paroi lignifiée, compartiments relativement inertes sur le plan métabolique, constituent les sites d'accumulation principaux des polyphénols **[28]**.

Chez les plantes, ces composés offrent une protection contre le rayonnement ultraviolet, des agents pathogènes, et les herbivores. Le pigments d'anthocyanine dans les fleurs attirent les pollinisateurs et sont responsables du rouge et couleurs bleues caractéristique des fruits, vins, et certains légumes **[29]**

### II.2.3. Effets bénéfique de consommation des polyphénols

La propriété des flavonoïdes la mieux décrite est leur activité antioxydante et leur capacité à piéger les radicaux libres : radicaux hydroxyles (OH·), anions superoxydes ($0_2^{\cdot -}$) et radicaux peroxylipidiques, selon la réaction suivante **[30]** :

Flavonoïde (OH) + (R°) ⟹ flavonoïde (O°) + RH

L'alimentation riche en polyphénols réduit le développement de nombreuses pathologies, telles que le cancer, l'ischémie cardiaque, l'athérosclérose et l'hypertension. Les polyphénols ont une capacité d'abaisser la pression artérielle chez le rat, d'empêcher l'oxydation des LDL, d'inhiber la prolifération des cellules musculaires lisses vasculaires, d'empêcher l'agrégation plaquettaire, de stabiliser les cellules immunitaires et de promouvoir le relâchement des cellules musculaires lisses vasculaires.

Décrit comme étant des antioxydants, des antiagrégants plaquettaires, des anti-inflammatoires, des anti-allergènes, des anti-thrombotiques et des anti-tumoraux (figure 04) **[31]**.

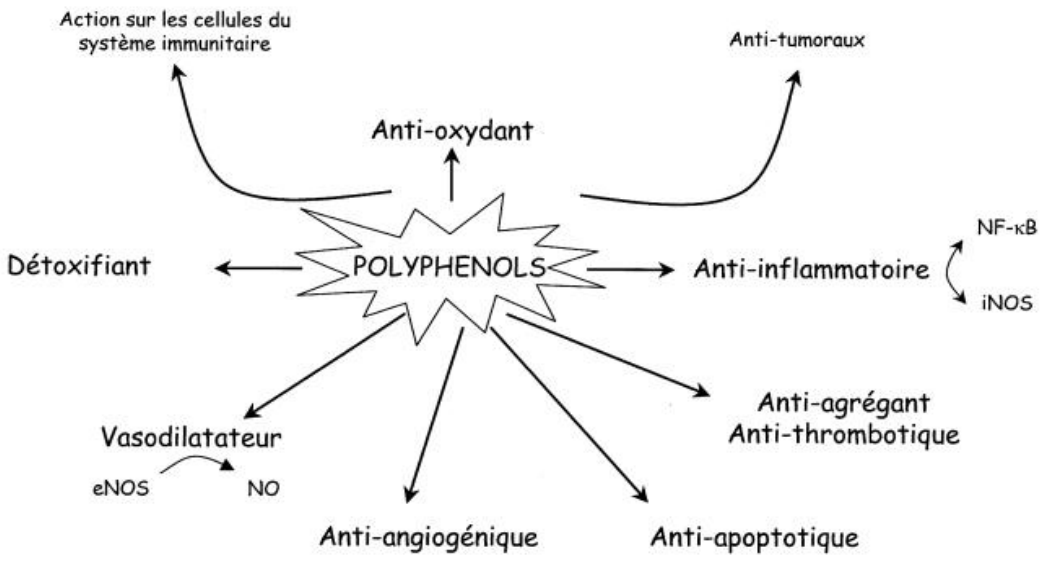



**Figure N°04** : Effets biologiques des polyphénols **[31]**.

## II.3. Les flavonoïdes

Les flavonoïdes peuvent avoir existé dans la nature depuis plus d'un milliards d'années et ont donc interféré l'évolution des organismes au cours des éons **[32]**.

Les flavonoïdes sont un groupe de composés phénoliques divers dans la structure chimique et les caractéristiques. Ils se trouvent naturellement dans les fruits, les légumes, les noix, les graines, les fleurs et l'écorce **[33, 34]**.

### II.3.1. Biosynthèse des flavonoïdes

Ils sont synthétisés à partir des acides aminés aromatiques, phényl-alamine et la tyrosine, ainsi que des unités d'acétate. Phénylalanine et tyrosine sont convertis en acide cinnamique et parahydroxy-l'acide cinnamique, respectivement, par l'action du phényl-lyases d'ammoniac lalamine et la tyrosine **[35]**.

### II.3.2. Structure des flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des composés phénoliques de bas poids moléculaire. Les trois noyaux phénoliques sont appelés A, B, et C (ou pyrane) anneaux (figure N°05). Les activités biochimiques de flavonoïde et de leurs métabolites dépendent de leur composition chimique **[33]**.

Structurellement, les flavonoïdes sont généralement caractérisées par un squelette du carbone de (C6-C3-C6) **[36, 37]**.Ils se produisent comme aglycones (sans fractions de sucre) et des glycosides (avec des radicaux de sucre) **[34]**.

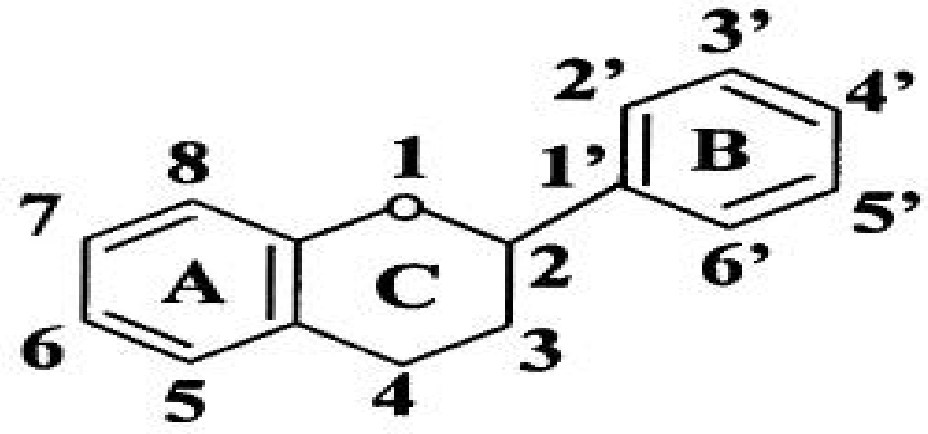



**Figure N°05** : structure générale des flavonoïdes **[33, 37, 38].**

### II.3.3. Classification des flavonoïdes

Plusieurs mille de flavonoïdes ont été identifiés et divisés en groupes selon leur variation structurelle et degré d'oxydation. Ceux-ci incluent les flavonols, flavones, isoflavones, flavanones, flavan-3-ols et anthocyanidines **[33, 34, 39]**. Les principales classes des flavonoïdes sont illustrer dans l'Annexe II.3 **[38, 40, 41]**.

**II.4. Tanins**

Les tanins sont des composés phénoliques constituant un grand groupe de métabolites secondaire de plante **[42]**. Ils sont présents dans les feuilles et bois ou biles de beaucoup de plantes, en présentant des concentration qui varient considérablement avec l'espèce, l'âge et la partie de la plante **[43]**.

Les tannins sont d'origine végétale non azoté, ce sont des complexe phénolique de structures variées **[44]**. Ils partagent la capacité d'interaction avec des protéines, alcaloïdes et polysaccharides **[43]**. Sur la base de leur structure, les tanins peuvent être divisés en tanins hydrolysables et condensés **[45]**.

**A/ Tanins hydrolysables**

Ce sont des tanins qui subissent une hydrolyse en présence d'acides ou d'enzymes **[46]**, ils comprennent les glucosides et soit de l'acide gallique, soit gallotanins ou de l'acide éllagique, soit éllagitanins**[45]**. La figure 06 représente leurs structures moléculaires de base.

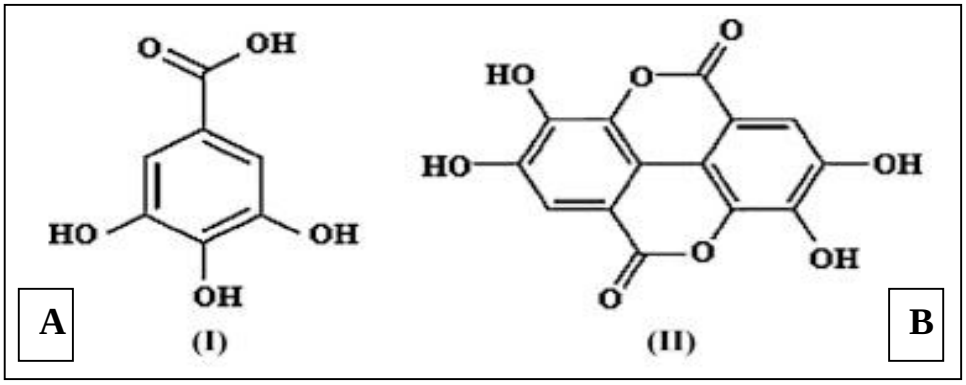



**Figure N°06**: Structure moléculaire de base des tanins hydrolysable Acide gallique (A) et ellagique (B) **[46]**.

**B/ Tanins condensés**

Ils ont plutôt tendance à se polymériser et appartiennent au groupe des flavonoïdes **[46]**. Ils sont composées de flavane-3-ol sous-unités monomères, tels que la catéchine, l'épicatéchine et leurs gallate **[45]**. Les tanins des végétaux sont capables de réagir avec des ions de métaux lourds dans des solutions aqueuses **[46]**. La figure 07 représente l'unité de base des tanins condensés.

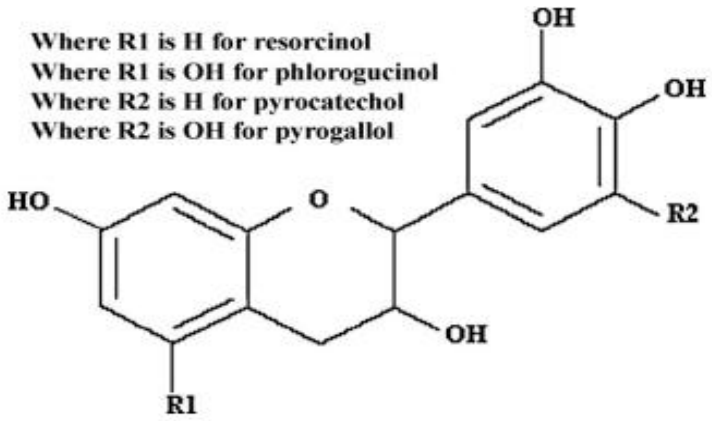



**Figure N°07** : Structure moléculaire de base des tanins condensés **[46, 47]**.

### II.4.1. Biosynthèse des tanins

La biosynthèse de l'acide gallique et de ses dérivés se fait principalement par la voie de l'acide shikimique et secondairement par la voie de β-oxydation de l'acide trihydroxycinnamique ; la biosynthèse des flavanes est identique a celle des flavonoïdes **[44]**.

### II.4.2. Propriétés physico-chimique des tanins

**a / Solubilité**

Ce sont des corps généralement amorphes, solubles dans l'eau, l'alcool, et l'acétone. Ils sont insolubles dans les solvants organiques apolaires. Ils sont extraits par des mélange hydroalcooliques additionnés ou non d'acétone **[44]**.

**b / Réaction de précipitation**

Ils forment des précipités avec les sels des métaux lourds. Ils forment des précipites avec les protéines, cette action est responsable de l'effet de tannage du cuir, des effets antidiarrhéiques astringents. Ils forment avec des alcaloïdes les combinaisons taniques **[44]**.

# Chapitre III

## Séchage et extraction

## SECHAGE ET EXTRACTION

### III.1. Séchage

Les fruits, les légumes, les céréales, les graines, les plantes et les algues…etc. Destinés à la consommation alimentaire, pharmaceutique ou cosmétique, nécessitent souvent, avant d'être utilisés, une opération de préservation permettant leur stockage, leur transport, et facilitant leur transformation **[48]**.

### III.1.1. Définition

Le séchage est l'une des anciennes méthodes de conservation des aliments **[49, 50]**. Durant le séchage l'eau est enlevée de l'aliment ce qui permet la stabilité des denrées périssables par abaissement de l'activité de l'eau (Aw), en générale, ces produits sont stockés à température ordinaire, avant d'être réhydratés pour une utilisation dans un procédé industriel ou dans une préparation culinaire **[49]**.

Selon **Alibas (2007) [51],** le séchage est défini comme étant l'une des méthodes de stockage, qui a tendance à augmenter la période de consommation d'un aliment, tout en gardant sa valeur nutritionnelle.

Le séchage est le processus d'élimination de l'humidité dans le produit jusqu'à un certain seuil par évaporation **[49, 51, 52]**.

### III.1.2.Objectifs

L'utilisation du séchage dans les industries agro-alimentaires à de multiple buts dont le principal est de prolonger la durée de conservation des produits (viandes, poissons, fruits, graines, pates, épices, thé, champignons) **[49, 51]**; inhibition de l'activité des micro-organismes, des enzymes ou des ferments de la matière**[51, 53]**; stabiliser les produits agricoles (mais, riz, lait, tomate) et amortir le caractère saisonnier de certaines activités .Le séchage permet aussi de diminuer la masse et le volume des aliments pour réduire leur encombrements et faciliter leurs emballages et transports **[49, 50, 52]**.

**III.1.3. Principe**

Le séchage est une opération consistant à retirer une partie du solvant (le plus souvent l'eau), d'un corps, par vaporisation de ce solvant, le produit final dit « sec » étant obtenu sous une forme solide de taille variable, une opération de séparation thermique, dans le sens qu'il faut fournir l'énergie de vaporisation du solvant, pour qu'il quitte le produit sous forme de vapeur **[52]**.

Selon **Bonazzi et Bimbenet (2008) [54]**, c'est l'évaporation de l'eau d'un produit pour aboutir à un produit sec.

Les procédés de séchages sont multiples et varient selon le type et la quantité de produit à sécher et la quantité d'eau évaporé à éliminer, la quantité finale souhaitée ou la fonctionnalité recherchée pour le produit séché.

L'élimination d'eau d'un produit peut être obtenue par trois voies principales :

- **Voie mécanique**

  Se réalise sans transfert thermique mais par simple transfert de quantité de mouvement. Centrifugation, filtration, égouttage, essorage, pressage, osmose inverse **[**49, 55].

- **Voie chimique**

  Méthode extractives basées sur des interactions chimique, physique ou physico-chimique, telle que la déshydratation imprégnée par immersion **[49, 55]**.

- **Voie thermique**

  Se réalise par un transfert de masse qui nécessite au préalable une activation de l'eau par certaine quantité d'énergie apportée par un transfert de chaleur **[49, 55]**.

### III.1.3.1 Principe physique de séchage

Deux mécanismes peuvent être mis en œuvre pour évaporer l'eau d'un produit : l'entrainement et l'ébullition.

#### III.1.3.1.1 Séchage par entrainement

Lorsqu'un corps humide est placé dans un courant de gaz (air le plus sauvent) suffisamment chaud et sec, il s'établit un écart de température et de pression partielle **[49, 56].** Alors l'eau est évaporée sans ébullition sous l'effet de gradient de pression partielle de l'eau. Il s'agit d'un transfert de masse par gradient de pression de vapeur d'eau. La chaleur sort alors du produit sous l'effet d'échange convectif sous la forme de chaleur sensible sans séchage, et sous forme de chaleur latente accompagnant la vapeur émise **[56]**.

#### III.1.3.1.2. Séchage par ébullition

La température d'ébullition dépend de la pression régnant dans le sécheur (pression totale ambiante) elle est plus basse sous vide qu'à pression atmosphérique, cette propriété permet de sécher des produits oxydables en l'absence d'oxygène de l'air ou d'éliminer un solvant volatile, par ébullition dans une enceinte fermé **[49, 56]**.

### III.1.3.2. Mode de transfert de chaleur

Le séchage est une opération complexe qui met en jeu des transferts couplés de matière (d'eau essentiellement) et de chaleur, accompagnés de modification physico-chimiques et de structure du matériau **[49]**.

Le transfert de chaleur peut se faire par conduction, convection et rayonnement :

- **Conduction**

  La chaleur déplace du corps plus chaud (paroi) au moins chaud, elle est apportée au produit par conduction à travers cette paroi, puis par conduction dans le produit. Le séchage sera en mode « par ébullition » ou « par entraînement » **[57]**.

- **Convection**

  Il s'agit probablement du mode de transfert d'énergie le plus courant. Il consiste à mettre en contact un gaz (air) s'écoulant en régime généralement turbulent autour du corps à sécher qui peut se présenter sous forme de particules, de gouttelettes, de films ou de plaques **[58]**.

- **Rayonnement**

L'énergie est apportée au produit par rayonnement, ce qui décrit les cas de chauffage par infrarouge, micro-ondes, hautes fréquences, ainsi que le séchage solaire à ensoleillement direct **[57]**, l'annexe III.1 représente les échanges de matière et de chaleur lors d'une opération de séchage **[59]**.

### III. 1.4. Méthodes de séchage

Il existe de nombreuses méthodes de séchages (Annexe III.2), toutefois, dans ce chapitre, nous restreindrons l'état de l'art aux méthodes développées dans la présente étude.

#### III. 1.4.1. Séchage à la l'air libre

Cette méthode est la plus ancienne et elle est utilisée jusqu' à nos jours. Elle est basée sur un transfère de l'eau de la matrice voulue séchée vers l'air ambiant. En effet, une faible humidité relative de l'air correspond à une température élevée, ce qui lui confère une plus grande capacité d'entrainement de l'humidité (§1.3.1.1). Ainsi, L'augmentation de la température de l'air ambiant est sans effet sur sa teneur en vapeur d'eau, mais les variations de température dans une matrice hydratée aura une incidence sur le contenu en vapeur d'eau de cette dernière **[60]**.

#### III.1.4.2. Séchage par l'étuve

Il faut préciser la consigne de température de l'etuve, le temps de séjour et la taille de l'échantillon testé. Méme si cette taille n'est pas en général critique, le temps de de séjour dans l'étuve doit étre adapté au rapport surface / volume. La meilleur durée est « jusqu'à poids constant », ce qui suppose plusieurs pesées successives, la masse finale constante restante est applé « matiére séche », la perte de poids désigne : (différence entre la pesée avant et apreés séchage) donne la teneur en eau initiale. l'air présent dans l'etuve peut étre augmentée par la vapeur émise par les échantillons séchés, en fonction du renouvellement de l'atmosphére interne de l'étuve et en fonction des héterogééitée de température. (préférer les étuves« ventilées », à circulation forcée) **[61]**.

La figure 08 montre les différents types de séchage en fonction de la variation des conditions thermodynamiques.

