

Mémoire de Master

Présenté par

M^{elle} Kahina KARIB & M^{elle} Naima ARAT

Pour l'obtention du Diplôme de Master
En
Génie des Procédés

Option : Génie chimique

THEME

*Utilisation de la spectrophotométrie UV-visible
pour l'étude de l'extraction solide- liquide des
composés polyphénoliques du thé vert*

Soutenu le : 26/ 06 /2014

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	
M ^{me} H.BELKACEMI	Maitre de conférences à l'université de Bejaia	Présidente
M ^{me} S.AITALI	Maitre assistante à l'université de Bouira	Examinatrice
Mr A. KACHBI	Maitre de conférences à l'université de Bejaia	Promoteur
M ^{me} SENHADJI	Maitre de conférences à l'université de Bejaia	Co-promotrice

Année Universitaire 2013/2014



Remerciements



Remerciements



Au terme de ce modeste travail, nous tenons à exprimer nos remerciements les plus sincères, tout d'abord au « BON DIEU » pour la patience et la santé qui nous a été utile tout au long de notre parcours.

Ce travail a été accompli au laboratoire de recherche de chimie analytique du Département de génie des procédés de la faculté de Technologie, de l'université A. Mir, Bejaia.

Nous tenons à exprimer notre gratitude envers nos encadreurs Mr. A. KACHBI et MME O.SENHADJI qui nous ont fait bénéficier de leurs savoir scientifique, compétence et disponibilité à tout moment.

Nous remercions également le président et les membres du jury d'avoir accepté d'enrichir par leur jugement notre travail.

Nos remerciements iront aussi à tous les enseignants du laboratoire de recherche de chimie analytique ainsi qu'à l'ensemble du personnel technique et administratif du département de génie des procédés, et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce modeste travail.

Dédicace



Du fond du cœur je dédie mon travail à :

La personne la plus adorable, la plus chère dans mon cœur, qui m'a soutenue le long de mon parcours de ma naissance jusqu'à ce jour en éclairant la vie à mes yeux. MERCI MAMAN pour toute la tendresse et l'amour que tu m'as offert sans conditions et que DIEU te garde pour nous.

A mon cher père

Ma grande mère Malika

Mes très chers frères : Abdeslam, Samir et mon chouchou Fateh

Ma meilleure amie que je considère comme sœur : Kahina Benmeziane

Toute ma famille en générale surtout : Khali hemimi, ma tante malika, saliha, nouara, fadila ainsi tout leurs enfants

Ma chère amie, cousine et binôme Naima et sa famille

Mes ami(e)s de l'université lycée et CEM

Ainsi Siham, fariza, Hadika, Yasmina, Mounira, Rebiha, Sana, Sadika

Radia, Nawate, hanna

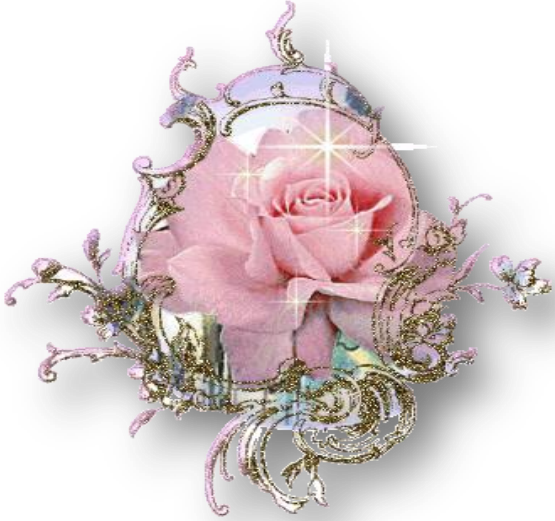
A tous ceux qui sont dans mes pensées et que je n'ai pas cité.

A la promotion génie chimique « 2013-2014 »



K. KAHINA

Dédicaces



Du fond de mon cœur je dédie ce modeste travail

Aux les deux personnes les plus chers dans mon cœur :

Ma mère la plus adorable qui m'a donné tout son amour sa patience et qui m'a soutenu le long de mon parcours de ma naissance jusqu'à ce jour

Mon père qui a éreüllé toujours accomplir tous mes besoins et pour être toujours là pour moi.

A la mémoire de mes chers grands parents que dieu les accueille dans son vaste paradis.

A mes chers frères formidables : Smail, Nourdinne, koussaïlla, Yanis.

A mes sœurs : Kenza, Amel, Fahima.

A mes oncles : Mahfoud, Mustafa, Omar, Mouhand Tahar.

A mes tantes : Saliha, Tawes, Aldjia, Malika, fadila. Et leurs familles

A mes amies : Yasmina, Dalila, Siham (2), Kahina, Hafida, Atika, nassima, Cylia, Fatiha, Naima, Hanane.

Ainssi : fariza, hadika, mounira, radia.

A ma binôme , cousine et copine kahina et sa famille.

A tous mes amies de l'université, lycée, CEM

Sans oublier toute la promotion Génie des procédés en général et spécialité Génie Chimique en particulier.

A tout ceux qui sont dans mes pensées et que je n'ai pas cité.



Arat. Naima



*Liste des symboles,
tableaux et figures*

Liste des symboles et abréviations

A : Absorbance.

C : Concentration molaire (mol/l)

Dj : Djurdjura.

ED : eau distillée.

ES : eau de source.

m : masse(g).

M : Masse molaire (g/mol).

RA : rapport d'absorbance.

T : Température (°C).

t: Temps (min).

$\Delta A / \Delta t$: La variation d'absorbance (min^{-1}).

λ : Longueur d'onde (nm).

Liste des tableaux

Tableau I .1 : Table d'infusion des différentes couleurs de thé.

Tableau I.2: Quelques variétés de thé d'origines géographiques diverses.

Tableau II.1 : Eaux utilisées.

Tableau II.2 : Réactifs utilisés

Tableau III.1 : Les variations des absorbances maximales par unité de temps.

Tableau III.2 : Résultats des rapports d'absorbances entre les bandes d'absorption B(I), B(II) à différentes durées.

Tableau III.3 : Les variations des absorbances maximales par unité de temps.

Tableau III.4: Résultats des rapports d'absorbances entre les bandes d'absorption B(I), B(II) à différentes durées.

Tableau III.5: Les variations des absorbances maximales par unité de temps.

Tableau III.6 : Résultats des rapports d'absorbances entre les bandes d'absorption B(I), B(II), à différentes durées.

Tableau III.7 : Les variations des absorbances maximales par unité de temps.

Tableau III.8: Résultats des rapports d'absorbances entre les bandes d'absorption B(I), B(II) à différentes durées.

Tableau III.9: Les variations des absorbances maximales par unité de temps.

Tableau III.10 : Résultats des rapports d'absorbances entre les bandes d'absorption B(I), B(II) à différentes durées.

Tableau III.11 : Les variations des absorbances maximales par unité de temps.

Tableau III.12: Résultats des rapports d'absorbances entre les bandes d'absorption B(I), B(II) à différentes durées.

Tableau III.13 : valeurs de pH et de conductivité pour différents rapport de masse.

Liste des figures

Figure I.1 : Les différentes cueillettes du thé.

Figure I.2: Le thé vert.

Figure I.3 : Les principales étapes du traitement des feuilles de théiers après récolte.

Figure I.4 : Principaux pays consommateurs (2000).

Figure I.5 : Les catéchines de thé vert.

Figure II.1 : Thé Inza : a) Emballage, b) Feuilles avant infusion.

Figure II.2: Schéma de l'extracteur Soxhelt.

Figure III .1 : Spectres d'absorption des liqueurs de thé obtenus par l'infusion à $T=70^{\circ}\text{C}$ et à différentes durées d'infusion ($t=1\text{min}$, 3min , 5min , 10min , 15min , 20min).

Figure III .2 : Absorbances maximales en fonction de temps.

Figure III .3 : Spectres d'absorption des liqueurs de thé obtenus par l'infusion à $T=80^{\circ}\text{C}$ et à différentes durées d'infusion($t=1\text{min}$, 3min , 5min , 10min , 15min , 20min).

Figure III .4 : Absorbances maximales en fonction de temps.

Figure III .5 : Spectres d'absorption des liqueurs de thé obtenus par l'infusion à $T=85^{\circ}\text{C}$ et à différentes durées d'infusions ($t=1\text{min}$, 3min , 5min , 10min , 15min , 20min).

Figure III.6 : Absorbances maximales en fonction de temps.

Figure III.7: Spectres d'absorption des liqueurs du thé obtenus par l'infusion à $T=90^{\circ}\text{C}$ et à différentes durées d'infusions ($t=1\text{min}$, 3min , 5min , 10min , 15min , 20min).

Figure III .8 : Absorbances maximales en fonction de temps.

Figure III.9 : Spectres d'absorption des liqueurs du thé obtenus par l'infusion à $T=95^{\circ}\text{C}$ et à différentes durées d'infusions ($t=1\text{min}$, 3min , 5min , 10min , 15min , 20min).

Figure III.10 : Absorbances maximales en fonction de temps.

Figure III.11 : Spectres d'absorption des liqueurs de thé obtenus par l'infusion à $T=100^{\circ}\text{C}$ et à différentes durées d'infusion ($t=1\text{min}$, 3min , 5min , 10min , 15min , 20min).

Figure III.12 : Absorbances maximales en fonction de temps.

Figure III.13 : spectres d'absorption des liqueurs de thé obtenus à $t= 1\text{min}$ et à différentes températures d'infusion (70°C , 80°C , 85°C , 90°C , 95°C , 100°C).

Figure III.14 : spectres d'absorption des liqueurs de thé obtenus à $t=3\text{min}$ et à différentes températures d'infusion (70°C , 80°C , 85°C , 90°C , 95°C , 100°C).

Figure III.15: spectres d'absorption des liqueurs de thé obtenus à $t=5\text{min}$ et à différentes températures d'infusion (70°C , 80°C , 85°C , 90°C , 95°C , 100°C).

Figure III.16 : spectres d'absorptions des liqueurs de thé obtenus à $t=10\text{min}$ et à différentes températures d'infusion (70°C , 80°C , 85°C , 90°C , 95°C , 100°C).

Figure III.17: spectres d'absorptions des liqueurs de thé obtenus à $t=15\text{min}$ et à différentes températures d'infusion (70°C , 80°C , 85°C , 90°C , 95°C , 100°C).

Figure III.18: spectres d'absorptions des liqueurs de thé par l'infusion à $t=20\text{min}$ et à différents températures d'infusion (70°C , 80°C , 85°C , 90°C , 95°C , 100°C).

Figure III.19 : Spectres d'absorption des liqueurs de thé à différentes durées d'infusion. $T=70^{\circ}\text{C}$, volume d'eau=100 ml, masse du thé= 0,05g.

Figure III.20: Spectres d'absorption des liqueurs de thé à différentes durées d'infusion. $T=70^{\circ}\text{C}$, volume d'eau=100 ml, masse du thé= 0,05g.

Figure III.21 : Spectres d'absorption des liqueurs de thé à différentes durées d'infusion. $T=95^{\circ}\text{C}$, volume d'eau=100 ml, masse du thé= 0,05g.

Figure III.22 : Spectres d'absorption des liqueurs de thé à différentes durées d'infusion. $T=95^{\circ}\text{C}$, volume d'eau=100 ml, masse du thé= 0,05g.

Figure III.23 : spectres d'absorption des liqueurs obtenus par soxhlet à 80°C et $t=10\text{h}$ pour différentes solvants.



Sommaire

Sommaire

Introduction.....	1
I.1 : Les plantes médicinales.....	3
I.2: La culture du thé	3
I.3: Description.....	4
I.3.1: définition du thé	4
I.3.2 : Description botanique	5
I.3.3 : Classification de thé vert.....	5
I.3.4: Usage traditionnel et industriel du thé vert	6
I.3.4.1. Usage traditionnel	6
I.3.4.2 : Usage industriel.....	6
I.3.5 : Fabrication et consommation du thé.....	7
I.3.6 : La consommation du thé dans le monde.....	7
I.4 : les avantages du thé.....	8
I.4.1 : le thé vert efficace contre le cancer	8
I.4.2: Le thé se compare avantageusement aux légumes comme source alimentaire d'antioxydants.....	9
I.4.3 : Thé vert gage de santé.....	9
I.5 : Temps et températures d'infusion de quelques thés	10
I.6 : Quelques exemples de variétés des différentes couleurs et origines géographiques du thé	10
I.7 : Composition des feuilles de thé	12
I.7.1 : La paroi cellulaire	12
I.7.2 : Les celluloses	12
I.7.3 : Les hémicelluloses.....	12
I.7.4 : Les substances pectiques.....	12

I.8 : Composition chimique du thé vert	13
I.8.1 : Les autres composés organiques	15
I.8.1.1 : Les composés volatils et les anions organiques	15
I.9 : Des feuilles à la liqueur de thé.....	16
I.9.1 : Préparation des liqueurs	16
I.9.2 : Les composés organiques.....	17
I.9.2.1 : Facteurs influençant l'extraction des composés organiques.....	17
I.9.2.2 :Complexation des molécules organiques	17
I.9.3 : Les composés minéraux dans les liqueurs de thé vert	18
I.10 : Les méthodes d'extraction et d'analyse	18
I.10.1 : Méthodes d'extraction	18
A : Extraction par solvants organique « Soxhlet ».....	19
B : Extraction solide-liquide	20
I.10.2 : Techniques analytiques	22
A: Les méthodes chromatographiques	22
B : Chromatographie en phase liquide à haute performanceHPLC.....	22
C : Chromatographie en phase gazeuse.....	22
D : Analyse spectrophotométrique UV-visible.....	22
I.10.3 : les avantages de l'UV-visible.....	22
I.10.4 : les principaux types de spectrophotomètre	23
I.10.5 : Domaines d'applications.....	23
II.1 : Appareillage et logiciels utilisés.....	25
II.2 : Matériels et produits	25
II.2.1 : Matériels	25
II.2.2 : Matière végétal (Thé)	26
II.2.3 : Eaux.....	26
II.2.4 : Réactifs utilisés	27

II .3 : Préparation des solutions.....	28
II.4 : Préparation des échantillons	28
II.5 : les paramètres étudiés sur l’infusion du thé	29
II.5.1 : Effet du temps sur l’infusion du thé dans l’eau distillée et l’eau Djurdjura	29
II.5.2 : Effet de la température sur l’infusion du thé dans l’eau distillée et l’eau Djurdjura	29
II.5 .3 : Mesures du pH et de la conductivité électrochimique de la liqueur de thé et de l’eau utilisée.....	29
II.5.4 : Effet de la qualité de l’eau utilisée sur l’infusion du thé	29
II.6 : Extraction	29
II.6.1 : Extraction par solvants organique (Soxhlet).....	30
III .1 : Infusion du thé vert dans l’eau Djurdjura	32
III.1.1 : Effet de la durée d’infusion	32
III.1.1.1 : infusion à 70°c.....	32
III.1.1.2 : infusion à 80°c.....	36
III.1.1.3 : infusion à T=85°C	40
III.1.1.4 : infusion à T= 90°C	43
III .1.1.5 : infusion à= 95 °C.....	46
III .1.1.6 : infusion à= 100°C.....	49
III .1.2 : Effet de la Température d’infusion	52
III.1.2.1 : infusion à t=1 min.....	52
III.1.2.2: infusion à t= 3min	53
III.1.2.3: infusion à t=5min	54
III.1.2.4: infusion à t=10min.....	54
III.1.2.5 : infusion à t= 15min.....	55
III.1.2.6 : infusion à t= 20min.....	56
III.1.3. Mesures de pH et de conductivité électrochimique de l’eau Djurdjura et des liqueurs de thé.....	57