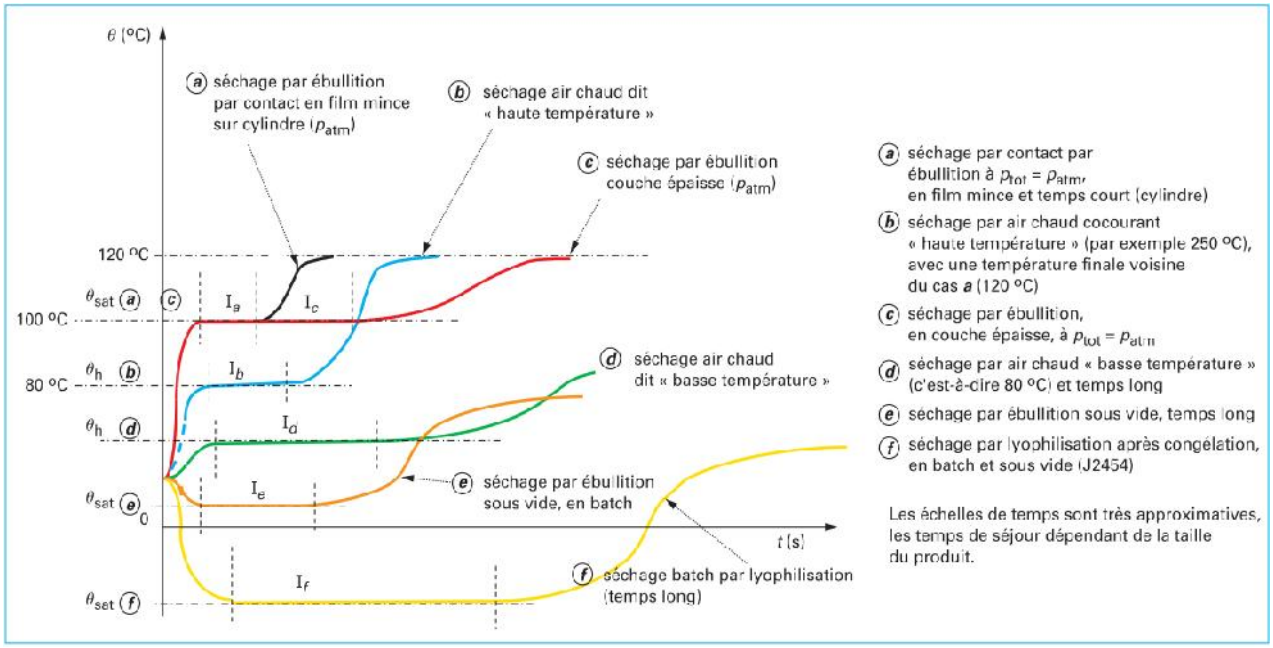



**Figure N° 08 :** Comparaison de six profils de température du produit au cours du séchage **[57]**.

### III.1.4.3. Séchage par micro-onde (MO)

Le chauffage par micro-onde (encore appelé chauffage hyperfréquence ou ultra haute fréquence) est identique à celui du chauffage haute fréquence et se caractérise par l'absorption d'un rayonnement électromagnétique par le produit à chauffer **[62]**.

Les techniques de séchage micro-ondes ont prouvé leurs efficacité pour un certain nombre de produits agricoles tels que les herbes **[63]**.

Les micro-ondes sont des champs électromagnétiques, leurs gammes de fréquence est alignez de 300 MHZ à 300 GHZ **[64, 65]**. La fréquence réglementaire, quel que soit l'usage (domestique, médical ou industriel), est de 2450 MHz **[66]**.

Les micro-ondes sont utilisées comme vecteurs d'énergie **[67]**. Cette application est l'action directe de vagues sur matière qui est capable d'absorber une partie d'énergie électromagnétique et le transformer en chaleur **[64]**.

Il est associé à un séchage à l'air chaud des solides. La génération de chaleur par micro-ondes se porte, surtout, sur les parties humides, donc internes, du produit, accélérant et homogénéisant le séchage **[68]**.

### III.1.5. Problèmes techniques liés à l'élimination de l'eau

Toute élimination de l'eau avoisine de grands problèmes dont : le risque d'altération de la qualité nutritionnelle et surtout, organoleptique, du produit traité et une consommation d'énergie considérable **[69]**.

#### III.1.5.1 La Consommation d'énergie

Si le secteur industriel global consacre environ 20% de sa consommation d'énergie aux opérations d'élimination de l'eau, tandis que le secteur agro-alimentaire atteint une fraction de 60% de son énergie destinée au séchage. La laiterie, la sucrerie et le travaille du grains regroupe les 2/3 d'énergie consommé par l'IAA qui on une forte activité d'élimination de l'eau, environ 10000 tonnes de fuel par ans n'a rien d'important pour une laitière importante **[69]**. Une consommation d'énergie élevée de 1500 à 2500 KWh est nécessaire pour éliminer une tonne d'eau **[70]**.

La consommation d'énergie massique (CEM) d'un séchoir, correspond a la quantité de chaleur (exprimée en J/kg) à lui fournir pour sécher 1 kg d'eau **[57]**. Cette grandeur permet de comparer des séchoirs sur une base indépendante du tonnage d'eau évaporée (Tableau I).

**Tableau I :** Ordres de grandeur des valeurs de CEM en fonction des modes de séchage **[49]**.

| **Types d'installations** | **CEM (kJ/kg eau)** |
|---|---|
| Séchoirs par entraînement (sans récupération) | 3 300 à 6 500 |
| Séchoirs par ébullition (ou entraînement avec récupération) | 2 400 à 3 300 |
| vapeur d'eau surchauffée + compression mécanique de vapeur | 160 à 200 |
| Évaporateurs à multiple effet | 250 à 1 200 |

**III.1.5.2 Risque d'altération de la qualité des produits**

La déshydratation poussée par élimination d'eau est supérieur à 95%, son retrait des systèmes biologiques engendre des modifications structurales, notamment au niveau des membranes et les protéines **[71]**.

Comme tout traitement thermique, le séchage peut entrainer des pertes de vitamines, insolubilisassions de protéines et/ou réaction de brunissement. Cependant, l'élimination de l'eau peut avoir un effet plus spécifique par défaut de sélectivité : perte d'arome par leurs volatilités élevé à celle de l'eau causant leurs appauvrissements dont : les jus de fruits, les mouts de pommes, les extraits de café…etc. **[69]**.

Les modifications technologiques que peut subir l'aliment durant sa transformation sont nombreuses (dénaturation thermique, cisaillement, hydrolyse, gélification...). Toutes ces modifications se superposent avec l'affinité des ingrédients présents dans l'aliment vis-à-vis de l'eau **[72].**

Le séchage touche plusieurs points du produit; physiques et mécaniques qui traduit par des fluctuations dimensionnelles et physionomique. Le tableau II regroupe l'ensemble des phénomènes de transformation de la qualité des produits en fonction de l'état ou de la dynamique de l'eau dans le produit **[68]**.

**Tableau II :** Principaux phénomènes de transformation de la qualité des produits en fonction de l'état ou de la dynamique de l'eau dans le produit **[68]**.

| Phénomènes liés au niveau d'activité de l'eau dans le produit | Phénomènes liés à l'intensité des transferts d'eau |
|---|---|
| • Réactions chimiques, biochimiques et enzymatiques :<br>– brunissement ;<br>– hydrolyse.<br>• Développement microbien et activité biologique :<br>– bactéries pathogènes et d'altération.<br>– fermentation ;<br>– moisissures. | • Migration d'autres substances :<br>– pertes d'arômes ;<br>– migration de solutés.<br>• Déformations :<br>– gonflement/contraction ;<br>– création de porosité.<br>• Développement de contraintes mécaniques :<br>– fissures ;<br>– brisures. |

### III.2.1. Extraction assistée par micro-onde

L'intérêt de l'extraction assisté par micro-onde (EAM) a augmenté significativement au cours des 5-10 dernières années, en raison de ses inhérents avantages (réduction de temps d'extraction et consommation de solvant…etc.). Bien que la majorité du travail sur EAM soit concentrée sur l'extraction des composés organiques du sol et des huiles essentielles des plantes, son efficacité dans l'extraction des composés phénoliques de la matière végétale est actuellement très étudiée **[73]**.

### III.2.2. Principe de l'extraction assistée par micro-onde (EAM)

L'extraction assistée par Micro-ondes consiste à mettre un échantillon solide ou liquide à une irradiation micro-onde dans un solvant. Le procédé est basé sur le chauffage rapide localisé de l'échantillon sans chauffer les récipients grâce à l'agitation moléculaire par interaction directe entre les rayonnements micro-ondes et la matière **[74]**. Le point d'ébullition du solvant est ensuite rapidement atteint **[76]**.

Selon les caractéristiques diélectriques du solvant et de la matière traitée, deux cas devraient être considérés :

- Le solvant polaire (éthanol, méthanol…) absorbe l'énergie de micro-onde puis diffuse dans la matière sèche et solubilise les analytes. Dans ce cas le transfert de chaleur ce fait par conduction.
- Le deuxième cas se réalise par un chauffage direct d'une matrice humide qui absorbe directement des micro-ondes; les composés cibles migrent dehors de la matière par le solvant non polaire transparent (hexane, toluène…) **[76]**.

### III.2.3. Technologie du four micro-ondes

Un four à micro-ondes est constitué de trois éléments principaux :

- **Générateur micro-onde**

Les micro-ondes de forte puissance sont produites par des tubes à vide dont le plus habituel est le magnétron **[77]**, il s'agit d'une diode thermoïonique composée d'une cathode chauffée qui émet des électrons et d'une anode polarisée positivement par rapport à la cathode pour attirer les électrons par le champ électrique continu E0 . Ce champ à haute tension est produit par une alimentation électrique **[78]**.

- **Guide d'onde**

Le guide d'onde permet de convoyer et de guider les ondes émises par le magnétron. Le guide est généralement un tube métallique ou un conducteur cylindrique dont la section droite est limitée par un contour fermé.

- **Cavité micro-ondes (Applicateur)**

L'applicateur est une cavité fermée qui doit assurer le transfert au matériau à traiter de l'énergie électromagnétique provenant du magnétron **[78]**.

### II.2.4. Le chauffage micro-ondes

Le transfert de chaleur sous chauffage micro-ondes est complètement inversé par rapport au chauffage conventionnel ; Le transfert de chaleur classique se transmet de l'extérieur vers l'intérieur du récipient. Sous chauffage micro-ondes, le volume traité devient lui-même source de chaleur ; on parle de dégagement de la chaleur de l'intérieur vers l'extérieur du récipient. Les phénomènes thermiques de conduction et de convection ne jouent plus qu'un rôle secondaire d'équilibrage de la température. Des surchauffes locales peuvent également se produire. La figure 09 illustre les deux modes de chauffage **[78]**.

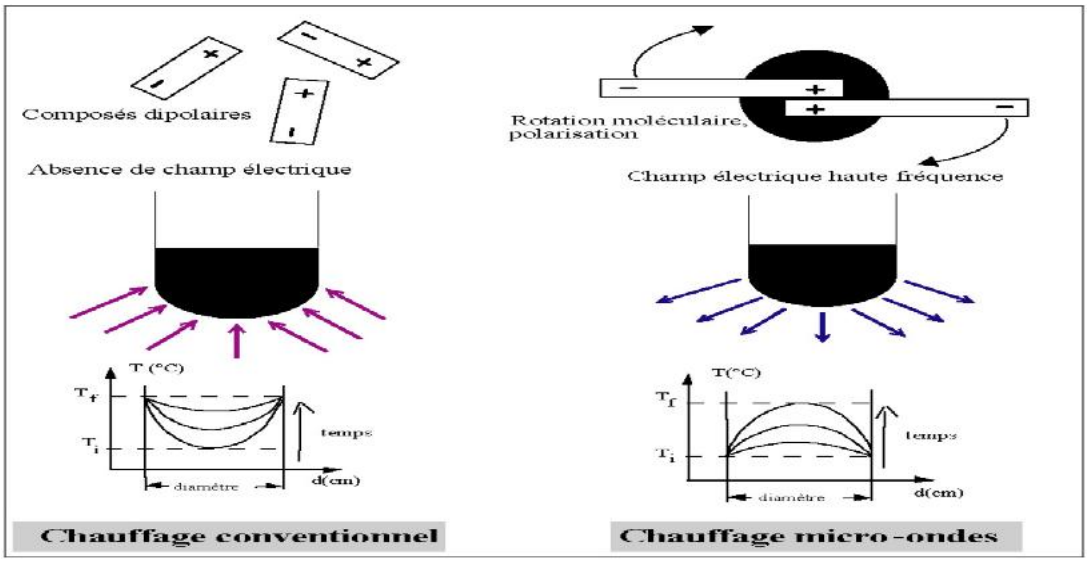



**Figure N°09** : transfert thermique sous les deux modes de chauffage **[78]** .

### III.2.5. Les interactions ondes-matière

La capacité d'un matériel à absorber des micro-ondes est gouvernée par les propriétés physiques et diélectriques du matériel, Quand un matériel est exposé aux rayonnements micro- onde) Les molécules de la matrice alimentaire ayant des dipôles électrique s'orientent d'une façon plus au moins aléatoire en absence de tout champ électrique, les dipôles s'orientent dans le même sens que ce dernier **[79, 80]**. L'interaction de solvant et de la matrice avec le champ électromagnétique provoque un mouvement moléculaire par migration d'ions et par rotation de dipôles (figure 10). Ces deux effets ont pour cause respectivement un grand nombre de collisions et une agitation moléculaire. La combinaison de ces deux processus produit une augmentation rapide de la température **[74]**.

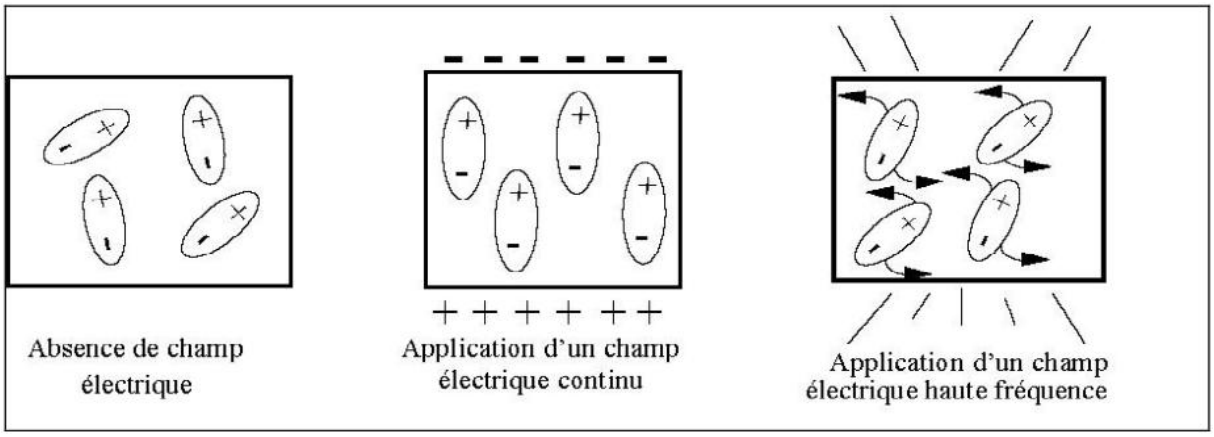



**Figure N° 10** : Frissonnement des dipôles soumis à une irradiation micro-onde **[78]**.

### II.2.6. Avantages et Inconvénients d'extraction assistée par micro-ondes

- **Avantages**

-Technique alternative aux méthodes conventionnelles utilisées pour l'extraction des métabolites secondaires des plantes ;

-Réduction du temps d'opération;

-Réduction du volume de solvant;

-Amélioration du rendement d'extraction;

-Comparable à d'autres techniques modernes d'extraction telles que l'extraction par fluides supercritiques de par sa simplicité et son faible coût **[76]**.

- **Inconvénients**

-L'efficacité des micro-ondes peut être réduite si les composés ciblés ou le solvant utilisé sont non polaires ;

-Les fortes températures peuvent provoquer la dégradation des composés bioactifs sensibles à la chaleur **[81]**.

# Partie pratique

# Chapitre IV

## Matériels et méthodes

# MATERIELS ET METHODES

## IV.1. Matériels utilisés

### IV. 1.1. Appareillages utilises

Balance de précision RADWAG WPS 600/C/2

Broyeur IKA A11.

Dessiccateur RADWAG MAC 50/ NP

Etuve ECOCELL MMM.groupe

Micro -Ondes SAMSUNG Model ME 8123ST

Micro-Ondes Maxi Power MAX MO 23s

Pompe sous vide VELP SCIENTIFICA.

Spectrophotomètre UV-Vis SPECTROSCAN50.

Tamiseuse RETSH AS 200 Central.

### IV. 1.2. Produits chimiques

Acide chlorhydrique 36 % (ORGANICS DENTS CHLARD).

Carbonate Sodium ($Na_2CO_3$) (SIGMA- ALDRICH).

Chlorure d'Aluminium ($AlCl_3$). (BIOCHEM CHEMOPHARMA).

Chlorure Ferrique (Fe $Cl_3$).

Ethanol 96% (PROLABO).

Folin-Ciocalteu (PROLABO).

Méthanol (PROLABO).

Vanilline ($C_8H_8O_3$) (BIOCHEM CHEMOPHARMA).

2-2Dinitrophenylhydrazine ($C_{18}H_{12}0_6$) (SIGMA cat : D9132).

## IV. 3. Matériels végétal

### IV. 3.1. Description de la plante

*Pistacia lentiscus* appartenant à la famille des anacardiacées, appelé localement Amadagh, Tidhekte, largement répandu dans les forets et maquis du nord d'Algérie. Les traitements traditionnels lui attribuent des propriétés anti-diarrhéique, antiseptique, diurétique et anti-romatisme **[4]**.

### IV. 3.2. La Collecte

Sur la base d'utilisation traditionnelle, un exemple de plante utiliser pour la réalisation de cette présente étude. *Pistacia lentiscus* L. dont la partie étudiée est les feuilles, le matériel végétal saint (de toute attaque fongique, d'insecte ou d'animaux). La matrice est récolter en mois de Décembre 2012 dans la région de TADDART OUADDA commune d'Amalou a une hauteur de 550 à 600 mètres d'altitude ( à 60 km au Sud Ouest de Bejaia) dans un endroit naturelle loin de pollution et d'habitat, pour but d'écarter toute impacte environnementale (odeur ou déchets) sur la composition de l'espèce (Figure 11).

**Figure N° 11 :** Photographie de la plante utilisée *Pistacia lentiscus.*

**IV. 3.3. Séchage**

Deux échantillons de 5g de feuilles de *Pistacia lentisque* de 45 à 60 µm d'épaisseur sont portés à 104°C pendant 4 heures pour le calcul du taux d'humidité. Alors que, les autres échantillons du même poids et le reste de la récolte ont été séchés avec trois différentes méthodes (l'air libre, étuve et micro-onde). Chaque séchage est suivi pendent des périodes de temps jusqu'à une masse constante pour chaque température (40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 120 et 150°C) dans l'étuve, de différente puissances (100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800 et 900 watt) dans un four à micro-onde (Figure 12). Tous les tests sont réalisés en triple.

**Figure N° 12 :** Photographie du micro-onde (1) ; Etuve(2)

**IV. 3.4. Broyage et tamisage**

Après l'obtention d'une masse constante pour les trois méthodes de séchage ci-dessus, les échantillons ont été broyés à l'aide d'un broyeur électrique. Les poudres ont été tamisées dans une tamiseuse à l'aide d'un tamis de 125 µm de porosité (Figure 13). Les poudres récupérées ont été conservées dans des boites en verre bien sellées et à l'abri de la lumière pour une utilisation ultérieure.