III .2: infusion de thé vert dans différentes types d'eau	58
III .2 .1: Effets de type de l'eau pour différentes température	58
III.2.1.1 : infusion à T=70°C	58
III.2.1.2 : infusion à T=95°C	60
III.3 : Extraction de thé par soxhlet en utilisant deux solvants organiques	62
III. 3 .1 : Effet de solvant organique	63
Conclusion	65
Références bibliographiques.....	67



INTRODUCTION

Introduction

De nos jours, les méthodologies analytiques sont de plus en plus prospectées pour la séparation, l'identification et la quantification de mélanges complexes. Dans un contexte législatif de plus en plus strict, la caractérisation physico-chimique complète des produits de différentes origines, devient incontournable. De grands développements sont invoqués dans la caractérisation et l'identification de nouvelles substances. D'autres applications de la recherche analytique sont générés par la perspective de pouvoir valoriser les produits naturels pour la santé.

Les plantes sont capables de produire de nombreux métabolites secondaires parmi lesquels on distingue les terpénoïdes, les alcaloïdes et les composés phénoliques. Avec leur diversité structurale remarquable, ces derniers, également appelés polyphénols, constituent une richesse déjà largement exploitée par les industries agro-alimentaire, cosmétique et pharmaceutique. Les polyphénols (principalement, flavonoïdes, acides phénoliques, tannins) sont présents dans toutes les parties de la plante. Ils entrent dans la composition des produits de consommation les plus courants, en particulier les produits transformés comme le thé [1].

L'objectif de notre travail est l'étude de l'extraction solide-liquide appliquée à la plante de thé vert et la caractérisation des composés extraits par une méthode d'analyse simple qui est la spectroscopie UV-Visible. L'intérêt est d'essayer de tirer de le maximum d'information sur ces extraits sans faire appel à des méthodes d'analyse plus sophistiquées et habituellement utilisée, comme la HPLC.

L'extraction est une technique utilisée pour séparer sélectivement un ou plusieurs composés d'un mélange sur la base de propriétés physiques et chimiques. Nous avons étudié ici, deux méthodes d'extraction :

La première méthode est l'infusion, elle permet d'extraire des principes actifs ou des arômes de la matière végétale par dissolution dans un liquide (eau) chaud. Le terme désigne aussi les boissons préparées par cette méthode, comme les tisanes [2]. Différents paramètres sont connus pour modifier la composition des liqueurs obtenues, parmi lesquels, la nature du solvant, le rapport masse de la matière végétale / masse du solvant, la température et la durée d'infusion.

La deuxième méthode est l'extraction par « soxhlet » qui est une méthode simple et convenable permettant de répéter infiniment le cycle d'extraction avec du solvant frais jusqu'à l'épuisement complet du soluté dans la matière première [3]. Dans notre étude nous avons choisi de travailler avec deux solvants organiques : l'hexane qui est un solvant non polaire et l'éthanol qui est connu comme étant un bon solvant d'extraction des substances polaires tels que les composés phénoliques. Ces deux solvants ont été choisis en raison de leurs polarités opposées permettant l'extraction de différents types de composés (non polaire et polaire) [4].

Notre manuscrit est réparti en trois chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique, qui comporte une description du thé, son milieu de culture, sa composition chimique.
- Le deuxième chapitre décrit l'appareillage, les réactifs utilisés, les protocoles expérimentaux adoptés pour la préparation des infusions, l'extraction par soxhlet et l'analyse par la spectrophotométrie UV-visible.
- Le troisième chapitre rassemble les résultats obtenus et leurs discussions.

Les résultats les plus importants et les aboutissements de ce travail, sont regroupés dans la conclusion générale.

Chapitre I

Étude Bibliographique

Chapitre I

Étude Bibliographique

I.1 : Les plantes médicinales

Les plantes médicinales ont été employées pendant des siècles comme remèdes des maladies humaines parce qu'elles contiennent des composants de valeurs thérapeutiques. Toute fois malgré les énormes progrès réalisés par la médecine moderne, la phytothérapie offre de multiples avantages. N'oublions pas que de temps en temps, à l'exception du siècle dernier, les hommes n'ont eu que les plantes pour se soigner qu'il s'agisse des maladies comme le rhume et la toux ou plus sérieuses tels que la tuberculose et la malaria [5]. Le thé est la boisson la plus populaire au monde, elle est consommée sous trois formes de base : thé vert, thé noir et thé Oolong. Le thé contient plus de 4.000 produits chimiques dont certains sont bioactifs. Ces dernières années il y a un intérêt croissant pour la compréhension des avantages cardiovasculaires et métaboliques des flavonoïdes poly phénoliques du thé, qui peut être utilisé comme un supplément chez les patients. Divers effets cardioprotecteurs de thé ou de polyphénols de thé ont été décrits sur les conditions pathologiques, l'hypertension, l'athérosclérose, le diabète, l'hypercholestérolémie, l'obésité, et sont attribués aux antioxydants, antithrombogènes, anti-inflammatoires, hypotension et aux propriétés des polyphénols du thé hypocholestérolémiant.

I.2: La culture du thé

Le théier croît entre le 42ème degré de latitude nord dans l'hémisphère nord et le 31ème degré latitude sud dans l'hémisphère sud. Le sol des plantations a une influence sur la qualité des feuilles. Il ne doit être ni calcaire ni argileux mais de préférence alluvionnaire ou volcanique [6]. Le sol doit également être meuble pour permettre à la racine centrale de descendre jusqu'à 6 m de profondeur et plutôt acide (entre pH 3,9 et 7,1). Il doit être en pente car le théier ne supporte pas l'eau stagnante. Le deuxième élément important est le climat qui doit être sans nuage et offrir des nuits fraîches, des vents réguliers et secs. La température doit être comprise entre 10 et 30 °C. Si celle-ci passe en dessous de -5°C, le théier meurt. Les besoins en eau sont de l'ordre de 2000 à 3000 mm par an et de préférence la nuit. Une hygrométrie de l'air située entre 70 et 90 % et un ensoleillement de 5 h par jour sont recommandés. Elle est due à un champignon et est caractérisée par l'apparition de taches

circulaires. Lorsque ces cloques éclatent des milliers de spores sont dispersés dans l'air, contaminant ainsi les plantes aux alentours.

Les types de cueillettes dépendent du nombre de feuilles ramassées avec le Flowery Orange Pekoe. Ainsi, en règle générale, les cueillettes sont :

- la cueillette impériale : Pekoe+ 1 feuille
- la cueillette fine : Pekoe+ 2 feuilles
- la cueillette classique : Pekoe+ 3 feuilles ou plus.

La dénomination peut varier suivant les régions.

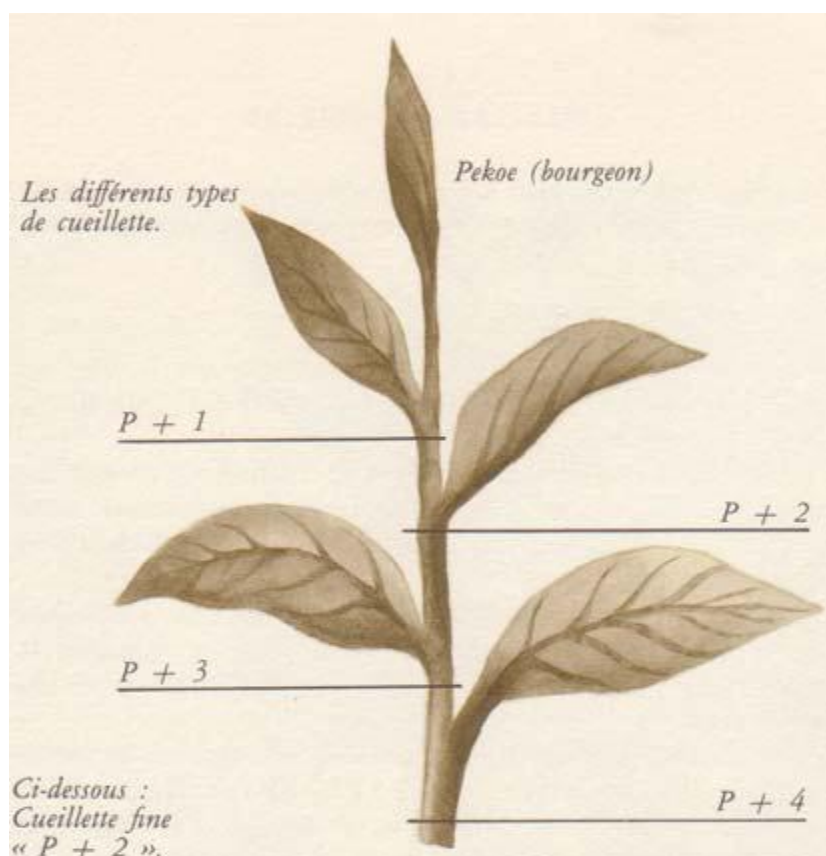


Figure I.1 : Les différentes cueillettes du thé [7].

I.3: Description

I.3.1: définition du thé vert

Le thé vert est un thé dont les feuilles, après la cueillette, seront le plus souvent flétries et chauffées à haute température, afin de neutraliser les enzymes responsables de l'oxydation. Elles seront ensuite roulées et séchées plusieurs fois afin d'obtenir une forme particulière. On peut distinguer deux méthodes principales pour obtenir du thé vert. La méthode chinoise,

d'une part, par laquelle les feuilles sont chauffées dans de grandes bassines de cuivre placées sur le feu, la méthode japonaise, d'autre part, par laquelle les feuilles seront chauffées à la vapeur, très brièvement, en moins d'une minute, avant d'être roulées et séchées[8].

Le théier est un arbuste originaire des forêts pluviales de l'Asie. Les bourgeons terminaux et les jeunes feuilles étaient déjà médicinales en Chine à l'époque des Han et le thé est devenu une boisson dès le 3^{ème} siècle. Le thé renferme des xanthines (caféine, théobromine et théophylline) dont les propriétés stimulantes, physiques et intellectuelles ont été bien démontrées. Il renferme également des polyphénols dont l'epigallocatechine abondante dans le thé vert, des acides phénols et des tannins galliques. Les jeunes feuilles du thé vert sont traitées à la vapeur d'eau pour inactiver les enzymes polyphénols oxydases qui dégradent l'epigallocatechine. Dans le thé noir, les feuilles sont fermentées pour oxyder les polyphénols et favoriser la formation des arômes. Les polyphénols lui confèrent des effets anti diarrhéiques, antiviraux et anti radicaux libres et la caféine est un stimulant du système nerveux central [9].

Le thé vert est un thé non fermenté, son processus de fabrication est donc plus court. Après le ramassage des feuilles il faut détruire l'enzyme responsable de la fermentation en jetant les feuilles dans de l'eau bouillante pendant 20 à 30 secondes. Les feuilles sont ensuite roulées puis séchées afin d'éviter toute moisissure [10].

I.3.2 : Description botanique

A l'état sauvage, le théier (*Camellia sinensis*) est un arbuste de cinq à dix mètres de haut. Mais dans la plupart des plantations, il est taillé à environ 1,20 m pour faciliter la cueillette des feuilles. Les jeunes feuilles à l'extrémité des branches donnent les meilleurs thés, alors que les quatre ou cinq feuilles suivantes servent à la production courante. Les facteurs environnementaux comme le climat, le type de sol et l'altitude contribuent à la teneur en tanins (responsable de la couleur et de la saveur) et en théine (la caféine du thé) [11].

I.3.3 : Classification de thé vert

Règne : plante

Division : magnoliophyta

Classe : magnoliopsida

Ordre :theales

Famille :Theaceae

Genre : camellia

Espèce :sinensis [12] .



Figure I.2: Le thé vert [12].

I.3 .4: Usage traditionnel et industriel du thé vert

I.3.4.1. Usage traditionnel

Le thé vert est apprécié partout dans le monde comme diurétique, tonique, anti diarrhéique. Les montagnards le prennent parfois sous forme d'infusion, fortement sucré comme relaxant, au cours d'une longue marche.

En usage externe, la poudre de thé est utilisée comme cicatrisant dans la plaie ouverte, dans les infections oculaires. Dans certains pays comme le Maroc par exemple, on consomme exclusivement le thé vert qui est la boisson nationale, par excellence : C'est une infusion sucrée de thé vert à la menthe très concentrée au Sahara, légère dans le moyen Atlas et parfumée parfois par diverses plantes [13].

I.3.4.2 : Usage industriel

L'industrie agroalimentaire est la source de débouché traditionnel du thé. Qu'il soit consommé froid, chaud, en sachet ou en vrac, elle représente la majeure partie des ventes du thé au monde. Des industriels tels que « Signal » s'intéressent aujourd'hui à la teneur en fluor du thé pour la Prévention des caries et le renforcement de l'émail des dents. En outre la consommation du thé vert pourrait, selon de récentes recherches, réduire les risques de

cancers, notamment de la peau, du poumon. Toutefois le thé s'est ouvert récemment à de nouveaux débouchés, notamment l'industrie pharmaceutique et celles des cosmétiques [1].

I.3.5 : Fabrication et consommation du thé

Depuis des millénaires, en Asie, les infusions à base de thé sont appréciées pour leurs goûts, leurs caractéristiques aromatiques et leurs propriétés médicinales. Le thé est manufacturé de la feuille et du bourgeon du *Camillia sinensis*, il existe trois catégories de thé dans le commerce : Le thé vert (20% de la production mondiale en 2005), noir (78% de la production mondiale en 2005) et le semi fermenté ou Oolong (2%). Ces trois catégories de thé se distinguent par leurs procédés de fabrication (Figure I.3), par leurs goûts et par leurs compositions chimiques [14-16].