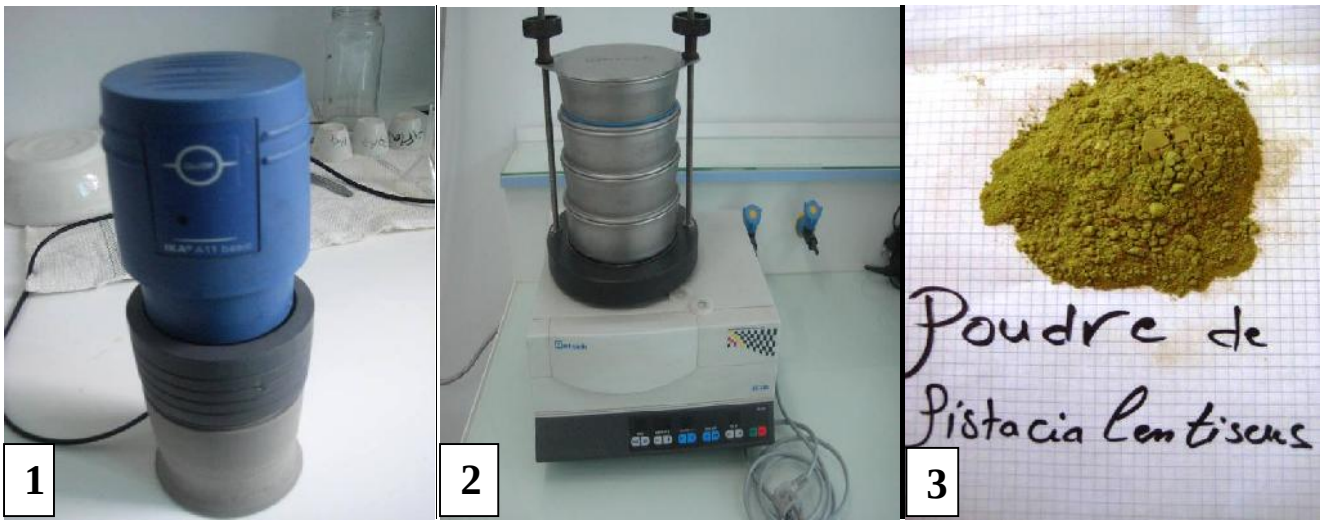



**Figure N° 13** : Photographie de Broyeur (1), Tamiseuse (2), Poudre de Pistacia lentiscus (3).

**IV. 4. Extractions assistée par micro-onde**

L'extraction assistée par micro-ondes (ESAM) consiste à traiter sous micro-ondes un solide sec ou humide, en contact avec un solvant partiellement ou totalement transparent aux micro-ondes. Les micro-ondes permettent d'accélérer la cinétique d'extraction et de réduire le ratio solvant/charge **[75]**.

L'appareil utilisé dans cette étude est un four micro-onde domestique modifiée (multi-modes) qui fonctionne à une fréquence de 2450 MHz et une puissance de sortie maximale de 1000W avec une incrémentation de 100W. La dimension de la cavité de chauffage est de 22,5 cm 37,5 cm 38,6 cm (Figure 14).

**Figure N° 14** : Prototype utilisé pour l'extraction assistée par microondes.

Pour chaqu'une des poudres issues des trois méthodes de séchage, un 1g de poudre de *Pistacia lentiscus* (<125µm) et 28 ml de l'éthanol 46% ont été mis dans une fiole de 250 ml et l'ensemble est placé dans un four micro-onde à une puissance de 500 W pendant 60 s. Après refroidissement, la solution a été filtrée sous vide, les poudres retenues par le filtre ont été réutilisées pour l'extraction par épuisement une deuxième fois dans un volume de 20 ml et une troisième fois dans 10 ml d'éthanol 46%. Les solutions récupérées ont ajusté jusqu'à 63 ml. Ces dernières font l'objet de toutes les analyses ultérieures.

## IV. 5. Dosage des composés phénoliques

### IV. 5.1. Dosage des polyphénols totaux

Le dosage des polyphénols totaux a été effectué avec la méthode de Folin-Ciocalteu selon la méthode décrite par **[82]**.

En milieu basique et avec la présence des composés phénoliques, le mélange phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et phosphomolybdique ($H_3PMO_{12}O_{40}$) est réduit en bleu de tungstène ($W_8O_{23}$) et de molybdène ($MO_8O_{23}$) lors de l'oxydation des polyphénols. La coloration bleu est proportionnelle à la teneur en polyphénols, qui peut être dosée par spectrophotométrie UV-visible **[83]**.

La procédure de dosage des polyphénols totaux est illustrée dans la figure 15 et les analyses sont effectuées en triple. La concentration des polyphénols totaux est exprimée en milligrammes d'équivalents d'acide gallique par gramme de la matière sèche (mg EAG/g MS).

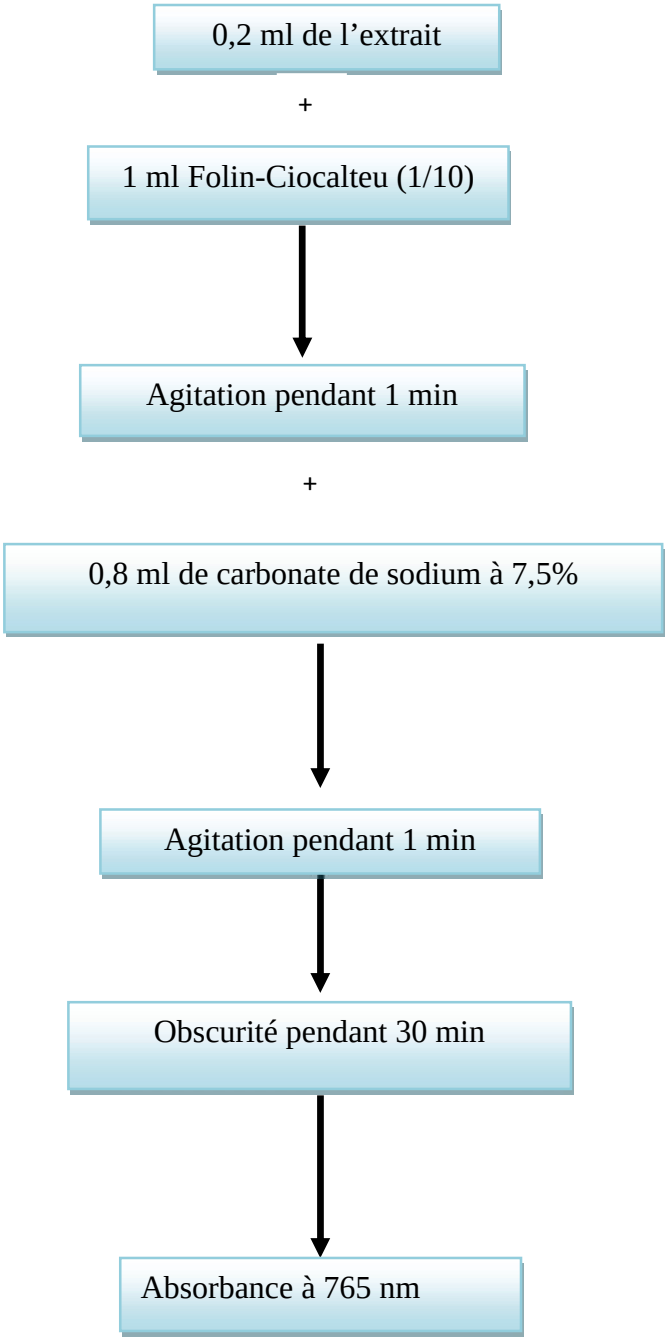



**Figure N° 15** : Protocole de dosage des polyphénols totaux **[82]**.

**IV. 5.2. Dosage des flavonoïdes**

Les flavonoïdes totaux ont été mesurés par un dosage colorimétrique basée sur la méthode de trichlorure d'aluminium ($AlCl_3$) **[84]**.

Les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyle (OH) libre, en position 5 qui est susceptible de donner avec le groupement (CO), un complexe en présence de chlorure d'aluminium. Les flavonoïdes forment des complexes jaunâtre par chélation des métaux fer et aluminium **[85]**.

La procédure de dosage des flavonoïdes totaux est schématisée dans la figure 16 et leurs concentrations sont exprimées en milligrammes d'équivalent en quercetine par 1g de la matière sèche (mg EQ/g MS).Les analyses sont réalisées en triple.

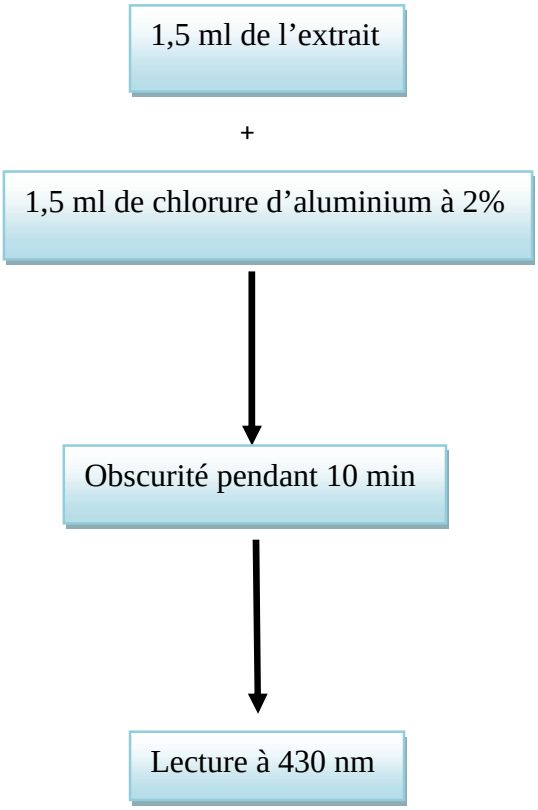



**Figure N° 16**: protocole de dosage des flavonoïdes selon **[84]**.

**IV. 5.3. Dosage des tanins**

Le dosage des tanins est déterminé par la méthode à la vanilline en milieu acide **[86]**.

Cette méthode est basée sur la capacité de la vanilline à réagir avec les unités des tanins en présence d'acide pour produire un complexe coloré mesuré à 500 nm. La réactivité de la vanilline avec les tanins n'implique que la première unité du polymère.

La procédure de dosage des tanins est schématisée dans la figure 17 et leurs concentrations sont exprimées en mg d'équivalent catéchine par 1g de matière sèche (mg EC/g MS).Les analyses sont réalisées en triple.

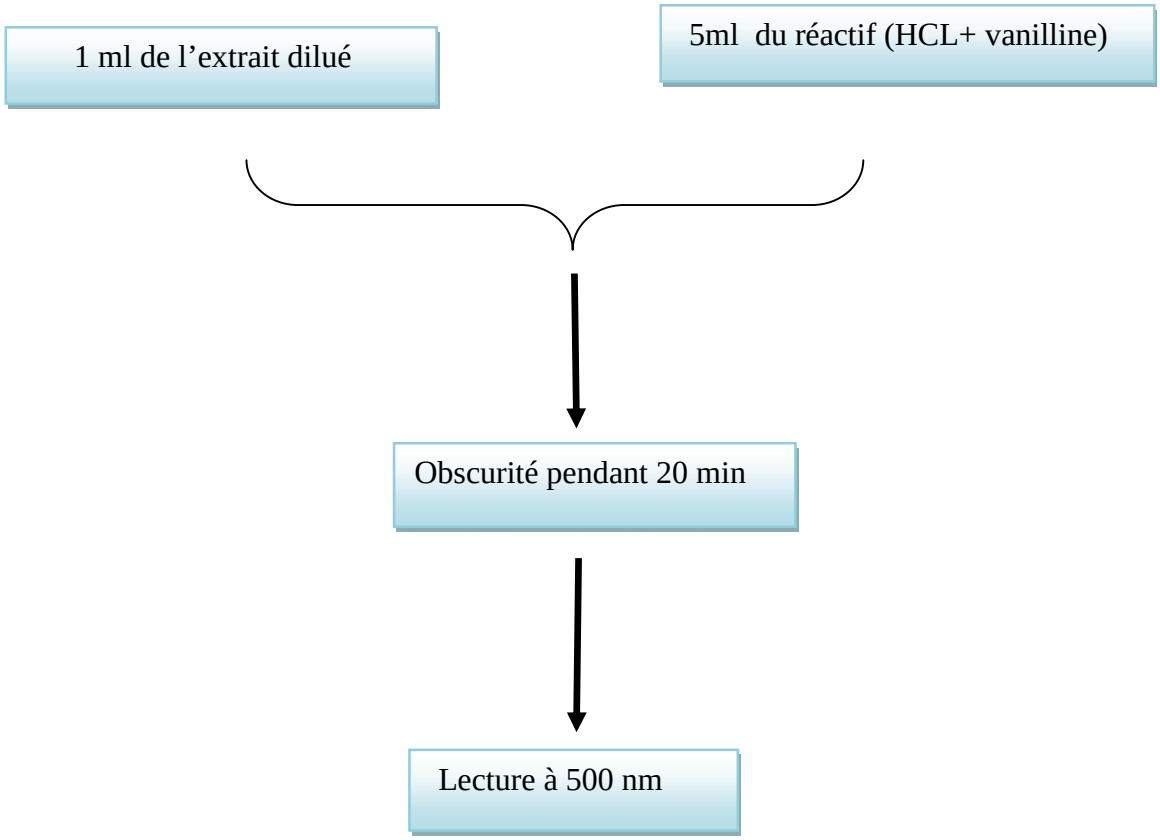



**Figure N° 17 :** protocole expérimental de dosage des tanins **[86]**.

**IV. 7. Détermination de l'activité antioxydante**

L'activité anti-radicalaire des extraits est déterminée en utilisant le radical stable DPPH **[87]**.

A température ambiante et en solution, le radical DPPH (2,2diphényl,1, picrylhydrazyle) présente une coloration violette intense. Son passage à la forme non radicalaire, après saturation de ses couches électriques par un antioxydant s'accompagne de la disparition de la couleur violette **[88]**.

DPPH + AH ⟹ DPPH + A

(Couleur violet) (Couleur jaunâtre)

Le pourcentage de l'activité scravanger du radical DPPH est exprimé par la formule suivante **[84, 89, 90]**.

- **A0 :** Absorbance du blanc (contrôle)
- **A1 :** Absorbance de l'échantillon

**DPPH scavenging effect (%) =(A0-A1)/A0 x100**

La procédure de détermination de l'inhibition du radical DPPH est illustrée dans la figure 18.

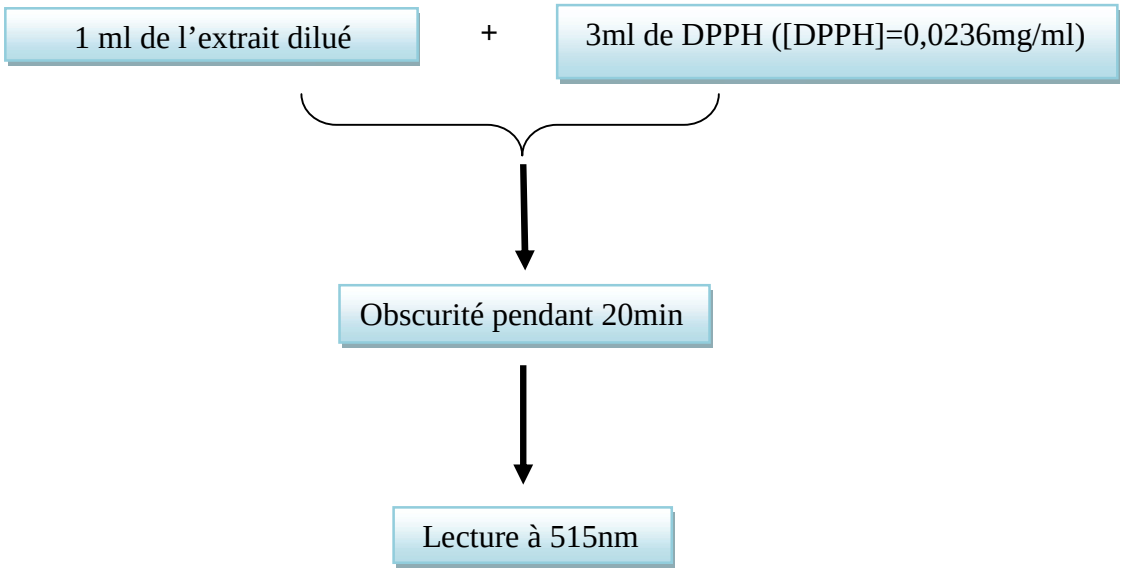



**Figure N° 18 :** protocole expérimental de l'inhibition du DPPH **[87]**.

# Chapitre V

## Résultats et discussion

**Résultats et discutions**

## V.1 Taux d'humidité

Le taux d'humidité des feuilles (fraiches) de *Pistacia lentiscus* après leurs récolte, est mesuré (en % d'humidité) dans l'étuve à 103 ± 2 °C pendent 4h. La teneur est de 68,5% calculée selon l'équation suivante :

$$\%TH = (Pf - Ps)/Pf \times 100$$

**%TH :** Représente le pourcentage du taux d'humidité.

**Pf :** Représente le poids initial de l'échantillon de feuilles fraiches.

**Ps :** Représente le poids sec des feuilles **[91]**.

Apres séchage et broyage des échantillons, la teneur en eau des poudres est mesurée avec le dessiccateur (appareil). Donnant directement la teneur en % d'humidité et de l'extrait sec des poudres tamisées. Le tableau III représente la teneur en humidité et de l'extrait sec de 1g des poudres après séchage à (Température ambiante, étuve et micro-onde) à différents températures et puissances.

**Tableau III :** Taux d'humidité et extrait sec des poudres.

| Puissance (watt) | TH (%) | ES (%) | Température(C°) | TH (%) | ES (%) |
|---|---|---|---|---|---|
| 100 | 4,755 | 95,245 | Air libre | 3,647 | 96,353 |
| 200 | 2,848 | 97,152 | 40°C | 1,711 | 98,289 |
| 300 | 3,204 | 96,796 | 50°C | 3,195 | 96,805 |
| 400 | 3,157 | 96,843 | 60°C | 2,802 | 97,198 |
| 500 | 2,715 | 97,285 | 70°C | 2,497 | 97,503 |
| 600 | 2,845 | 97,155 | 80°C | 2,354 | 97,646 |
| 700 | 2,578 | 97,422 | 90°C | 2,045 | 97,955 |
| 800 | 2,049 | 97,951 | 100°C | 2,090 | 97,910 |
| 900 | 2,800 | 97,200 | 120°C | 1,642 | 98,358 |
| / | / | / | 150°C | 2,311 | 97,689 |

## V.2. La cinétiques de séchage

Le séchage thermique conventionnelle (air libre, étuve) et innovant (micro-onde) sont les modèles adoptés dans cette étude. Ces modèles sont souvent utilisés dans le domaine agro-alimentaire pour éviter la détérioration des produits et faire des réserves, et dans le domaine industriel pour créer de nouveaux produits.

En procédant à un séchage conventionnel et innovant, nous sommes souvent confronté aux difficultés suivantes : la première difficulté provient du fait que chaque produit a une cinétique de séchage qui lui est propre. En outre, le pouvoir évaporatoire de l'air chaud et humide augmente les processus de détérioration d'un produit d'intérêt biologique. A part les difficultés dues aux produits à sécher, il existe des difficultés techniques liées à l'expérience.

Dans le but de comparer les performances des deux modèles, on a porté sur la figure 19 et 20 les points expérimentaux et les courbes obtenues à partir des modèles de cinétiques pour des humidités relatives allant de 0 à 50 %. Le mode de séchage par micro-onde nous a permet un gain de temps considérable.

### V.2.1. Cinétique de séchage conventionnelle des feuilles de *Pistacia lentiscus*

La figure19 représente la courbe expérimentale des caractéristiques du séchage thermique conventionnelle (air libre, étuve) des feuilles de *Pistacia lentiscus*.

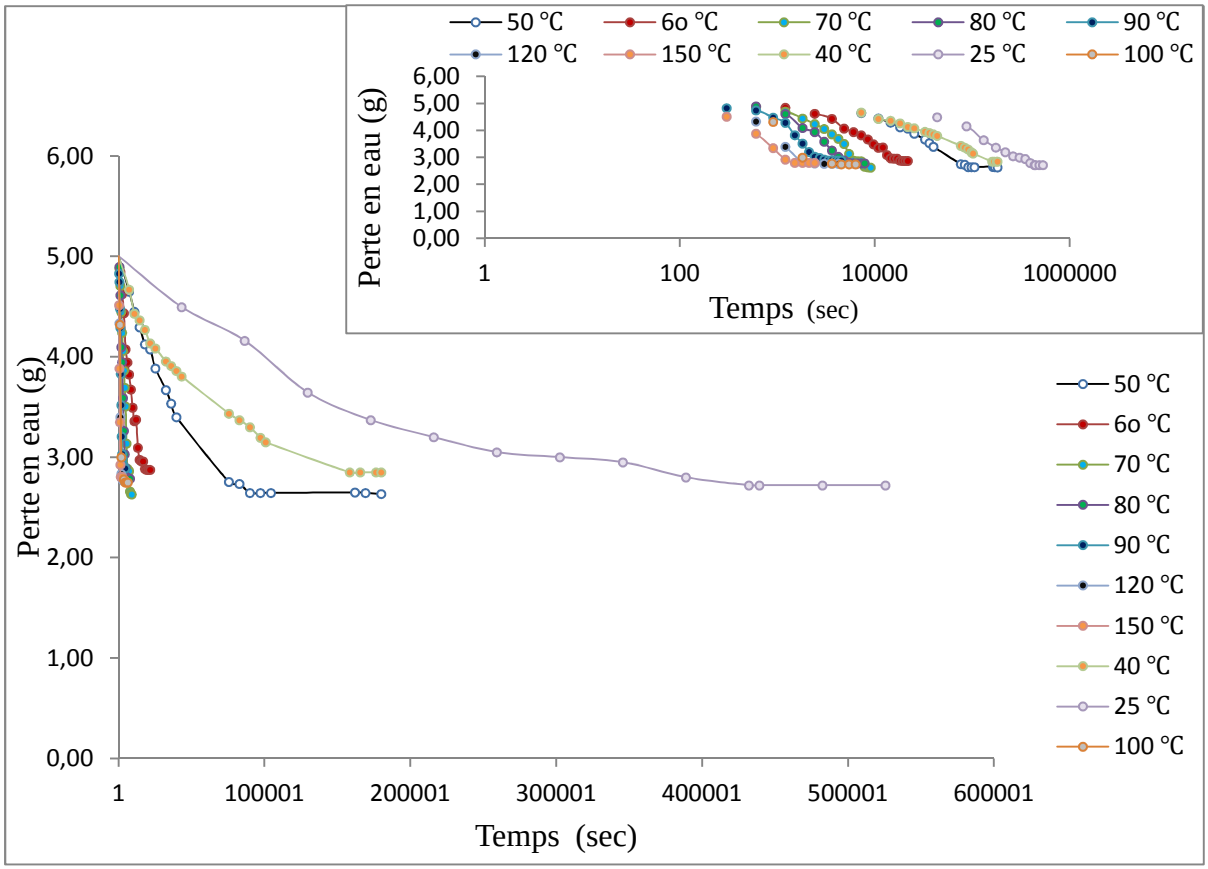



**Figure N° 19 :** Variations du taux d'humidité en fonction du temps pour le séchage à l'air libre et à l'étuve.

D'après les résultats de la courbe (figure 19), on constate que le temps mis pour la stabilité du poids de l'échantillon séché est en fonction de la température utilisée. Dans le cas de séchage à l'air libre (25°C), pour la stabilité du poids de 5g de feuilles à 2 ,95g, il a fallu 5 jours. Par contre, pour le même poids d'échantillon séché à l'étuve et à 120 et 150°C, le temps pris pour la stabilité du poids à 2,77g est de 40 et 25min respectivement.

On a aussi constaté la non-existence des phases 0 et 1, c'est-à-dire il y a absence de la phase de mise en température du produit et celle de séchage à allure constante, et présence uniquement de la phase 2 qui est la phase de séchage à allure décroissante. **Bimbenet et *al.*, (1984) [92]**, ont signalé que la période de mise en température disparaît pratiquement lorsque le produit est en particules ou en feuilles et que la période à allure constante n'est pas observée dans de nombreux cas lorsqu'il s'agit de produits végétaux. Ceci apparaît nettement dans la figure 19 qui présente une allure décroissante dès le début du séchage.

Cela est en parfait accord avec la théorie **[93]**. En effet, les conditions variables de l'air ( à l'air libre et à l'intérieur de l'enceinte de l'étuve) semblent n'avoir aucun effet vers la fin du séchage où on constate que les courbes ont tendance à coïncider. Au niveau de la phase de ralentissement, qui est la seule existante dans ce cas, les conditions de l'air chaud ont une influence qui diminue jusqu'à devenir nulle à la fin du séchage.

Ces résultats peuvent être expliqués de la manière suivante; dans la première phase, l'humidité migre depuis l'intérieur des pores vers la surface comme un liquide sous l'effet de la pression d'un gradient hydraulique. Cette pression est provoquée par une température élevée de l'air de séchage qui augmente le flux de chaleur de l'air de séchage dans la direction de la surface du produit augmentant ainsi l'évaporation.

Ensuite la vitesse ralentit car l'humidité migre de pores en pores par une succession d'évaporation et de condensation de l'eau, au lieu d'une simple évaporation. Durant cette phase, la présence d'un gradient de température entre la surface et l'intérieur du produit renforce le phénomène d'aspiration de l'eau à travers les capillaires des pores. Ainsi, la surface du produit reste humide, ce qui permet de maintenir la température de surface inférieure à la température de l'air de séchage grâce à l'effet de l'évaporation.

L'amplitude du gradient de température varie en fonction de l'intervalle de temps selon les conditions du test , et elle était plus élevée au début qu'à la fin du séchage contribuant en partie à la migration de l'eau.

Finalement, pendant la dernière partie du séchage, la température de la surface diminue atteignant la température de l'intérieur du produit, ce qui permet la redistribution de l'eau à la surface du produit.

Après un ou plusieurs cycles, la température de la surface atteint la température de l'air de séchage car la force de la migration de l'eau de l'intérieur vers la surface est insuffisante. D'autre part, il est également possible qu'il n'y ait plus d'eau libre à l'intérieur du produit, et l'humidité de la surface atteint alors l'équilibre avec l'humidité de l'air de séchage, ce qui signifie que le séchage est terminé. De la même manière, **Jean (2011)[52] et Jean-Jacques et *al.*, (2003) [49]**, ont expliqué le phénomène de la cinétique de séchage des produits alimentaire avec l'utilisation des modèles mathématique.

### V.2.2. Cinétique de séchage innovante assistée par micro-onde des feuilles de *Pistacia lentiscus*

La figure 20 représente la courbe expérimentale de caractéristiques du séchage innovant assistée par micro-onde des feuilles de Pistacia lentiscus.

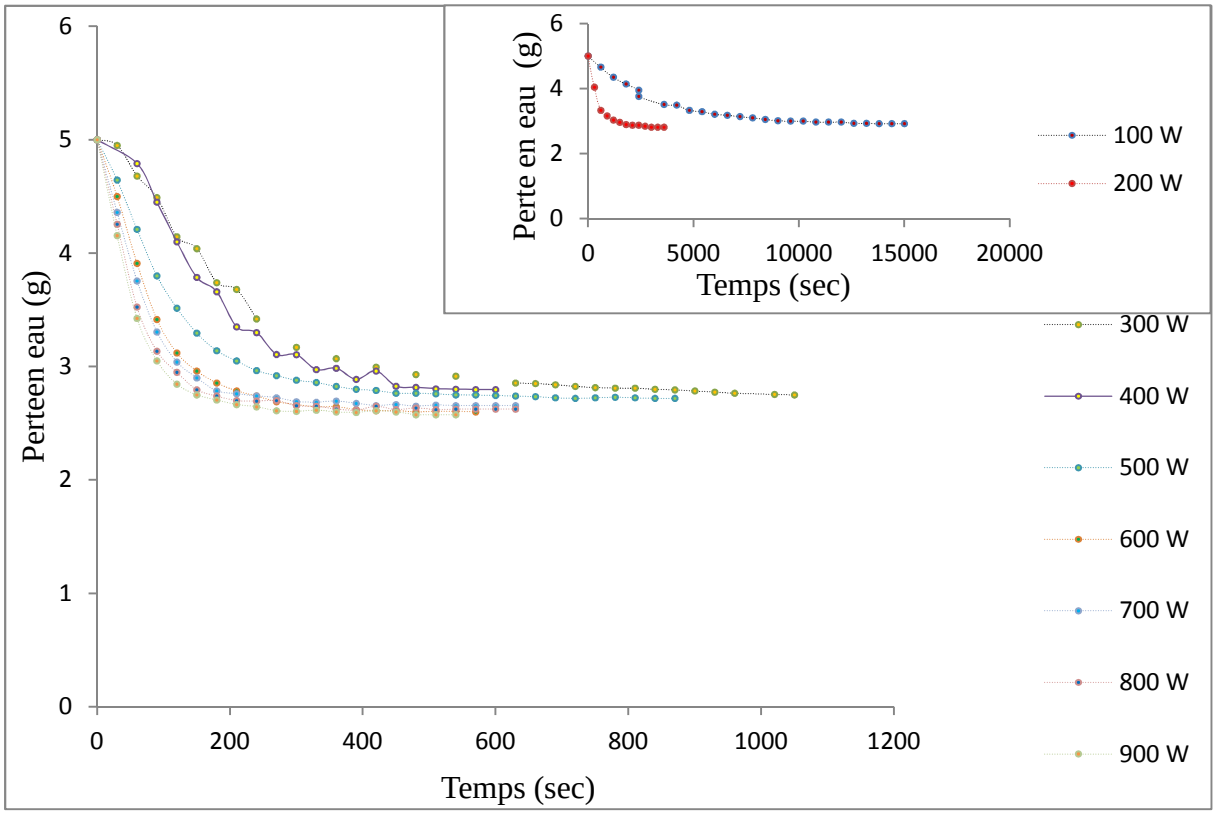



**Figure N°20 :** Variations du taux d'humidité en fonction du temps et les puissances d'irradiation par micro-ondes.

Les cinétiques montrent que les pertes de poids des feuilles est en fonction des puissances de traitement. On remarque que le laps de temps de séchage le plus long est attribuer au feuilles séchés a la puissance 100W, pour atteindre le poids stable de 5g d'échantillon à 2,93g il a fallu 3h. Par contre pour atteindre la stabilité du même poids d'échantillon à 2,59 et 2,55g il a fallu 5et 4,5 min à 800 et 900W respectivement.

Il a été constate aussi qu'à faibles puissances, un écart entre les cinétiques de séchage est observé pour les puissances allant de 100 à 500W. A partir de cette dernière la perte de poids deviens de plus en plus petit, jusqu'à des puissances élevés aboutissant à des cinétiques superposés. Ce qui a été constaté par **KETATA et *al*., (2010) [94]** sur les feuille pélargonium graveolens.

Les taux de séchage étaient plus élevés dans le début du processus et se réduire progressivement jusqu'à la fin de la procédure de séchage. Les taux de déshydratation augmentent parallèlement avec les puissances micro-ondes. Plus le niveau de puissance est grand, plus le temps de séchage est réduit. Cela a été démontré par **Nesrine et *al*., (2012) [95]** sur l'écorce d'agrumes.

Selon **Gulum et *al*., (2005) [96],** le temps de séchage plus court dans le four à micro-ondes peut être expliquée par une haute pression interne et les gradients de concentration qui augmente l'évaporation de liquide à travers le produit jusqu'à la stabilité. Ce phénomène à été expliqué de la même manière par **Hosain et *al*., (2013) [97]**.

### V.3. Dosage des composés phénoliques

Dans la présente étude, l'extraction des composés phénoliques est réalisée à l'aide d'un four à micro-ondes dont la puissance et le temps d'extraction sont fixés à 500 w et à une minute. Ainsi que la concentration du solvant (éthanol) a 46%. Ce sont des paramètres optimaux d'une extraction assister par micro-onde, validés par une étude précédente sur la même plante **[98].**

#### V.3.1. Polyphénols totaux

Les résultats obtenus pour les poudres des feuilles de *Pistacia lentiscus* avec les différentes méthodes de séchage (Température ambiante, Etuve et Micro-ondes) sont calculés en équivalent en mg Equivalent Acide Gallique /g Matière Sèche, par rapport à la courbe d'étalonnage (Annexe V.1).

### V.3.1.1. Dosage de PPT des feuilles séchées à l'air libre et à l'étuve

Les teneurs en polyphénols totaux des feuilles séchées à l'air libre (25 °C) et à l'étuve sont représentés dans la figure 21.

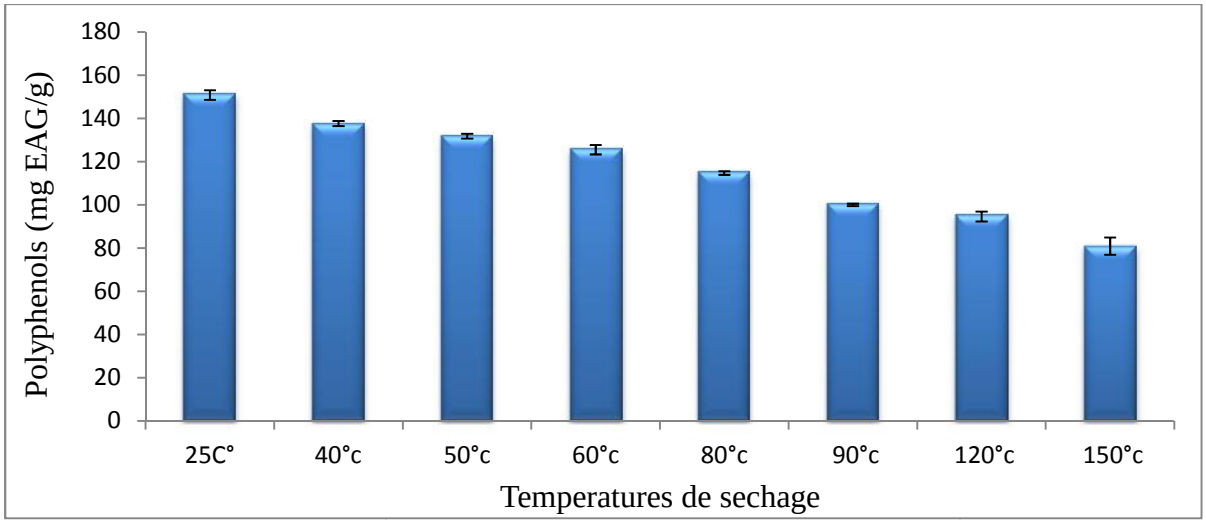



**Figure N°21 :** Teneur moyenne en polyphénols totaux des échantillons séchés à l'air libre (25°C) et à l'étuve.

Cet histogramme montre une diminution progressive de la teneur en polyphénols totaux en fonction de la température de séchage. La diminution du rendement est en moyenne de 6,45 mgEGA/gMS par 10 °C.

Le rendement optimale des polyphénols totaux dans la présente étude est de 150,881± 2,227mgEGA/gMS pour une température moyenne (air libre) de 25°C, suivi par 137,65± 1,185 mgEGA/gMS à 40°C dans l'étuve et décroît jusqu'à 80,938± 3,969 mgEGA/gMS pour la température élevé de 150°C.

Les concentrations en composés phénoliques totaux dans les feuilles sont moins importantes, mais restent toujours considérables par rapport aux autres études réalisées sur différentes plantes médicinales**[99]**, ces teneurs reflètent la richesse de ces feuilles en composés phénoliques . Cette richesse a été démontrée par une autre étude réalisée par **Goli et *al.*, (2004) [100],** sur une plante de la même famille *(Pistacia vera).*

Dans le cas de ce type de séchage, la diminution de la teneur en composés phénolique peut être expliquée par sa dénaturation vis-à-vis de l'augmentation de la température de séchage cela correspond aux résultats trouvés par **Hismath et *al.*, (2011).** Ces derniers ont optimisé les conditions d'extraction des composés phénoliques des feuilles de margousier

(*Azadirachta* indica). Ils ont déduit que le taux des polyphénols augmente à des températures de 25 à 55°C. En générale l'augmentation de la température au-delà de certaines valeurs peut induire à la décomposition des polyphénols qui sont déjà mobilisés à des basses températures, et ainsi l'évaporation du solvant **[101]**.

### V.3.1.2. Dosage de PPT des feuilles séchées à différentes puissances micro-ondes

Les teneurs en polyphénols totaux des feuilles séchées au four à micro-ondes sont représentés dans la figure 22.

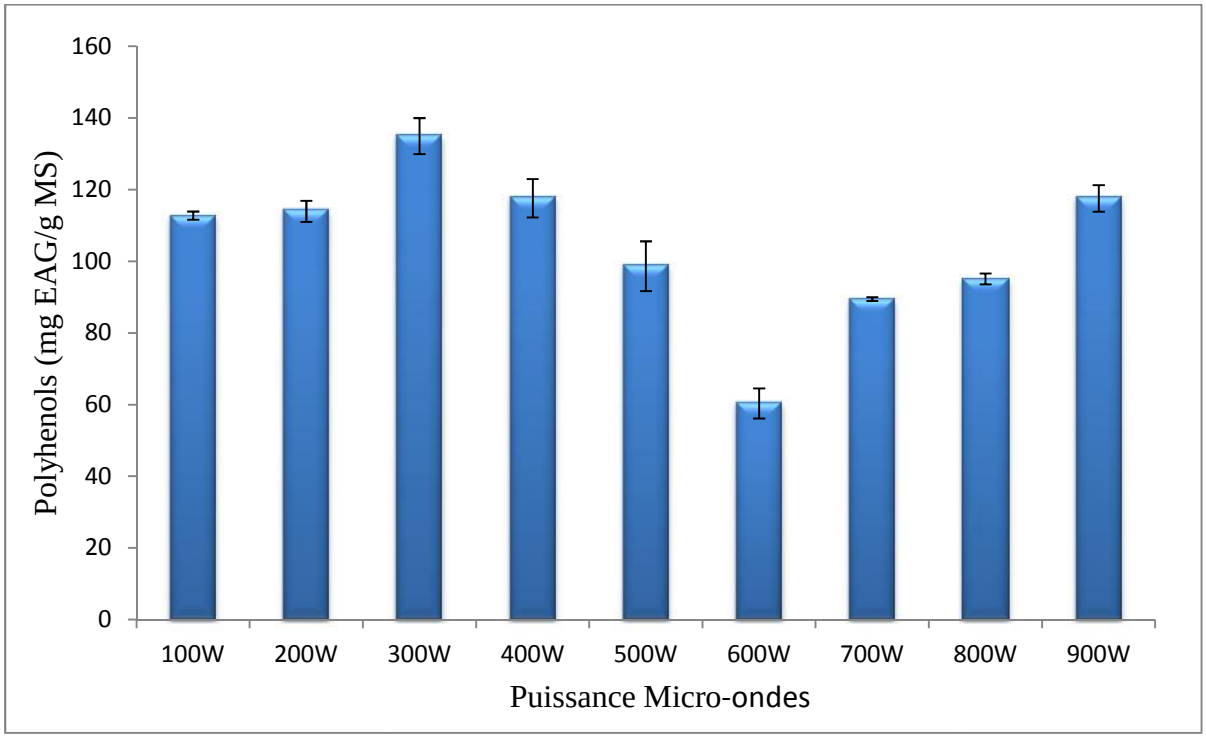



**Figure N°22 :** Teneur moyenne en polyphénols totaux des échantillons séchés au four a micro-ondes.

Le dosage des composés phénoliques issus du séchage par four à micro-ondes montre que la teneur la plus élevée de 134,976 ± 5,003 mg EAG/gMS est attribuée à la puissance de 300W, suivi de d'une teneure de l'ordre de 117,592 ± 5,367 mg EAG/gMS pour la puissance 400W et 117,595 ± 3,706 pour la puissance 900W.