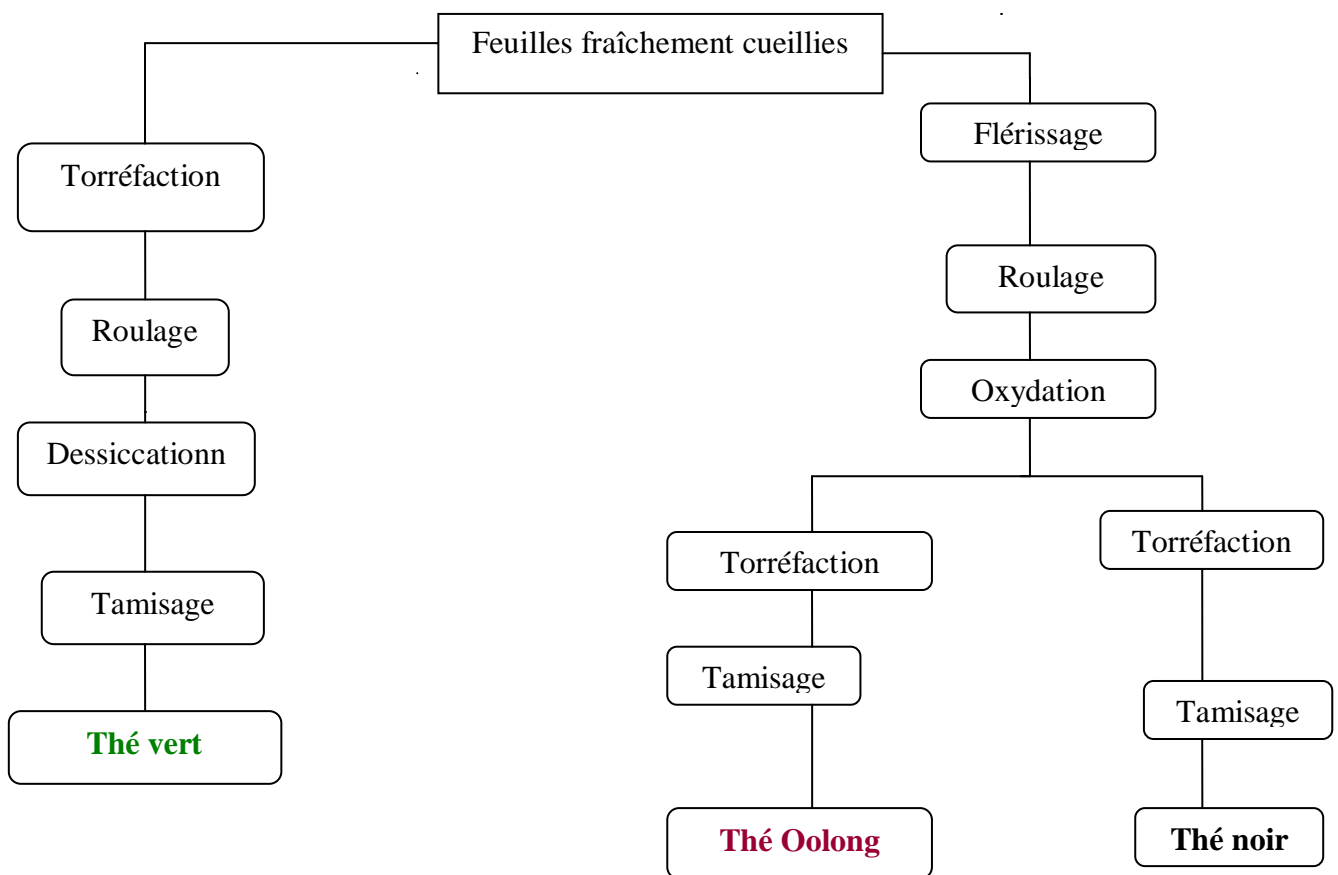


Figure I.3 : Les principales étapes du traitement des feuilles de théiers après récolte.

I.3.6 : La consommation du thé dans le monde

Dans le monde, sur une consommation de plus de 9 milliards de litres de boissons non alcoolisées par an, 36 % sont à base de thé [17]. La consommation de thé en feuilles (vert ou

noir) a une répartition géographique variable: En Asie du Nord-est et du Sud-est, elle porte surtout sur le thé vert, avec un peu de thé noir. En Asie du centre, en Europe et sur le continent américain, il s'agit surtout de thé noir [18]. Les données montrent que la consommation du thé vert est en augmentation en Amérique latine et en Europe de l'est. Au sein de chacun de ces régions, il peut y avoir des variations significatives de la consommation de feuilles de thé vert selon les pays [18]. La consommation est généralement faible en Amérique du Nord, mais importante dans les pays comme la Chine, le Japon, la Russie et le Maroc [18]. Pour les Sodas : 30 % des sodas consommés au Japon contiennent du thé vert, contre 4 % dans le reste du monde. Beaucoup de personnes consomment de grandes quantités de thé vert, plus d'un litre par jour en Chine. La consommation du thé est importante en Chine, au Japon, en Asie et dans les régions Pacifiques, mais le thé vert reste le plus consommé. D'un autre côté, les thés noirs sont les plus fréquemment consommés en Europe et aux Amériques. Dans les régions où la consommation de thé vert est forte, certaines personnes peuvent consommer plus d'un gramme de catéchines par jour. On peut noter que dans les pays où la consommation de thé est faible, il existe toutefois des poches de consommation importante [19].

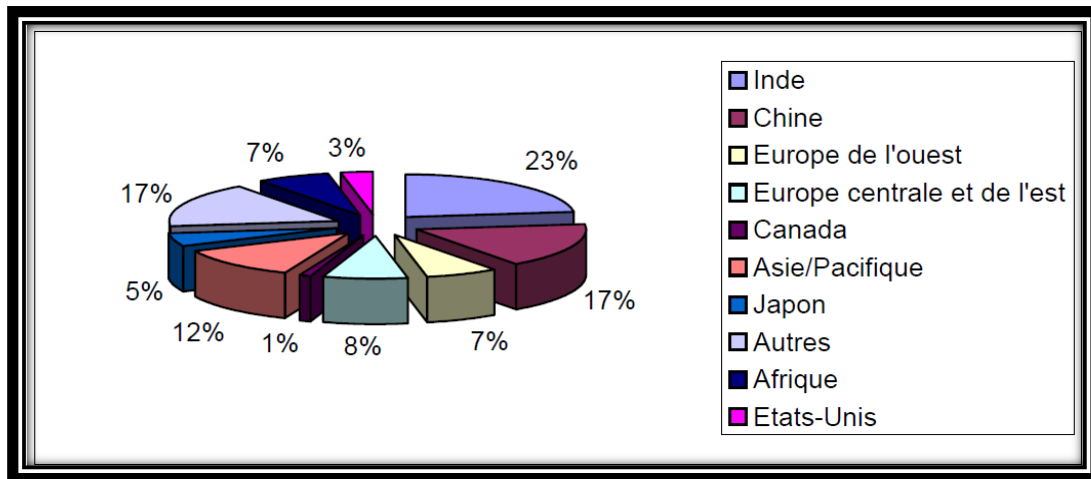


Figure I.4 : Principaux pays consommateurs (2000) [19].

I.4 : les avantages du thé

I.4.1 : le thé vert efficace contre le cancer

Que le thé vert ait des vertus anticancéreuses semble une information de plus en plus plausible. Les dernières recherches montrent que cette boisson possède des vertus tout à fait remarquables. Des études épidémiologiques antérieures avaient déjà fait attribuer au thé vert

une action cytostatique. Or, des chercheurs du Médical Collège of Ohio à Toledo (USA) viennent de découvrir le mécanisme qui est à la base de cette action. Comme ils le rapportent dans la revue «Nature » de réputation internationale, le gallate d'épigallocatechol-3 (EGCG), un catéchol présent dans de nombreuses plantes ligneuses, bloque l'enzyme urokinase. Or, cette enzyme est produite en quantités importantes par la cellule cancéreuse. Elle détruit les tissus adjacents, de sorte que les cellules cancéreuses peuvent y pénétrer et proliférer. L'inhibition de l'urokinase par l'EGCG empêche la tumeur de produire des métastases.

Le catéchol ne se trouve que dans le thé vert; dans le thé noir, cette substance est détruite par le traitement industriel. Les scientifiques sont d'avis que quelques tasses de thé vert par jour suffisent pour «réduire l'apparition du cancer ou sa progression». Le thé vert diminuerait de 45 % le nombre de cancer chez les souris soumises aux carcinogènes de la fumée du tabac [20].

I.4.2: Le thé se compare avantageusement aux légumes comme source alimentaire d'antioxydants

Des études scientifiques ont pu établir que les antioxydants contenus dans le thé sont très actifs in vitro (4 fois plus puissants que la vitamine C, un antioxydant de référence, et 200 fois plus que la vitamine E), qu'ils sont absorbés par le tube digestif et que l'activité antioxydante dans le sang augmente après ingestion. Une des recherches entreprises par Ron Prior et coll. [20], ont démontré en mesurant l'activité des antioxydants dans le thé à l'état sec, que le thé exerce une activité antioxydante supérieure à celle de 22 fruits et légumes y compris le brocoli, l'ail, les oignons, le maïs et les carottes. Les feuilles de thé se sont placées au premier rang par rapport à ces 22 légumes.

I.4.3 : Thé vert gage de santé

De nombreux bénéfices du thé vert ont été constatés sur la santé de l'organisme notamment sur la santé de la peau, du cœur, la purification et le contrôle du poids. D'autres bénéfices du thé vert sont en train d'émerger à travers des recherches scientifiques et retiennent l'attention des médias, comme dans le domaine du cancer ou des maladies cardiovasculaire. Ces bénéfices du thé vert, qu'ils soient récemment déterminés ou connus de longue date, reposent sur des fondements plus ou moins solides, ils ne sont pas encore

formellement établis mais l'attention est portée sur les associations positives sur la santé retrouvées chez les consommateurs de thé vert. Le bénéfice le plus exploité est le comportement du thé vert comme antioxydant in vitro. De nombreux nouveaux produits font référence au potentiel antioxydant du thé vert. On trouve ici moins de produits se référant aux catéchines du thé vert, à l'exception de quelques-uns, nouveaux, dérivés de thé où leur présence est mentionnée. La présence de catéchines est également mentionnée dans certains cosmétiques, comme les masques du visage et les hydratants. Au Japon, il existe même un produit lequel contenant des catéchines [21,22].

I.5 : Temps et températures d'infusion de quelques thés [23 - 26]

Voici un aperçu d'une table d'infusion des différentes catégories de thé, sachant qu'un dégustateur professionnel déterminera pour chaque variété de thé le temps et la température d'infusion.

Tableau I.1: Table d'infusion de thé selon leurs différents couleurs.

Couleur de thé	Température	Temps
Noir	90 – 95°C	3-5min
Vert	70 – 85°C	1 – 4min
Blanc	70 – 85°C	2 – 7min
Jaune	70 – 75°C	2 – 6min
Bleu-Noir ou Wulong	95°C	0,7 – 7min

I.6 : Quelques exemples de variétés des différentes couleurs et origines géographiques du thé [23, 25,26]

Aujourd'hui, on distingue près de 500 variétés de thés, provenant de diverses régions, et ayant chacune ses propres caractéristiques. En voici quelques noms, que l'on peut retrouver dans les comptoirs ou salons de thé.

Tableau II.2: Quelques variétés de thé d'origines géographiques diverses [23, 25, 27].

Couleur de thé	Pays	Noms de quelques variétés
Noir	Chine	Yunnan Keamun ou Qihong Lapsang souchong PuEr
	Taiwan	Assam
	Inde	Darjeeling Ceylan
	Sri lanka	Ratnapura
Vert	Chine	Chi Feng Long Jing Bi Luo Chu Gunpowder Gyokuro
	Japon	Sencha Bancha
Blanc	Chine	Bai Mu Dan Yin Zhen
Jaune	Chine	Jun Shan Yin Zhen Meng Ding Huang Ya
Bleu-Noir ou Wulong	Chine	Wen Shan BaoZhong Ti Guan Yin

I.7 : Composition des feuilles de thé

Les feuilles de thé fraîches contiennent en règle générale 36 % de composés polyphénoliques, 25 % de glucides, 15 % de protéines, 6,5 % de lignines, 4 % d'acides aminés, 2 % de lipides, 1,5 % d'acides organiques, 0,5 % de chlorophylles et de caroténoïdes et enfin moins de 0,1 % de substances volatiles [28], ainsi que des éléments minéraux environ 3 %. Les éléments constitutifs de la paroi cellulaire représentent environ 45 % de la matière sèche des feuilles de thé [29].

I.7.1 : La paroi cellulaire

La paroi cellulaire joue un rôle essentiel dans le contrôle des échanges entre l'eau et les feuilles. Les éléments constitutifs de la paroi cellulaire sont majoritairement des polysaccharides (celluloses, hémicelluloses, substances pectiques) ainsi que des protéines constituées d'acides aminés tels que la glycine, la lysine et la thréonine entre autres [30].

I.7.2 : Les celluloses

Les celluloses regroupent un ensemble de polysaccharides de la série des β -D-glucanes. Les maillons D-glucopyranoses sont séparés entre eux par des liaisons glycosidiques de type β (1-4), avec tous les groupements latéraux en position équatoriale. Lors des travaux réalisés en 1971 [27], 6,5 % de cellulose ont été trouvés dans les feuilles de thé noir analysées.

I.7.3 : Les hémicelluloses

Les hémicelluloses englobent tous les composés polysaccharidiques autres que la cellulose et les substances pectiques présents dans la paroi cellulaire. Les hémicelluloses sont intimement associées avec la cellulose. Les feuilles de thé contiennent 11,5 % d'hémicelluloses [29].

I.7.4 : Les substances pectiques

Les pectines, découvertes en 1825 par Braconnot, représentent la troisième catégorie de polysaccharides pariétaux [31]. Elles tiennent leur nom du grec *Pectos* qui signifie coagulé. Les pectines sont donc des polysaccharides qui ont en commun une forte teneur en acide

galacturonique et sont constituées par trois types de polysaccharides de structure différenciés entre eux par des liaisons covalentes.

I.8 : Composition chimique du thé vert

Peu de gens savent que le thé n'est pas uniquement une façon de terminer un bon repas en buvant un liquide chaud, le thé est aussi une plante qui renferme différentes substances actives utilisées en phytothérapie. Actuellement, de nombreuses recherches scientifiques montrent que le thé est une source d'antioxydants qui renforcent les défenses naturelles. La feuille du thé ne contient pas moins de 350 constituants. Généralement, à l'état frais, le thé vert renferme les constituants chimiques qui sont : **[14, 32 – 39]**

- **30% à 40% de polyphénols :**

Les propriétés pharmacologiques du thé vert sont dues principalement à la présence des polyphénols. Près de trois-quarts de ces derniers appartiennent au groupe des flavanols, couramment appelés les tanins, et largement représentés par des catéchines dont le plus important est l'épigallocatechine (EGC) et son gallate (de 48 à 55 % du contenu total en polyphénols). On rencontre quatre composés, (-) épigallocatechine-3-gallate (EGCG), (-) épigallocatechine (EGC), (-) épicatechine-3-gallate (ECG) et (-) épicatechine (EC), ainsi que quatre composés minoritaires, (+) gallocatechine-3-gallate (GCG), (+) gallocatechine (GC), (+) catéchine-3-gallate (CG) et (+) catéchine (C) Figure I.5.