Dans le cas des feuilles de Pistacia séchées dans un four à micro-onde, la diminution de la teneur en polyphénols est constatée à partir de la puissance de 400 W jusqu'à 600 W. Cette diminution est probablement due à la dégradation de ces composés par les puissantes radiations. Par ailleurs, et lors du séchage, le temps de séjour des feuilles (560 s et 450 s pour

400 et 600 W respectivement) dans le four est un paramètre qui influence certainement la qualité et la quantité des PPT extraits.

Les effets du processus de séchage par MO sur les substances phénoliques des aliments ont été étudiés auparavant. Certains auteurs ont signalé que les composés phénoliques baisse **[102]** et certains d'entre eux ont déclaré qu'aucun changement important se produit dans la concentration de ces composés **[103]**.

Par contre a partir de 700W, l'étude montre que les taux de polyphénols commencent à augmenté pour atteindre une valeur à 900W proche de celle obtenue à 400W (117,592 mg EAG/gMS) ce qui peut être expliqué probablement par la courte durées de séchage qui est de 240s, ceux qui n'as pas permet la dégradation des composés phénolique et/ou les radiations élevés ont pénétrées la matrice pour atteindre des molécules plus complexe qui ont libéré ces composés phénolique. Ce qui est prouvé par l'étude effectué par **Derya et *al.*, (2010) [104]**, Le court laps de temps requis pour le séchage par micro-ondes pourrait avoir augmenté la teneur en composés phénoliques des échantillons. Les mêmes auteurs ont aussi rapporté que le séchage par micro-ondes accélère la libération des composés phénoliques liés lors de la décomposition des constituants cellulaires.

**V. 3 .2. Les flavonoïdes**

Les teneurs en flavonoïdes contenus dans les poudres issues de différentes méthodes de séchage sont calculées en équivalent en mg Equivalent Quercitine /g Matière Sèche par rapport à la courbe d'étalonnage (Annexe V.2).

**V.3 .2.1. Dosage des flavonoïdes de feuilles séchées à température ambiante et à l'étuve**

La figure 23 illustre les teneurs en flavonoïdes obtenues après le dosage.

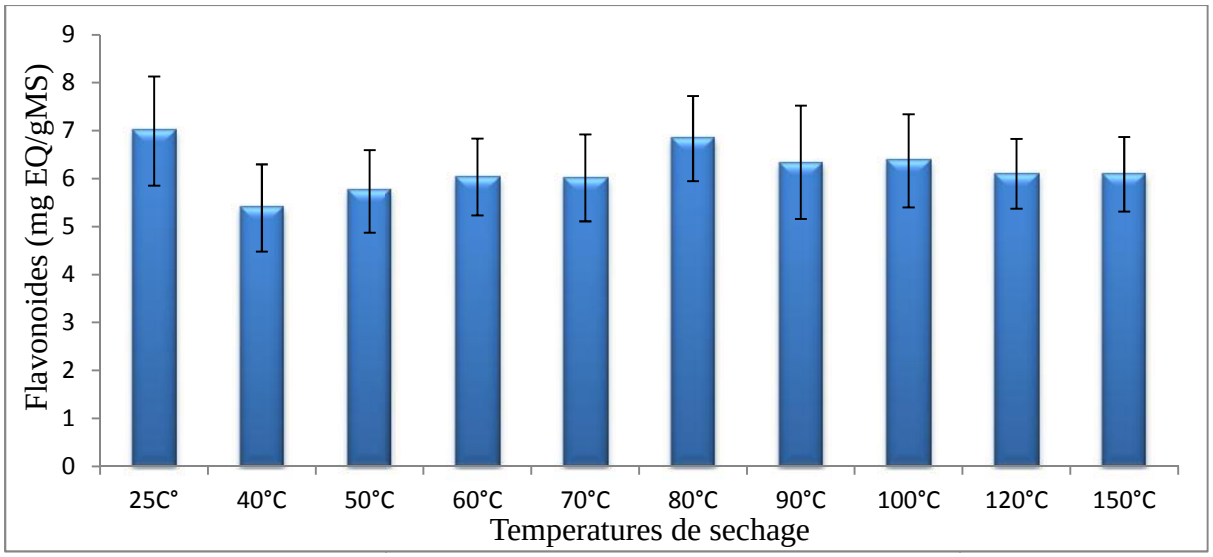



**Figure N°23 :** Teneur moyenne en flavonoïdes des échantillons de feuilles séchées à l'air libre et à l'étuve.

La teneur optimale de flavonoïde est de 6,99 ± 1,13mg E.Q/gMS à 25 °C, puis suivi de 6,835mg E.Q/gMS à 80°C pour le séchage à l'étuve. Ces derniers sont inferieurs à ce qu'a été trouvé dans une étude précédente **[105]** Cette différence peut être expliqué par la répartition géographique différente de plantes étudiées, et la concentration en éthanol utilisé dans l'extraction.

Une étude précédente a rapporté que la température élevé de séchage provoque la dégradation des flavonoïdes **[106]**.

### V.3 .2.2 Dosage des flavonoïdes de feuilles séchées à différentes puissances micro-ondes

Les teneurs en flavonoïdes des feuilles séchées sont représentés dans la figure 24.

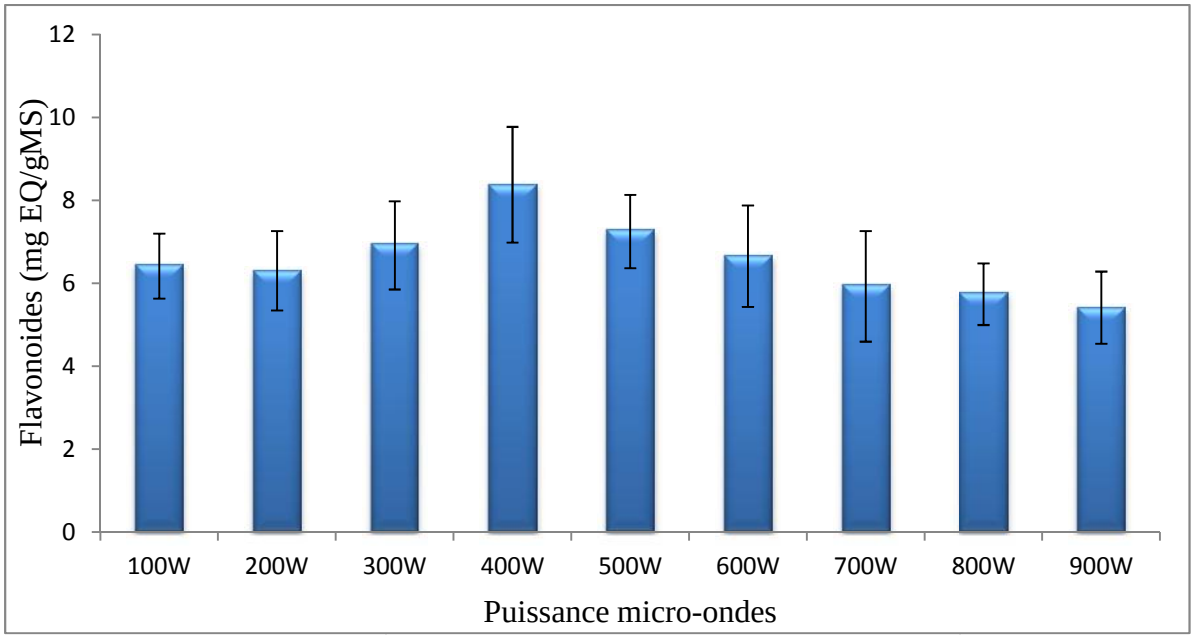



**Figure N°24 :** Teneur moyenne en flavonoïdes des échantillons de feuilles sécher par micro-ondes.

Cette présente étude montre que le rendement des flavonoïdes augmente en parallèle avec la puissance jusqu'à 400W avec une valeur de 8,37 ± 1.39 mg EQ/g MS, puis diminue avec l'augmentation de la puissance. Par contre une précédente étude a trouvé que la valeur la plus élevé est dans les alentours de 700W **[107]**, qui probablement due a la différance entre les plantes étudiés, ainsi la partie étudié et le temps de l'expérimentation.

**Amit Kumar et *al*., (2013)** ont démontré que la teneur en flavonoïdes de leurs plante est considérablement réduits après sont traitement par MO **[108]**.

**V. 3 .3. Les tanins**

Les résultats obtenus lors de dosage des tanins, issus des poudres séchés à différentes méthodes sont calculé par référence à la courbe d'étalonnage (Annexe V.3).

**V.2 .3.1. Dosage des tanins de feuilles séchées à l'air libre et à l'étuve**

Les teneurs sont représentés dans la figure si dessous.

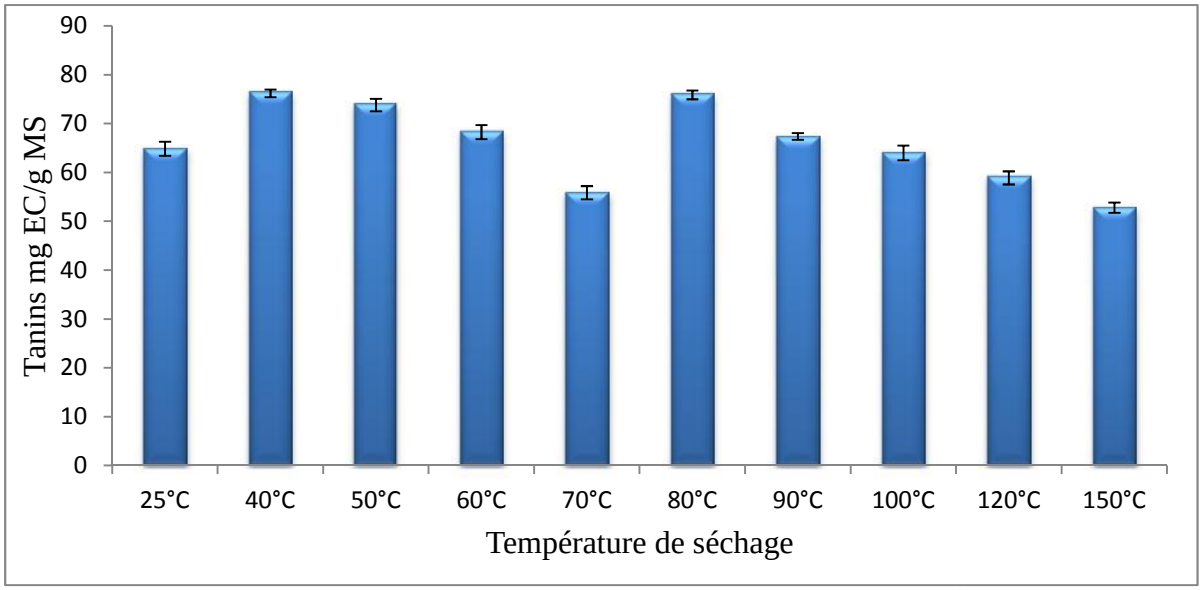



**Figure N°25:** Teneur moyenne en tanins des échantillons de feuilles séchées à l'air libre et à l'étuve.

Les résultats montrent qu'à l'air libre, la teneur est faible (64,87 ±1, 35 mg EC/gMS) par apport a la teneur obtenue à 40°C (76,22±0,98 mg EC/g MS) dans le séchage à l'étuve. Ces teneurs sont importantes par rapport à ce qu'a été rapporté par **Goli et *al.*, (2005) [109]**, ils ont trouvé une teneur de 34,7 mg EC/g MS dans *Pistacia Vera*. Cette variation est due à la différence entre l'espèce, et probablement, elle est aussi liée à la répartition géographique et la période de récolte.

D'après cet histogramme on remarque aussi une diminution dans la teneur des tanins en parallèle avec l'augmentation de la température de séchage jusqu'à température 80°C d'où l'observation d'une concentration élevée de 75,89 ± 0,97 mg EC/g MS. Après cette température le phénomène de diminution dans la teneur se poursuive. Ceci pourrait être expliqué par la dénaturation des tanins à des fortes températures (50, 60 et 70°C). **Azaizeh et *al.*, (2013) [110]**, ont rapporté qu'il faut opéré à des basses températures, car les températures élevées affectes les polyphénols en générale et les tanins en particulier.

A température de 80°C, Certainement, des molécules plus complexes ont été détruites pour libéré cette importante concentration en tanins. Les températures élevées (90, 100, 120 et 150°C) ont agi négativement sur les molécules des tannins, ce qui a causé la diminution dans les teneurs.

**V.3 .3.2. Dosage des tanins de feuilles séchées à micro-ondes**

Les teneurs sont représentés dans la figure 26.

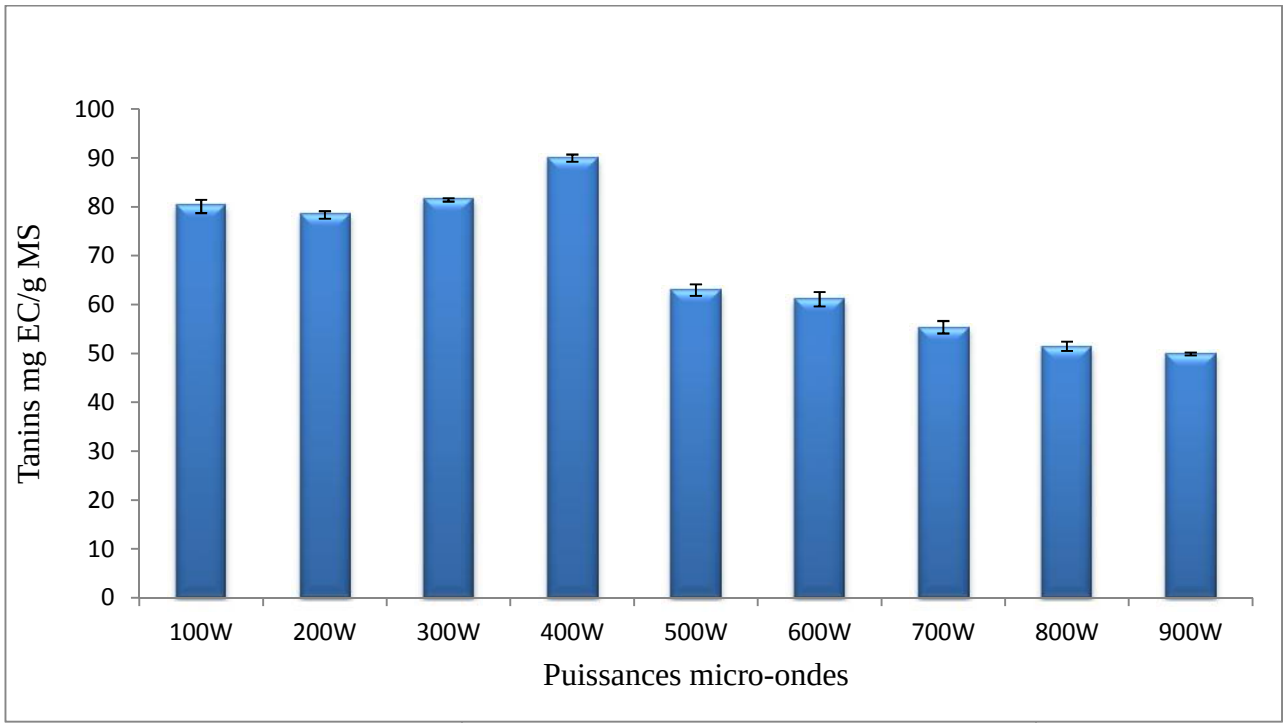



**Figure N° 26** Teneur moyenne en tanins des échantillons de feuilles sécher par micro-ondes

D'après cet histogramme, les teneurs de tanins augmentent entre la puissance 100 et 400 W, pour atteindre la valeur de 80,11± 0,96 mg EC/g MS à 400W. Puis elle diminue avec l'augmentation de la puissance, qui peut être expliqué par le pouvoir de pénétration des radiations à 400W dans la matrice végétale, en libérant une grande quantité de tanins, mais au delà de cette puissance, les fortes radiations dénaturent les tanins.

**Juane et *al*., (2011) [107]**, ont signalé que la puissance des radiations et la durée du séchage dans le four à micro-ondes influencent sur la composition phénolique des plantes.

**V.4. Détermination du pouvoir antioxydant par la méthode au DPPH**

Le DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) est un radical libre stable qu'on utilise pour remplacer les radicaux libres produits par les cellules en réponse à des stress externes ou internes. Il a été utiliser pour évaluer l'activité antiradicalaire de l'extrait de Pistacia lentiscus **[9]**. Les Antioxydants cessent la chaîne radicale libre d'oxydation et donner de l'hydrogène des groupes hydroxyle du polyphénols **[111]**. La mesure du (%) d'inhibition de l'activité antiradicalaire est calculée par l'équation citée dans (IV.7)

**V.4.1 Pourcentage d'inhibition du radical DPPH des feuilles séchées à l'air libre et étuve**

Les résultats de capacité d'extraits préparés pour piéger les radicaux libres (DPPH) sont illustrés dan la figure 27.

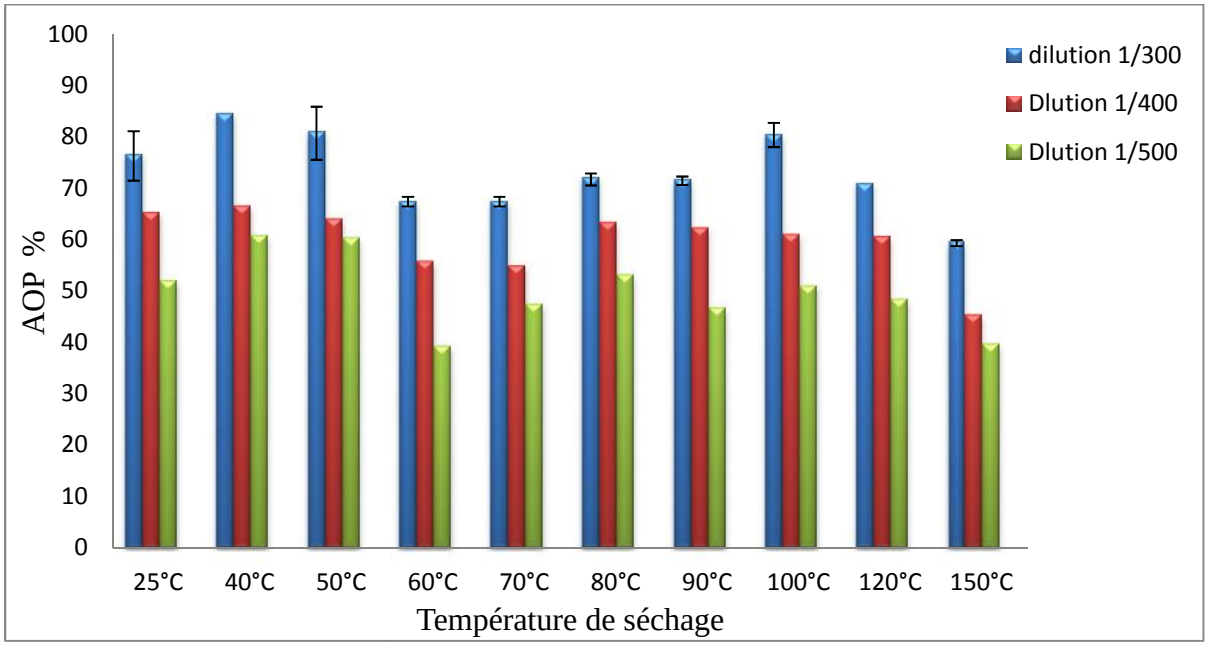



**Figure N°27 :** Résultats de l'activité antiradicalaire au DPPH des extraits de poudres des feuilles séchés a l'air libre et a l'étuve.