Le thé est aussi une source de flavonols, principalement la quercétine, le kaempferol et lamyricétine (2-3% de la composition des polyphénols de thé) **[40]**. Ils sont présents dans les extraits de thés sous forme de flavonols glycosides. Des analyses d'extraits de thé par HPLC et CLHP-MS ont identifié la présence des flavonols liés à des groupements glycosyls (glucose, rhamnose, arabinose,...) **[41 - 43]**.

Le thé vert contient aussi une quantité significative d'acides phénoliques (acide gallique, acide coumarique,...).

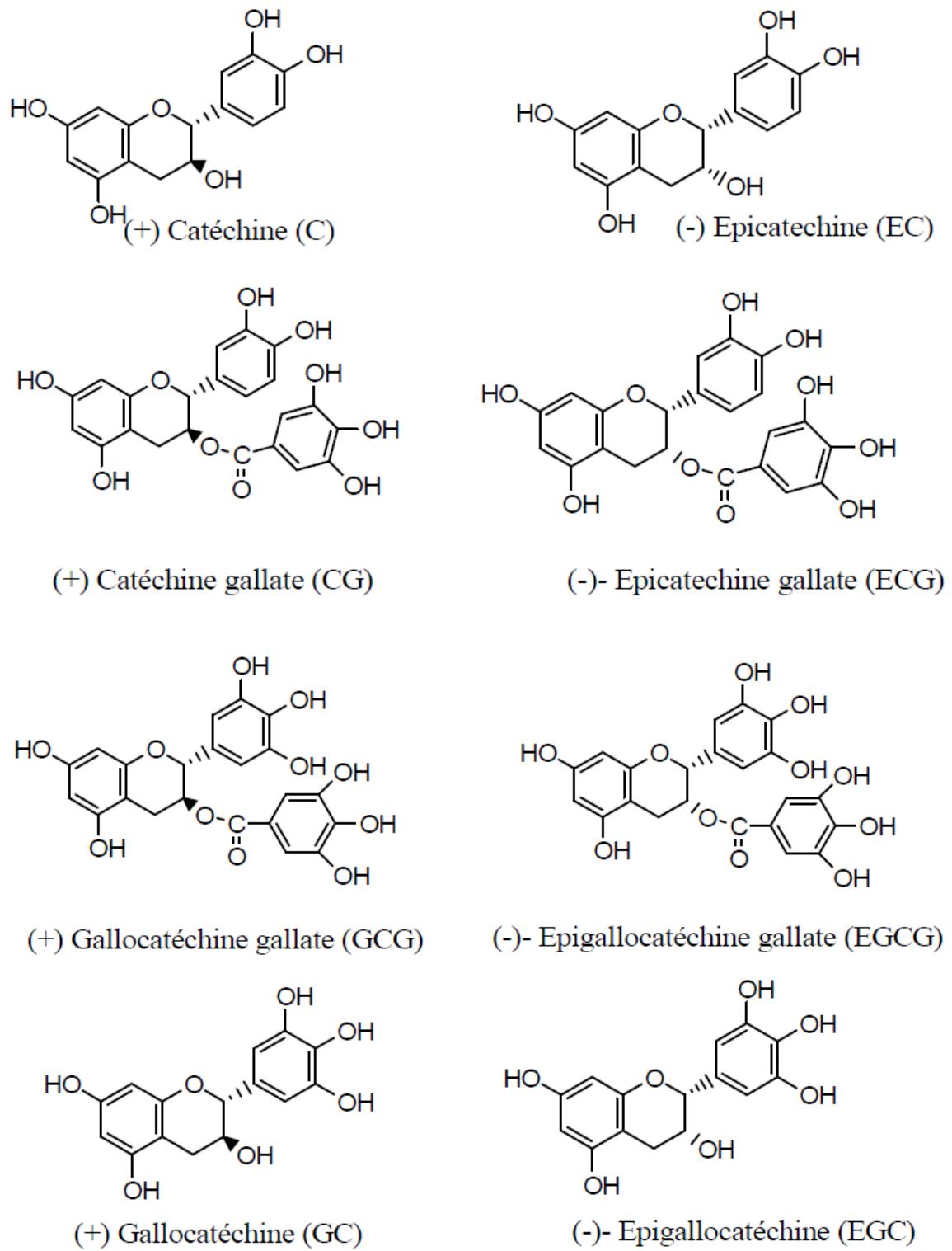


Figure I.5: Les catéchines de thé vert

- **1 à 5 % de caféine:**

La caféine ou la théine sont une seule et même substance appelée triméthylxanthine. Dans le thé, l'action stimulante de la caféine est significativement modifiée par la présence des polyphénols qui génèrent un effet prolongé et modéré.

- **Sources des vitamines :**

Le thé est riche en vitamines du groupe B telles que théanine (B1), riboflavine (B2), niacine (B3). La vitamine C se trouve aussi en quantité significative dans le thé vert. Enfin l'infusion de thé contient la vitamine P qui favorise la perméabilité capillaire et l'élasticité de la paroi des vaisseaux sanguins.

- **Autres composants:**

A l'état frais, le thé renferme 27% de matières sèches dont, en moyenne : 40% de glucides, 15 à 23 % de protéides et 2 à 3% de lipide, de faible quantité de chlorophylles et de caroténoïdes. Ces substances sont faiblement extraites lors de l'infusion ; 9% de matières minérales. 5 à 6 tasses de thé par jour permettent de couvrir une partie des besoins physiologiques quotidiens. 45 % pour le manganèse, 10 % pour le potassium et 5 % pour le magnésium. Par ailleurs, le thé est une boisson riche en fluor qui favorise la prévention des caries.

I.8.1 : Les autres composés organiques

En plus des composés de la paroi, les feuilles de thé contiennent différentes familles de composés organiques dont les principaux sont les polyphénols (environ 30 % de la matière sèche) et les alcaloïdes. La teneur en chacun de ces composés dépend de paramètres comme la variété de théier, les conditions de cultures et le procédé de manufacture.

I.8.1.1 : Les composés volatils et les anions organiques

Les feuilles de thé contiennent également des composés volatils aromatiques. L'étude de ces derniers a commencé il y a 60 ans avec l'identification du linalol, du géraniol et du (Z)-3-hexénol comme composés présents dans la fraction volatile des feuilles ou des liqueurs [45]. Depuis, de nombreuses études ont permis de porter à plus de 600 le nombre de composés volatils identifiés [46, 47]. Les feuilles de thé contiennent également des anions organiques simples comme les formiates, acétates et oxalates [48].

I.9 : Des feuilles à la liqueur de thé

I.9.1 : Préparation des liqueurs

Les liqueurs sont obtenues à partir des feuilles de *Camellia sinensis* (L.) O. Kuntze. Au cours du temps, différentes écoles de préparation du thé se sont succédé. Les principales préparations sont le thé bouilli, le thé battu et le thé infusé qui correspondent à trois dynasties chinoises [49].

L'école du thé bouilli apparaît sous la dynastie des Tang entre 618 et 907 après J.C. Elle consistait à presser le thé sous forme de brique et à le laisser bouillir dans l'eau. De nos jours, les Tibétains consomment encore leur thé de cette manière. La seconde école, dite du thé battu, date de la dynastie des Song (960-1279). Le principe est de disposer les feuilles dans l'eau à 80 °C puis de les battre pendant 3 min à l'aide d'un fouet en bambou. Cette école a donné naissance à la cérémonie du *Cha No Yu* qui est devenue depuis un véritable « art de recevoir » codifié qui se transmet de génération en génération au Japon. La dernière école du thé, le thé infusé, s'est développée sous la dynastie des Ming (1368-1644), période durant laquelle le thé est apparu en Europe. C'est pourquoi le thé infusé est utilisé par les Européens.