A partir des résultats de la présente étude, il s'avère qu'avec toutes les températures de séchage. Les extraits de feuilles de *Pistacia lentiscus* se sont révélés de bons scavenger du radical DPPH, avec l'activité la plus élevée de 84,193 % ± 0 attribuée à l'extrait issue de séchage à l'air libre (25°C), suivi de 80,699 % ± 5,177 et 80,366 % ± 2,253 pour les extraits issues du séchage à 50 et 100°C respectivement.

Ces résultats se rapprochent de celles obtenus par **Atmani et *al.*, (2009)**, qui est de 93% pour la même espèce de plante étudiée cette variation est probablement due a la différance dans le stade de maturation des feuilles ainsi le mois de la récolte des échantillons.

Après ces résultats on a constaté que les variations dans les pourcentages d'inhibitions du DPPH sont reliées à la teneur en flavonoïdes dans notre plante, ce qui a été signalé par **PAOLA et *al*., (2005) [112]**, ils ont travaillé sur l'activité antioxydante de la pomme; et ils ont trouvé que la principale contribution à cette activité est attribuée aux flavonoïdes.

Et ce qui aussi signalé par **Pietta( 2000) [113]**, L'écart dans l'activité antioxydante entre les extraits peut être expliqué par leurs fortes teneurs en polyphénols totaux et flavonoïdes, connue par leurs activités antioxydantes dont la propriété oxydo-réductrice permet d'agir comme agent réducteur, donateur d'hydrogène et inhibiteurs de l'oxygène.

### V.4.2 Pourcentage d'inhibition du radical DPPH des feuilles séchées à MO

Les résultats obtenus sont illustré par la figure ci-dessous.

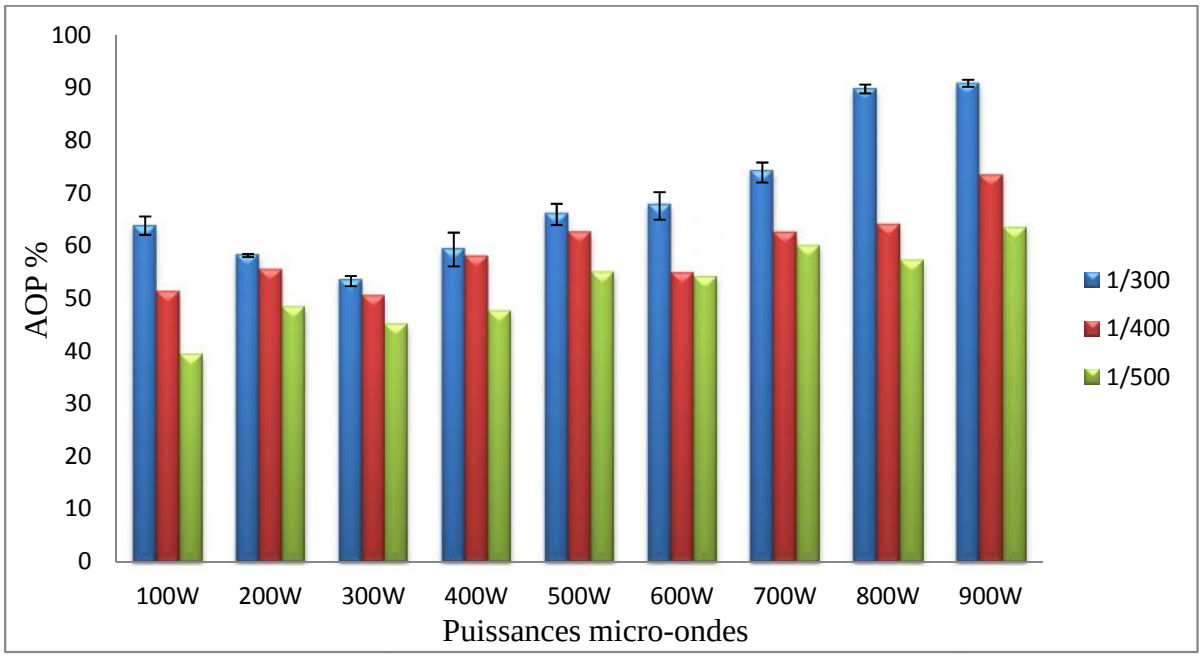



**Figure N°28 :** Résultats de l'évaluation de l'activité anti-radicalaire au DPPH des extraits de poudres des feuilles séchées par micro-onde.

A base du résultat obtenu sur l'activité anti-radicalaire le taux le plus élevé est attribuer à la puissance de 900 W avec un taux de 90,90% ± 0,6847, suivi par 800 W avec 89,83% ± 0 ,839. Ce résultat est supérieure de celui observé dans une autre plante médicinale (*lavendula latifolia med*) par **Rodrigues et *al*., (2012) [114]** , qui est de 87,4%.

On constate aussi qu'il y'a une augmentation dans le taux d'activité anti-radicalaire de la puissance 100W jusqu'à 900W.

Lorsque la concentration en polyphénols est élevée; les polyphénols tendent vers l'agrégation (association) qui piège le groupement hydroxyle (OH) libre ce qui empêche l'accessibilité du DPPH à ces composés pour induire une activité anti-radicalaire. Après que les feuilles sont soumises à des puissances plus élevées il a eu le clivage et libération des composés phénoliques libres ce qui a abouti à une forte activité anti-radicalaire. La même chose a été signalée par **Hayatet *al*., (2010) [115]**, ils ont trouvé que le traitement d'agrumes par micro-ondes clive et libère les composés phénoliques, donc, ce qui entraîne l'augmentation des composés phénoliques libres, et l'amélioration de la capacité antioxydante des extraits.

# Conclusion

**Conclusion**

A travers les siècles, le savoir concernant les plantes s'est organisé, documenté et a été transmis de génération en génération. Aujourd'hui, le recours à la médecine par les plantes connait un regain d'intérêt.

Le présent travail s'intéresse à l'étude comparative des procédés de séchage et l'influence de ces procédés sur la teneur en composées phénolique de *Pistacia lentiscus.*

Le résultat des cinétiques de séchage montre que, avec la méthode innovante du séchage assistée par micro-onde, les feuilles de notre plante se déshydratent plus rapidement que par la méthode conventionnelle. Avec la plus petite puissance utilisée du micro-onde (100 W), il a fallu seulement 3h pour stabiliser le poids de 5g de d'échantillon frais à 2,93g, par contre, pour les feuilles séchées à l'air libre (25°C) et avec des basse températures (40°C) de l'étuve, il a fallu 5 jours à 25°C et 2 jours à 40°C, Pour stabiliser le même poids d'échantillon à 2,95g et à 2,85g respectivement, Pour les grandes puissances du micro-onde (900 W) 4,5 min sont suffisante pour déshydraté 5g de feuille de Pistacia, par contre il a fallu 25min pour 150°C dans étuve.

Pour le dosage des PPT, le rendement optimale est attribué au séchage à l'air libre avec 150,881 mgEGA/gMS; suivi par 137,65 mgEGA/gMS à 40°C dans l'étuve. Par contre le séchage avec la méthode innovante assistée par micro-onde le taux le plus élevé est de 134,976 mg EAG/gMS, attribué a la puissance 300W, qui reste tout jours proche de celui obtenu a 40°C a l'étuve.

Par ailleurs le résultat de dosage des flavonoïdes et des tanins montre que la teneur la plus élevé en flavonoïde est de 8,37 mg EQ/g MS, attribuée au séchage par micro-onde à 400 W, contre 6,99 et 6,83 mg EQ/g MS pour les feuilles séchées à l'air libre et à l'étuve respectivement; pour les tanins, le rendement optimale est attribué au séchage par MO avec une teneur de 89,99 mg EC/g MS à 400W, contre une teneur 76,22 mg EC/g MS à 40°C dans séchage a étuve.

Pour l'activité anti-radicalaire avec le DPPH, l'activité la plus élevé de 90,90% est obtenu avec le séchage par micro-onde à 900 W, suivi de 84,2% obtenu avec le séchage a l'air libre, puis 80,7 % par séchage a l'étuve a 50°C.

A la lumière de cette investigation, il ressort que le séchage par four à micro-onde est plus avantageux d'une part, le temps de séchage est plus court par rapport au séchage a l'air libre et étuve ainsi les conditions sanitaires du produit séché. Et d'autre part en terme de rendement sur la composition phénolique le séchage par micro-onde donne des bonne rendement que celui de l'air libre et étuve. Tout fois il serait souhaitable de compléter ce travail avec :

- L'utilisation de techniques d'analyses plus performantes telles que HPLC, la RMN, etc. Pour l'identification de la composition des extraits, a fin d'élargir l'étude statistique et de déterminer les meilleures conditions de séchage ;
- L'étude de la biodisponibilité des composés phénoliques de Pistacia lentiscus, à fin de prévoir leur effet sur la santé humaine;
- L'évaluation de l'activité antimicrobienne des différents extraits étudiés ;
- Elargir l'échantillonnage pour l'ensemble du territoire national; et analyser l'effet de l'origine géographique sur la composition en antioxydant, et sur leur activités biologique.

# Références bibliographiques

1. Svoboda KP, Svoboda TG, Syred A, Syred P: **Secretory structures of aromatic and medicinal plants: a review and atlas of micrographs**: Microscopix Publications; 2000.

2. Iserin P, Masson M, Restellini J: **Larousse encyclopédie des plantes médicinales: identification, préparations, soins**. *Larousse, Paris* 2001.

3. Nkhili e-z: **Polyphénols de l'Alimentation: Extraction, Interactions avec les ions du Fer et du Cuivre, Oxydation et Pouvoir antioxydant.**2009.

4. Boukeloua A: **caracterisation botanique et chimique et evaluation pharmaco-toxicologique d'une preparation topique a base d'huile de *pistacia lentiscus* l. (anacardiaceae)**; 2009.

5. Ljubuncic P, Song H, Cogan U, Azaizeh H, Bomzon A: **The effects of aqueous extracts prepared from the leaves of *Pistacia lentiscus* in experimental liver disease**. *Journal of Ethnopharmacology* 2005, **100**(1–2):198-204.

6. Castola V, Bighelli A, Casanova J: **Intraspecific chemical variability of the essential oil of *Pistacia lentiscus* L. from Corsica**. *Biochemical Systematics and Ecology* 2000, **28**(1):79-88.

7. Bock B: **(15/04/2013)*Pistacia lentiscus* L.Base de données Nomenclatural de la flore de france (02) http:/www.tela-botanica.org**. 2013.

8. Iserin P: **Larousse encyclopédie des plantes médicinales.Edition Larousse.P238 et 250**. 2001.

9. Gardeli C, Vassiliki P, Athanasios M, Kibouris T, Komaitis M: **Essential oil composition of *Pistacia lentiscus* L. and *Myrtus communis* L.: Evaluation of antioxidant capacity of methanolic extracts**. *Food Chemistry* 2008, **107**(3):1120-1130.

10. Rodríguez-Pérez C, Quirantes-Piné R, Amessis-Ouchemoukh N, Madani K, Segura-Carretero A, Fernández-Gutierrez A: **A metabolite-profiling approach allows the identification of new compounds from *Pistacia lentiscus* leaves**. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis* 2013, **77**(0):167-174.

11. Rodriguez-Perez C, Quirantes-Pine R, Amessis-Ouchemoukh N, Madani K, Segura-Carretero A, Fernandez-Gutierrez A: **A metabolite-profiling approach allows the identification of new compounds from *Pistacia lentiscus* leaves**. *J Pharm Biomed Analysis* 2013, **77**:167-174.

12. Filella I, Llusià J, Piñol J, Peñuelas J: **Leaf gas exchange and fluorescence of *Phillyrea latifolia, Pistacia lentiscus* and *Quercus ilex* saplings in severe drought and high temperature conditions**. *Environmental and Experimental Botany* 1998, **39**(3):213-220.

13. Kivçak B, Akay S: **Quantitative determination of α-tocopherol in Pistacia lentiscus, *Pistacia lentiscus* var. chia, and *Pistacia terebinthus* by TLC-densitometry and colorimetry**. *Fitoterapia* 2005, **76**(1):62-66.

14. Al-Said MS, Ageel AM, Parmar NS, Tariq M: **Evaluation of mastic, a crude drug obtained from *Pistacia lentiscus* for gastric and duodenal anti-ulcer activity**. *J Ethnopharmacol* 1986, **15**(3):271-278.

15. Iauk L, Ragusa S, Rapisarda A, Franco S, Nicolosi VM: **In vitro antimicrobial activity of *Pistacia lentiscus* L. extracts: preliminary report**. *Journal of chemotherapy (Florence, Italy)* 1996, **8**(3):207-209.

16. Ali-Shtayeh MS, Abu Ghdeib SI: **Antifungal activity of plant extracts against dermatophytes**. *Mycoses* 1999, **42**(11-12):665-672.

17. Janakat S, Al-Merie H: **Evaluation of hepatoprotective effect of *Pistacia lentiscus, Phillyrea latifolia* and *Nicotiana glauca***. *J Ethnopharmacol* 2002, **83**(1-2):135-138.

18. Djenane D, Yangüela J, Montañés L, Djerbal M, Roncalés P: **Antimicrobial activity of *Pistacia lentiscus* and *Satureja montana* essential oils against Listeria monocytogenes CECT 935 using laboratory media: Efficacy and synergistic potential in minced beef**. *Food Control* 2011, **22**(7):1046-1053.

19. Seigue A: **La foret circummmediterraneenne et ses problemes [connaissance de la foret, chenes circummediterraneens, feuillus circummediterranneens autres que les chenes, resineux circummediterranneens, essences forestieres introduites; production, gestion, incendies, reconstitution et reboisement]**; 1985.

20. Guidi L, Degl'Innocenti E, Genovesi S, Soldatini GF: **Photosynthetic process and activities of enzymes involved in the phenylpropanoid pathway in resistant and sensitive genotypes of *Lycopersicon esculentum* L. exposed to ozone**. *Plant Science* 2005, **168**(1):153-160.

21. Dixon RA, Paiva NL: **Stress-induced phenylpropanoid metabolism**. *The Plant Cell* 1995, **7**(7):1085.

22. Edreva A: **The importance of non-photosynthetic pigments and cinnamic acid derivatives in photoprotection**. *Agriculture, Ecosystems & Environment* 2005, **106**(2–3):135-146.

23. Rice-Evans C: **Flavonoid antioxidants**. *Current medicinal chemistry* 2001, **8**(7):797-807.

24. Cai Y, Luo Q, Sun M, Corke H: **Antioxidant activity and phenolic compounds of 112 traditional Chinese medicinal plants associated with anticancer**. *Life sciences* 2004, **74**(17):2157-2184.

25. Yao K, De Luca V, Brisson N: **Creation of a metabolic sink for tryptophan alters the phenylpropanoid pathway and the susceptibility of potato to *Phytophthora infestans***. *The Plant Cell Online* 1995, **7**(11):1787-1799.

26. Floss HG: **Natural products derived from unusual variants of the shikimate pathway**. *Natural product reports* 1997, **14**(5):433-452.

27. Hoffmann L, Besseau S, Geoffroy P, Ritzenthaler C, Meyer D, Lapierre C, Pollet B, Legrand M: **Silencing of hydroxycinnamoyl-coenzyme A shikimate/quinate hydroxycinnamoyltransferase affects phenylpropanoid biosynthesis**. *The Plant Cell Online* 2004, **16**(6):1446-1465.

28. Ranjeva R, Alibert G, Boudet AM: **Metabolisme des composés phenoliques chez le petunia v. utilisation de la phenylalanine par des chloroplastes isoles**. *Plant Science Letters* 1977, **10**(3):225-234.

29. Heim KE, Tagliaferro AR, Bobilya DJ: **Flavonoid antioxidants: Chemistry, metabolism and structure-activity relationships**. *The Journal of Nutritional Biochemistry* 2002, **13**(10):572-584.

30. Ghedira K: **Les flavonoïdes : structure, propriétés biologiques,rôle prophylactique et emplois en thérapeutique**2005:162-169.

31. Martin S, Andriantsitohaina R: **Mécanismes de la protection cardiaque et vasculaire des polyphénols au niveau de l'endothélium**. *Annales de Cardiologie et d'Angéiologie* 2002, **51**(6):304-315.

32. Elliott middleton J, Chithan kandaswami, and Theoharis C. Theoharides: **The Effects of Plant Flavonoids on Mammalian Cells:Implications for Inflammation, Heart Disease,and Cancer**. *pharmacological reviews* 2000, **Vol. 52, No. 4**:674-735.

33. Cook N, Samman S: **Flavonoids-chemistry, metabolism, cardioprotective effects, and dietary sources**. *The Journal of nutritional biochemistry* 1996, **7**(2):66-76.

34. Peterson J, Dwyer J: **Flavonoids: Dietary occurrence and biochemical activity**. *Nutrition Research* 1998, **18**(12):1995-2018.

35. Elliott middleton J, Chithan K, and Theoharis C. Theoharides: **The Effects of Plant Flavonoids on Mammalian Cells:Implications for Inflammation, Heart Disease,and Cancer**, Vol. 52, No. 4; 2000.

36. König H, Biology of Microorganisms on Grapes iMaiW, 307 Springer-Verlag Berlin Heidelberg,2009.

37. Peterson J, Dwyer J: **Taxonomic Classification Helps Identify Flavonoid-Containing Foods on a Semiquantitative Food Frequency Questionnaire**. *Journal of the American Dietetic Association* 1998, **98**(6):677-685.

38. de Souza dos Santos MC, Gonçalves CFL, Vaisman M, Ferreira ACF, de Carvalho DP: **Impact of flavonoids on thyroid function**. *Food and Chemical Toxicology* 2011, **49**(10):2495-2502.

39. Mulvihill EE, Huff MW: **Antiatherogenic properties of flavonoids: Implications for cardiovascular health**. *Canadian Journal of Cardiology* 2010, **26, Supplement A**(0):17A-21A.

40. Narayana KR, Reddy MS, Chaluvadi M, Krishna D: **Bioflavonoids classification, pharmacological, biochemical effects and therapeutic potential**. *Indian Journal of Pharmacology* 2001, **33**(1):2-16.

41. Erdman JW, Balentine D, Arab L, Beecher G, Dwyer JT, Folts J, Harnly J, Hollman P, Keen CL, Mazza G: **Flavonoids and heart health: proceedings of the ILSI North America flavonoids workshop, May 31–June 1, 2005, Washington, DC**. *The Journal of nutrition* 2007, **137**(3):718S-737S.

42. Rey D, David J-P, Martins D, Pautou M-P, Long A, Marigo G, Meyran J-C: **Role of vegetable tannins in habitat selection among mosquito communities from the Alpine hydrosystems**. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series III - Sciences de la Vie* 2000, **323**(4):391-398.

43. Falcão L, Araújo MEM: **Tannins characterisation in new and historic vegetable tanned leathers fibres by spot tests**. *Journal of Cultural Heritage* 2011, **12**(2):149-156.

44. Essodina A, Igor S: **Contribution à l'étude des Tanins et de l'activité antibacterienne de *Acacia nilotica* Var AdansonII**. 2002.

45. Laghi L, Parpinello GP, Rio DD, Calani L, Mattioli AU, Versari A: **Fingerprint of enological tannins by multiple techniques approach**. *Food Chemistry* 2010, **121**(3):783-788.

46. Chabaane L, Tahiri S, Albizane A, Krati ME, Cervera ML, de la Guardia M: **Immobilization of vegetable tannins on tannery chrome shavings and their use for the removal of hexavalent chromium from contaminated water**. *Chemical Engineering Journal* 2011, **174**(1):310-317.

47. Yokozawa T, Chen CP, Dong E, Tanaka T, Nonaka G-I, Nishioka I: **Study on the Inhibitory Effect of Tannins and Flavonoids against the 1,1-Diphenyl-2-picrylhydrazyl Radical**. *Biochemical Pharmacology* 1998, **56**(2):213-222.

48. Karim A, Sabah M, Tamara A: **Swell-drying : séchage et texturation par DIC des végétaux**. *Techniques de l'ingénieur Opérations unitaires du génie industriel alimentaire* 2012, **base documentaire : TIB430DUO**(ref. article : f3005).

49. Jean-Jacques B, Catherine B: **Séchage des produits alimentaires Principes**. *Techniques de l'ingénieur Opérations unitaires du génie industriel alimentaire* 2003, **base documentaire : TIB430DUO**(ref. article : f3000).

50. Lewicki PP: **DRYING**. In: *Encyclopedia of Meat Sciences.* Edited by Editor-in-Chief: Werner Klinth J. Oxford: Elsevier; 2004: 402-411.

51. Alibas I: **Microwave, air and combined microwave–air-drying parameters of pumpkin slices**. *LWT - Food Science and Technology* 2007, **40**(8):1445-1451.

52. Jean V: **Séchage industriel : principes et calcul d'appareils Autres modes de séchage que l'air chaud (partie 1).** *Techniques de l'ingénieur Opérations unitaires : évaporation et séchage* 2011, **base documentaire :TIB430DUO.**(ref. article :j2451).

53. Maskan M: **Kinetics of colour change of kiwifruits during hot air and microwave drying**. *Journal of Food Engineering* 2001, **48**(2):169-175.

54. Catherine B, Jean-Jacques B: **Séchage des produits alimentaires Appareils et applications**. *Techniques de l'ingénieur Opérations unitaires du génie industriel alimentaire* 2008, **base documentaire : TIB430DUO**(ref. article : f3002).

55. Mafart.P: **Génie Industriel Alimentaire, Les Procédés Physiques de Conservation**, Technique et Documentation . edn. Paris: Lavoiser; 1996.

56. Jean V: **Séchage industriel : principes et calcul d'appareils Autres modes de séchage que l'air chaud (partie 2)**. *Techniques de l'ingénieur Opérations unitaires : évaporation et séchage* 2011, **base documentaire : TIB316DUO**(ref. article : j2454).

57. Jean V: **Séchage industriel : principes et calcul d'appareils Autres modes de séchage que l'air chaud (partie 1)**. *Techniques de l'ingénieur Opérations unitaires : évaporation et séchage* 2011, **base documentaire : TIB316DUO**(ref. article : j2453).

58. CHARREAU A, CAVAILLÉ R: **Séchage Théorie et calculs**. *Techniques de l'ingénieur Opérations unitaires du génie industriel alimentaire* 2003, **base documentaire : TIB430DUO**(ref. article : j2480):1-22.

59. Bimbenet J, Bonazzi C, Dumoulin E: **Séchage, Cuisson, Cuisson-Extrusion**. *Génie des procédés alimentaires, Des bases aux applications* 2002:391-439.

60. Hossain MA, Bala BK, Satter MA: **Simulation of natural air drying of maize in cribs**. *Simulation Modelling Practice and Theory* 2003, **11**(7–8):571-583.

61. Jean V: **Séchage : principes et calcul d'appareils Séchage convectif par air chaud (partie 1)**. *Techniques de l'ingénieur Opérations unitaires : évaporation et séchage* 2009, **base documentaire : TIB316DUO**(ref. article : j2451).

62. Claude O, Georges R, Jean-François R: **Chauffage diélectrique Technologies**. *Techniques de l'ingénieur Électrothermie industrielle* 2003, **base documentaire : TIB270DUO**(ref. article : d5941).

63. Ozkan IA, Akbudak B, Akbudak N: **Microwave drying characteristics of spinach**. *Journal of Food Engineering* 2007, **78**(2):577-583.

64. Tripti Jain VJ, R Pandey, A Vyas and SS Shukla: **Microwave assisted extraction for phytoconstituents – An overview** *Asian J Research Chem 2(1)* 2009.

65. Leonelli C, Mason TJ: **Microwave and ultrasonic processing: Now a realistic option for industry**. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 2010, **49**(9):885-900.

66. Pierrick NUN, Evelina C, Jean M, Frédéric L, Max M, Jean-Philippe G, Cyril O: **Chimie sans solvant**. *Techniques de l'ingénieur Développement de solvants alternatifs et intensification des procédés* 2008, **base documentaire : TIB492DUO**(ref. article : k1220).

67. Bertrand B: **Radiothermométrie micro-ondes**. *Techniques de l'ingénieur Mesure de température* 2002, **base documentaire : TIB542DUO**(ref. article : r3030).

68. Jean-Jacques BCB: **Séchage des produits alimentaires Appareils et applications**. *Techniques de l'ingénieur Opérations unitaires du génie industriel alimentaire* 2008, **base documentaire : TIB430DUO**(ref. article : f3002).

69. Mafart.P: **Génie Industriel Alimentaire**. *Les procédés physiques de consérvation* 1996, **2éme édition**(Technique et Documentation):5-21.

70. Michèle M, Frédéric R: **Lyophilisation**. *Techniques de l'ingénieur Opérations unitaires du génie industriel alimentaire* 2000, **base documentaire : TIB430DUO**(ref. article : f3240).

71. Sébastien D, Laurent B, Patrick G: **Conservation à long terme de systèmes biologiques viables et fonctionnels**. 2013(ref. article : f3480).

72. Marc F: **L'eau et la conservation des aliments**. *Techniques de l'ingénieur Notions de biochimie alimentaire et d'alimentation humaine* 2012, **base documentaire : TIB470DUO**(ref. article : f1011).

73. Ballard TS, Mallikarjunan P, Zhou K, O'Keefe S: **Microwave-assisted extraction of phenolic antioxidant compounds from peanut skins**. *Food Chemistry* 2010, **120**(4):1185-1192.

74. Perraudin E: **Réactivité des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) adsorbés sur des particules modèles d'intérêt atmosphérique: mesures cinétiques, développements analytiques et analyse des produits d'oxydation**.Thése doctorat.Universite de Bordeaux I. 2004.

75. Michel S, Jean-Yves A, Benoît L: **Extraction assistée par micro-ondes**. *Techniques de l'ingénieur Opérations unitaires du génie industriel alimentaire* 2003, **base documentaire : TIB430DUO**(ref. article : f3060).

76. Chemat F, Tomao V, Virot M: **Ultrasound-assisted extraction in food analysis**. *Handbook of food analysis instruments* 2008:85-103.

77. Grossin D: **Développement du procédé de chauffage micro-ondes en vue de l'élaboration de céramiques à propriétés électriques particulières**. Université de Caen; 2006.

78. Lucchesi M-E: **Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles**. Université de la Réunion; 2005.

79. Punt MM: **Microwave-Enhanced Extraction of Organic Contaminants from Soil**. McGill University; 1997.

80. Cendres A: **Procédé novateur d'extraction de jus de fruits par micro-onde: viabilité de fabrication et qualité nutritionnelle des jus**. Université d'Avignon; 2010.

81. Royer M, Houde R, Stevanovic T: **VOLET 3:potentiel de développement lié aux extractibles :état des connaissances et revue des marchés**.

82. Negi P, Jayaprakasha G, Jena B: **Antioxidant and antimutagenic activities of pomegranate peel extracts**. *Food chemistry* 2003, **80**(3):393-397.

83. Clémentine B, Mathieu S, Elena V, Ilonka S, Baghiani A: **Etude de l'extraction de composés phénoliques à partir de pellicules d'arachide (Arachis hypogaea L.)** *Revue de génie industriel* 2012, **7**:35-45

84. Khennouf S, Iratni N, Baghiani A, Harzallah D, and Arrar L, : **Antioxidant and antibacterial activities of extracts from Artemisia herba alba Asso. leaves and some phenolic compounds** *Journal of Medicinal Plants Research* 2010 **4(13)**:p. 1273-1280.

85. Ribereau-Gayon PP: **Incidences oenologiques de la pourriture du raisin1**. *EPPO Bulletin* 1982, **12**(2):201-214.

86. Ba K, Tine E, Destain J, Cissé N, Thonart P: **Étude comparative des composés phénoliques, du pouvoir antioxydant de différentes variétés de sorgho sénégalais et des enzymes amylolytiques de leur malt**. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement* 2010, **14**(1).

87. Dudonné Sp, Vitrac X, Coutière P, Woillez M, Mérillon J-M: **Comparative study of antioxidant properties and total phenolic content of 30 plant extracts of industrial interest using DPPH, ABTS, FRAP, SOD, and ORAC assays**. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 2009, **57**(5):1768-1774.

88. Boulekbache-Makhlouf L, Slimani S, Madani K: **Total phenolic content, antioxidant and antibacterial activities of fruits of *Eucalyptus globulus* cultivated in Algeria**. *Industrial Crops and Products* 2013, **41**(0):85-89.

89. Ben Taârit M, Msaada K, Hosni K, Marzouk B: **Fatty acids, phenolic changes and antioxidant activity of clary sage (*Salvia sclarea* L.) rosette leaves grown under saline conditions**. *Industrial Crops and Products* 2012, **38**(0):58-63.

90. Tounsi MS, Ouerghemmi I, Wannes WA, Ksouri R, Zemni H, Marzouk B, Kchouk ME: **Valorization of three varieties of grape**. *Industrial Crops and Products* 2009, **30**(2):292-296.

91. M. BOURKHISS MH, B. BOURKHISS, M. OUHSSINE, A. CHAOUCH et B. SATRANI: **Effet de séchage sur la teneur et la composition chimique des huiles essentielles de *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters**. 2009, **VOL. 20 No 1**.

92. Bimbenet J, Daudin J, Wolf E: **Air drying kinetics of biological particles**. In: *Proceeding of the Fourth International Drying Symposium, Kyoto, Japan: 1984*.

93. Daguenet M: **Les séchoirs solaires: théorie et pratique**; 1985.

94. Ketata M, Boudhrioua N, Ammar E, Kechaou N: **Etude du séchage par micro-ondes et des isothermes de sorption des feuilles de *Pelargonium graveolens* d'origine tunisienne et marocaine**. *Food Chemistry* 2010, **125**(3):851-858.

95. Ghanem N, Mihoubi D, Kechaou N, Mihoubi NB: **Microwave dehydration of three citrus peel cultivars: Effect on water and oil retention capacities, color, shrinkage and total phenols content**. *Industrial Crops and Products* 2012, **40**(0):167-177.

96. Sumnu G, Turabi E, Oztop M: **Drying of carrots in microwave and halogen lamp–microwave combination ovens**. *LWT - Food Science and Technology* 2005, **38**(5):549-553.

97. Darvishi H, Asl AR, Asghari A, Azadbakht M, Najafi G, Khodaei J: **Study of the drying kinetics of pepper**. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences* 2013.

98. SAADI S, IDOUGHI A: **Optimisation par plan d'experiance des paramétres d'extraction des flavonoides par micro-ondes et ulrason Etude de cas : feuilles de *Pistacia lentiscus* et *Myrtus communis*.** Mémoire de fin de cyle .Université de Bejaia; 2012: 47p.

99. Kähkönen MP, Hopia AI, Vuorela HJ, Rauha J-P, Pihlaja K, Kujala TS, Heinonen M: **Antioxidant activity of plant extracts containing phenolic compounds**. *Journal of agricultural and food chemistry* 1999, **47**(10):3954-3962.

100. Goli AH, Barzegar M, Sahari MA: **Antioxidant activity and total phenolic compounds of pistachio (*Pistachia vera*) hull extracts**. *Food Chemistry* 2005, **92**(3):521-525.

101. Hismath I, Wan Aida W, Ho C: **Optimization of extraction conditions for phenolic compounds from neen (*Azadirachta indica*) leaves**. *International Food Research Journal* 2011, **18**(3):931-939.

102. Akyıldız A, Aksay S, Benli H, Kıroğlu F, Fenercioğlu H: **Determination of changes in some characteristics of persimmon during dehydration at different temperatures**. *Journal of Food Engineering* 2004, **65**(1):95-99.

103. Dewanto V, Wu X, Adom KK, Liu RH: **Thermal processing enhances the nutritional value of tomatoes by increasing total antioxidant activity**. *Journal of agricultural and Food Chemistry* 2002, **50**(10):3010-3014.

104. Arslan D, Musa Özcan M: **Study the effect of sun, oven and microwave drying on quality of onion slices**. *LWT - Food Science and Technology* 2010, **43**(7):1121-1127.

105. Atmani D, Chaher N, Berboucha M, Ayouni K, Lounis H, Boudaoud H, Debbache N: **Antioxidant capacity and phenol content of selected Algerian medicinal plants**. *Food Chemistry* 2009, **112**(2):303-309.

106. Chan EWC, Lim YY, Wong SK, Lim KK, Tan SP, Lianto FS, Yong MY: **Effects of different drying methods on the antioxidant properties of leaves and tea of ginger species**. *Food Chemistry* 2009, **113**(1):166-172.

107. Dong J, Ma X, Fu Z, Guo Y: **Effects of microwave drying on the contents of functional constituents of Eucommia ulmoides flower tea**. *Industrial Crops and Products* 2011, **34**(1):1102-1110.

108. Jaiswal AK, Abu-Ghannam N: **Degradation Kinetic Modelling of Colour, Texture, Polyphenols and Antioxidant Capacity of York Cabbage after Microwave Processing**. *Food Research International* 2013(0).

109. Goli AH, Barzegar M, Sahari MA: **Antioxidant activity and total phenolic compounds of pistachio ( *Pistachia vera*) hull extracts**. *Food Chemistry* 2005, **92**(3):521-525.

110. Azaizeh H, Halahleh F, Abbas N, Markovics A, Muklada H, Ungar ED, Landau SY: **Polyphenols from *Pistacia lentiscus* and *Phillyrea latifolia* impair the exsheathment of gastro-intestinal nematode larvae**. *Veterinary Parasitology* 2013, **191**(1–2):44-50.

111. Göktürk Baydar N, Özkan G, Yaşar S: **Evaluation of the antiradical and antioxidant potential of grape extracts**. *Food Control* 2007, **18**(9):1131-1136.

112. Vanzani P, Rossetto M, Rigo A, Vrhovsek U, Mattivi F, D'Amato E, Scarpa M: **Major phytochemicals in apple cultivars: contribution to peroxyl radical trapping efficiency**. *Journal of agricultural and food chemistry* 2005, **53**(9):3377-3382.

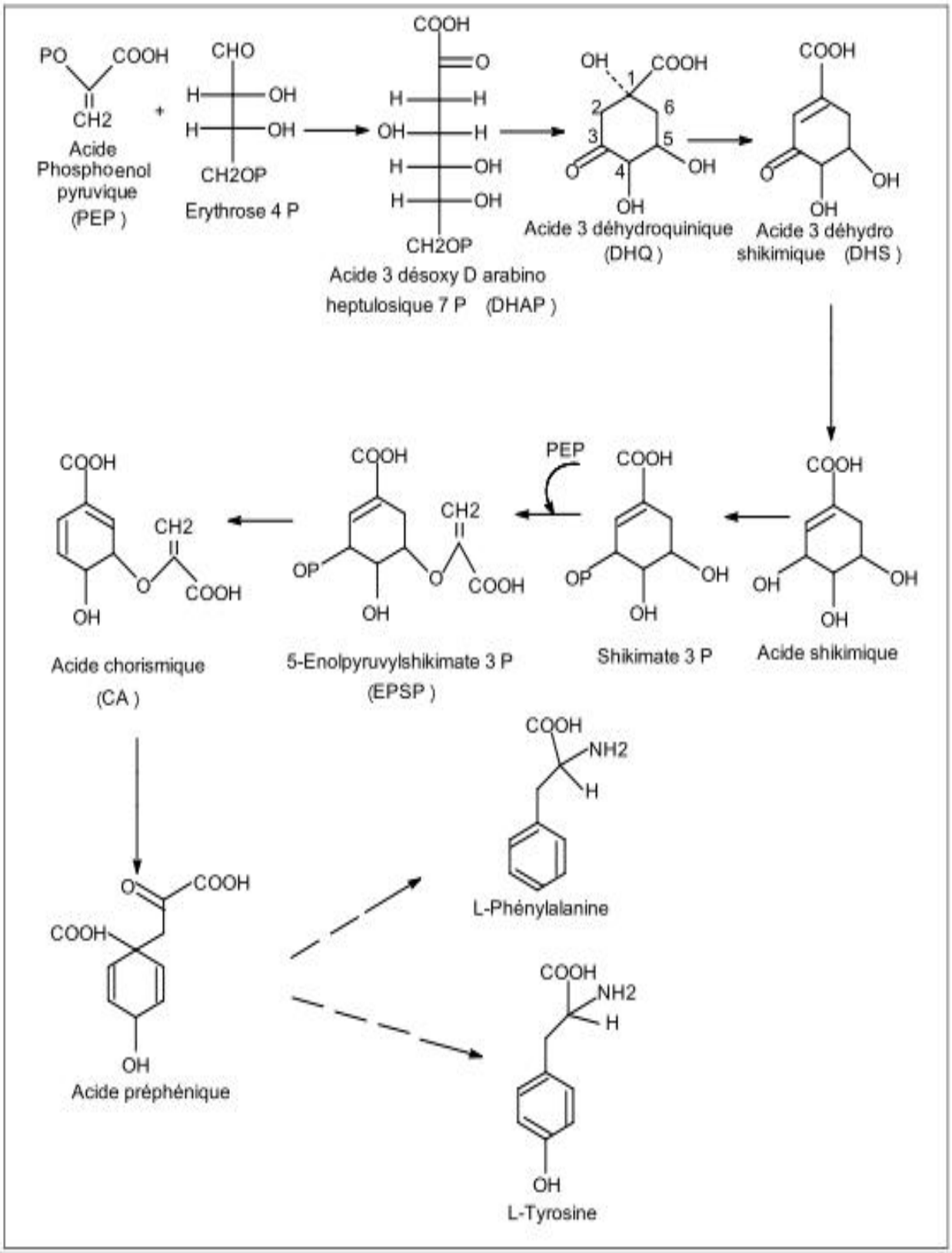
113. Pietta P-G: **Flavonoids as antioxidants**. *Journal of natural products* 2000, **63**(7):1035-1042.

114. Rodrigues N, Malheiro R, Casal S, Asensio-S.-Manzanera MC, Bento A, Pereira JA: **Influence of spike lavender (*Lavandula latifolia* Med.) essential oil in the quality, stability and composition of soybean oil during microwave heating**. *Food and Chemical Toxicology* 2012, **50**(8):2894-2901.

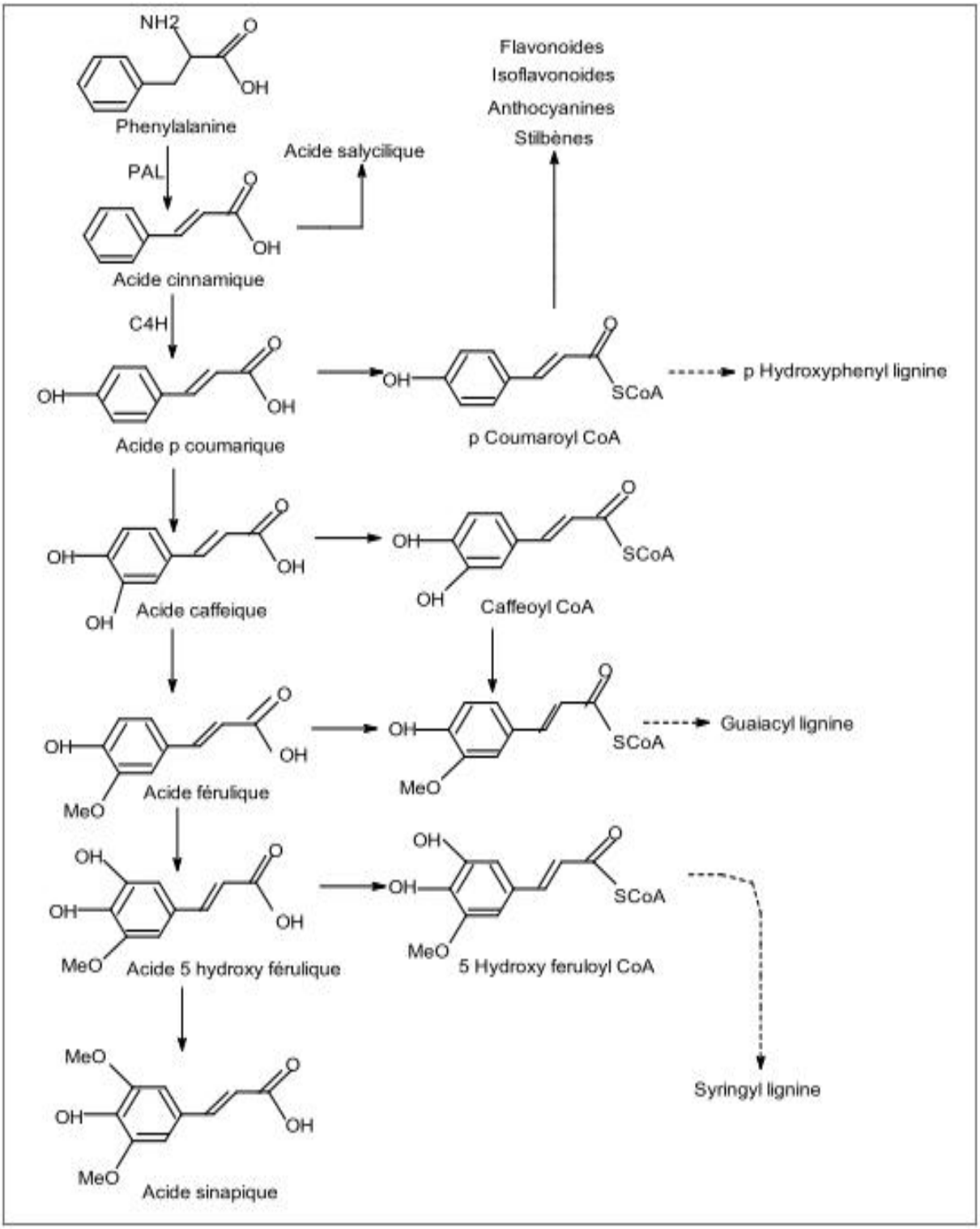
115. Hayat K, Zhang X, Chen H, Xia S, Jia C, Zhong F: **Liberation and separation of phenolic compounds from *Citrus mandarin* peels by microwave heating and its effect on antioxidant activity**. *Separation and Purification Technology* 2010, **73**(3):371-376.

# Annexes

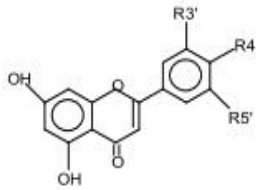
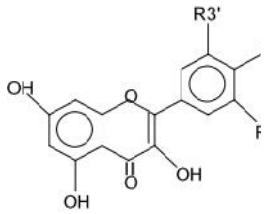
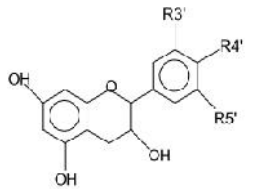
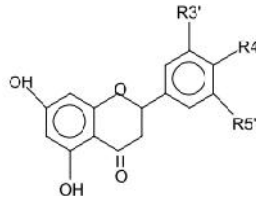
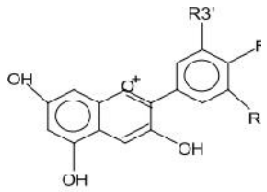
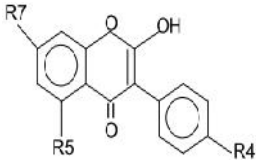
**Annexe II.1.** La voie shikimate de la biosynthèse des composés aromatiques



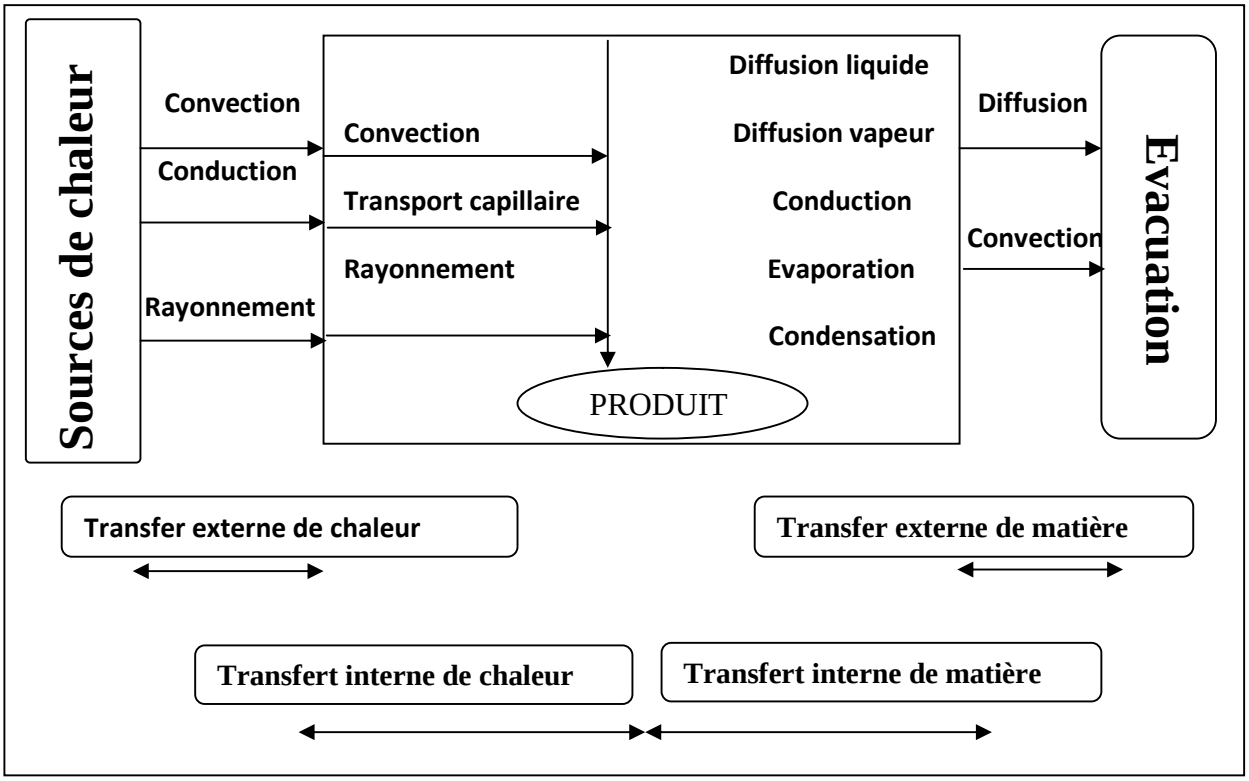
**Annexe II.2.** La voie de phénylpropanoide



**Annexe II.3.** Principales classes des flavonoïdes

| Classes | Structure chimique | R3’ | R4’ | R5’ | Exemples |
|---|---|---|---|---|---|
| **Flavones** |  | **H** | **OH** | **H** | **Apigénine** |
| | | **OH** | **OH** | **H** | **Lutéoline** |
| | | **OH** | **OCH3** | **H** | **Diosmétine** |
| **Flavonols** |  | **H** | **OH** | **H** | **Kaempférol** |
| | | **OH** | **OH** | **H** | **Quercétine** |
| | | **OH** | **OH** | **OH** | **Myrecétine** |
| **Flavanols** |  | **OH** | **OH** | **H** | **Catéchine** |
| **Flavanones** |  | **H** | **OH** | **H** | **Naringénine** |
| | | **OH** | **OH** | **H** | **Eriodictyol** |
| **Anthocyanidines** |  | **H** | **OH** | **H** | **Pelargonidine** |
| | | **OH** | **OH** | **H** | **Cyanidine** |
| | | **OH** | **OH** | **OH** | **Delphénidine** |
| **Isoflavones** |  | **R5** | **R7** | **R4'** | |
| | | **OH** | **OH** | **OH** | **Genisteine** |
| | | **H** | **O-Glu** | **OH** | **Daidezine** |

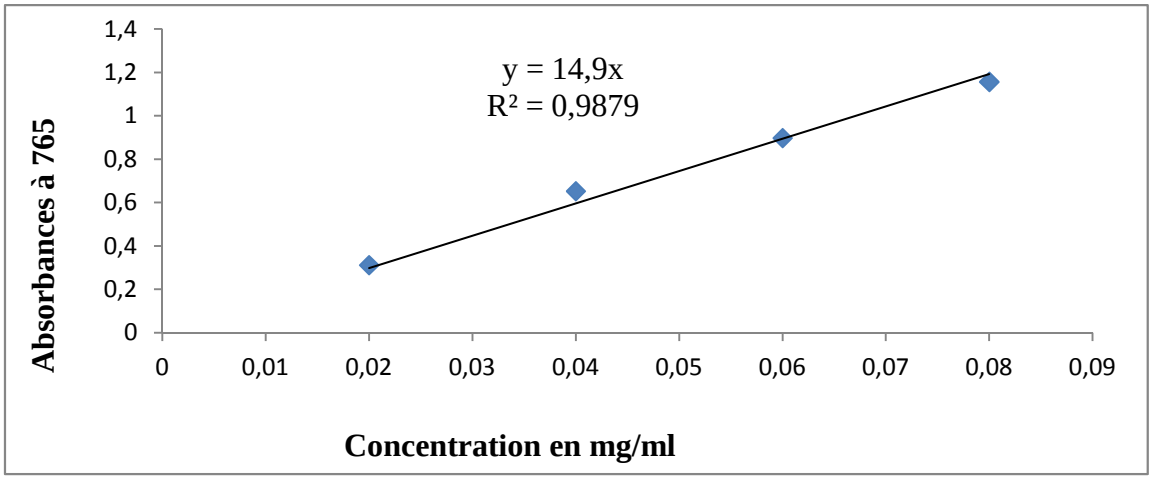
**Annexe III.1.** Echanges de matière et de chaleur lors d'une opération de séchage



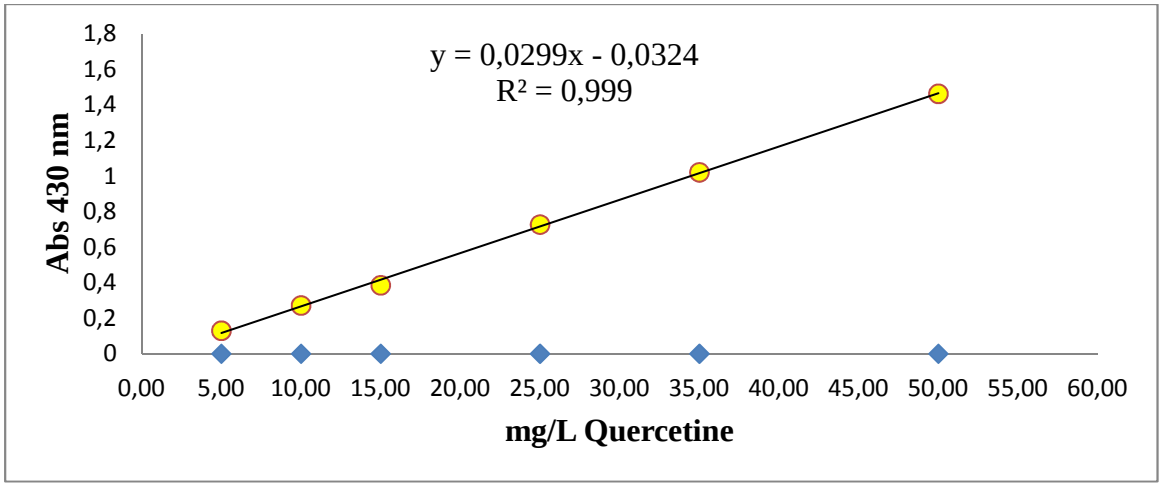
**Annexe III.2.** Les différents types de séchages.

| Type de séchage | Petite définition | Référence |
|---|---|---|
| Séchage par rayonnement | L'apport d'énergie par rayonnement vers le produit correspond au chauffage par infrarouge, par micro-ondes, par hautes fréquences, ainsi que le séchage solaire à ensoleillement direct. | [9] |
| Séchage par friture | lorsque l'on immerge un produit humide dans un bain d'huile chaude | [9] |
| Séchage par lyophilisation | l'eau passe directement de l'état solide (glace) vers la phase vapeur sans l'étape de fusion, ce changement d'état étant appelé « sublimation ». | [9, 12, 13] |
| Séchage par entraînement | Lorsqu'un produit humide est placé dans un courant de gaz (air le plus souvent) suffisamment chaud et sec | [2] |
| Séchage par ébullition | L'ébullition a lieu lorsque la température du produit est élevée (par conduction sur une surface chaude, par rayonnement, par de la vapeur d'eau surchauffée, par immersion dans de l'huile chaude) | [2, 9] |
| le séchage convectif (lit fluidisé, atomisation) | basé sur l'utilisation d'un gaz sec | [12] |
| Le séchage solaire (peut être considéré comme séchage par rayonnement) | Plusieurs types de séchoir solaire ont été conçus et étudiés<br>Le produits est éxposé au rayon solaire(énérgie libre) et l'élimination d'eau par convection | [14] |

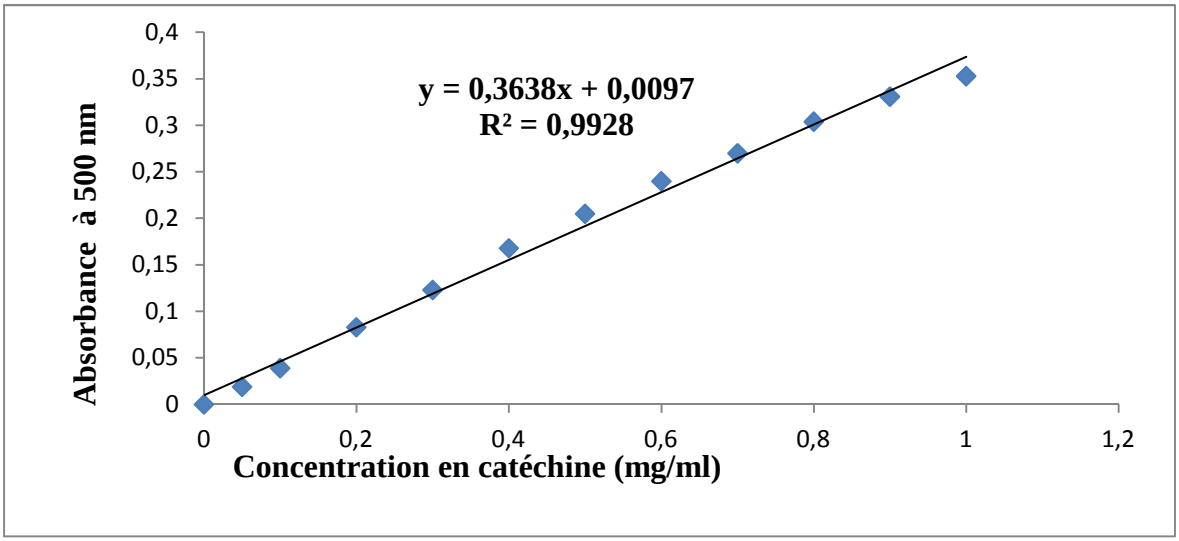
**Annexe V.1.** Courbe d'étalonnage de dosage des polyphénols totaux




**Annexe V.2.** Courbe d'étalonnage de dosage des flavonoïdes.



**Annexe V.3.** Courbe d'étalonnage de dosage des Tannins.



***Résumé***

*Pistacia lentiscus*, est un arbuste qui se trouve abondamment dans tout le littoral algérien, son rôle biologique et ces effets thérapeutiques dans le traitement de nombreuses maladies. C'est pourquoi les recherches sont avancé sur sa valorisation et la découvert de nouvelles sources inépuisable en substances bioactive ainsi les effets des traitements sur leurs teneurs. Sa conservation pour son utilisation soit quotidienne, ou dans l'IAA et pharmaceutique nécessite des traitements thermiques. Dans cette étude, un séchage est réalisé par méthode innovante à micro-ondes (de 100 à 900W) et conventionnelle (Air libre 25°C et étuve de 40 à 150°C), des cinétiques de séchage ont été réalisé en fonction de la perte de masse au court du temps, l'étude de ces cinétiques montre que la stabilité du poids des échantillons est atteinte rapidement avec le séchage par MO. Les deux méthodes de séchage ont des impactes sur les concentrations totales des PPT, flavonoïdes, tannins et sur l'activité antioxydant. Le séchage par MO a donné les teneurs les plus élevé en PPT avec 134,97mg EAG/gMS très proche de celle obtenue par séchage conventionnelle (à 25°C) 150,88mg EAG/g MS, et en flavonoïdes avec 8,37mg EQ /g MS, puis les tanins avec une teneur de 89,99mg EC/g MS suivi d'une activité anti-radicalaire de 90,90%. Le séchage par la méthode innovante a donné de bons résultats avec un court temps de séchage par apport à la technique conventionnelle avec un temps de séchage long et des rendements faibles.

***Mots-clés :*** *Pistacia lentiscus*, cinétique de séchage (air libre, étuve, micro-ondes), polyphénols, flavonoïdes, tanins, activité antioxydante.

***Abstract***

*Pistacia lentiscus* is a shrub that is found abundantly throughout the Algerian coast, its biological role and the therapeutic effects in the treatment of many diseases. This is why research is advanced in its development and discovering new bioactive substances inexhaustible sources and the effects of treatment on their contents. Its preservation for use either daily, or IAA and pharmaceutical requires heat treatments. In this study, drying is achieved by innovative method microwave (100 to 900W) and conventional (Free Air 25 ° C oven for 40 to 150 ° C), the drying kinetics were performed according to the weight loss in short time, the study shows that the kinetic stability of the sample weight is reached quickly drying MO. The two drying methods have Hits on total concentrations of PPT, flavonoids, tannins and antioxidant activity. MO drying gave the highest levels with PPT EGA 134.97 mg / gms very close to that obtained by conventional drying (25 ° C) 150.88 EGA mg / g DM, and flavonoids with 8.37 mg EQ / g DM and tannins with a content of 89.99 mg CE / g MS followed by an anti-radical activity of 90.90%. Drying innovative method has been successful with a short drying time contribution to the conventional technique with a long drying time and low yields.

***Keywords:*** *Pistacia lentiscus*, drying kinetics (open, oven, microwave), polyphenols, flavonoids, tannins and antioxidant activity.