Il s'agit de verser l'eau chaude sur les feuilles, de laisser infuser avant de stopper l'infusion en la filtrant pour éliminer les feuilles. En d'autres termes, il s'agit d'une méthode d'extraction dans l'eau le plus souvent chaude de certains composés à partir de la feuille.

La composition des liqueurs dépend de celle des feuilles qui varie suivant leur origine (plantes, sols, grade et procédé de manufacture). Toutefois le paramètre primordial reste la préparation de la liqueur. Ainsi les habitudes varient suivant les pays en terme de masse de feuilles utilisée, de masse d'eau ajoutée et de sa température, de durée de l'infusion, de présence ou non d'agitation et enfin d'ajout de sucre, de citron ou de lait [50].

Par exemple, les sachets de thé vendus au Royaume-Uni contiennent 3,125 g de feuilles contre 2,250 g aux États-Unis et au maximum 2,0 g en Europe [17].

Les paramètres influençant la composition des liqueurs de thé furent étudiés dès le début des années 1960.

I.9.2 : Les composés organiques

I.9.2.1 : Facteurs influençant l'extraction des composés organiques

Natarajan et ses collaborateurs [51], ont montré en 1962 que plus la température ou le rapport masse d'eau sur masse de feuilles augmente, plus l'extraction des composés à partir des feuilles est importante. Concernant la température de l'eau, les mécanismes expliquant le phénomène n'ont été étudiés que plus tard [52]. L'augmentation de la température de l'eau favoriserait sa pénétration dans la feuille mais aussi la dissociation des complexes à faible mobilité ou encore défavoriserait l'adsorption sur la feuille. Concernant l'extraction des composés, Spiro et ses collaborateurs [53] se sont intéressés plus spécifiquement à la cinétique d'extraction de la caféine, la théaflavine, la théobromine ainsi que les théarubigines à 80 °C dans l'eau déminéralisée. Ces auteurs ont établi que les théarubigines sont extraites plus rapidement que la caféine qui est infusée elle-même plus rapidement que la théaflavine dans le cas des feuilles brisées. Par la suite, ils ont montré que la caféine infuse plus rapidement que la théobromine et la théaflavine dans le cas des feuilles broyées ou brisées [54]. Il semblerait donc que, dans ces cas, la vitesse d'extraction des composés organiques étudiés suive l'ordre : TR > CAF > TF. Cette séquence d'extraction est différente du rendement d'extraction à l'équilibre. En effet, le rendement d'extraction de la caféine est plus important que celui des théarubigines lui-même supérieur à celui des théaflavines [53, 17]. En fonction du type de traitement subi par les feuilles utilisées, il est possible d'extraire 90 % de la caféine rapidement, 2 min pour les feuilles broyées [17] ou 7 min pour les feuilles brisées [53], alors qu'une durée d'infusion de 30 min est nécessaire pour atteindre la même valeur dans le cas des théarubigines. Seulement, 60 % des théaflavines sont extraites au bout de 30 min.

I.9.2.2 : Complexion des molécules organiques

Les polyphénols peuvent former des complexes avec les ions métalliques moyennant l'échange d'un ou deux protons. Ils peuvent aussi interagir avec d'autres molécules présentes

dans le milieu comme les protéines ou d'autres polyphénols au travers de liaisons hydrogène ou d'interactions coulombiennes (ion phénate) ou hydrophobes [44].

Ces propriétés jouent un rôle important dans le cas des liqueurs de thé avec formation de :

- la crème de thé, « **teacream** » : la liqueur de thé se trouble lors du refroidissement de la liqueur.
- l'écume de thé, « **scum** » : un dépôt huileux se forme à la surface de la liqueur. L'apparition de la crème et de l'écume est plus importante dans les liqueurs de thé noir.

De nombreux auteurs se sont intéressés à l'apparition de la crème de thé et à sa composition, en effet, ce phénomène est peu apprécié des consommateurs et constitue également un frein au développement des boissons froides.

I.9.3 : Les composés minéraux dans les liqueurs de thé vert

La composition minérale des liqueurs de thé est à l'image des feuilles, très diverse tant au niveau des éléments détectés jusqu'à quarante que de leur concentration, huit ordres de grandeur séparant l'élément le plus concentré de celui le moins concentré [55,56, 57].

Les éléments peuvent être classés en trois groupes suivant leur rendement d'extraction :

- ✓ extraction forte (> 55 %) : sodium, potassium et nickel.
- ✓ extraction moyenne (20 à 55 %) : magnésium, aluminium, manganèse et zinc.
- ✓ extraction faible (< 20 %) : calcium, fer et cuivre.

De plus, il semblerait que les cations ont tendance à diffuser de la feuille vers la liqueur moins rapidement que les anions. Ce comportement serait dû à des liaisons entre les cations et les composés phénoliques qui gêneraient leur extraction [48].

I.10 : Les méthodes d'extraction et d'analyse

I.10.1 : Méthodes d'extraction

L'extraction est une technique de séparation en génie chimique. Cette technique utilise un moyen d'extraction pour séparer sélectivement un ou plusieurs composés d'un mélange sur la base de propriétés chimiques ou physiques.

Un procédé de séparation est une technique ou une méthode permettant de transformer un mélange de substances en deux ou plusieurs composants distincts. Les buts de ce type de procédé peuvent être divers [58,59] :

- Purification: des impuretés doivent être extraits du composé d'intérêt
- Concentration: élimination d'une partie du solvant
- Fractionnement: séparation d'un mélange complexe en plusieurs mélanges différents. Le principe d'un procédé de séparation est d'utiliser une différence de propriétés entre le composé d'intérêt et le reste du mélange. Plus la différence de propriété sera grande, plus la séparation sera aisée. Ainsi le choix du procédé de séparation commence par une bonne connaissance de la composition du mélange et des propriétés des différents composants.

A : Extraction par solvants organique « Soxhlet »

La technique d'extraction « classique » par solvant, consiste à placer dans un extracteur un solvant volatil et la matière végétale à traiter. Grâce à des lavages successifs, le solvant va se charger en molécules aromatiques, avant d'être envoyé au concentrateur pour y être distillé à pression atmosphérique [65].

Les rendements sont généralement plus importants par rapport à la distillation et cette technique évite l'action hydrolysant de l'eau ou de la vapeur d'eau [61]. Le solvant choisi, en plus d'être autorisé devra posséder une forte solubilité de l'huile [62], certaine stabilité face à la chaleur, la lumière ou l'oxygène, sa température d'ébullition sera de préférence basse afin de faciliter son élimination, et il ne devra pas réagir chimiquement avec l'extrait [61, 63]. Parmi les solvants les plus utilisés sont des hydrocarbures aliphatiques (pentane, hexane) [64, 65] ou des hydrocarbures aromatiques (benzène).

De nombreux solvants ont ainsi été étudiés pour l'extraction d'huiles végétales, y compris des bio-solvants. En dehors des alcanes, des cyclo-alcanes et des hydrocarbures aromatiques [66], les principaux solvants préconisés sont :

- Les halogéno-alcanes, comme le dichloro- méthane, sont très efficaces, moins inflammables, mais qui posent le problème de la compatibilité alimentaire et des rejets dans l'atmosphère.
- Les éthers, mais qui imposent des contraintes très importantes en raison de leur inflammabilité et des risques d'explosion.
- Les cétones, et en particulier l'acétone, mais dont l'affinité pour l'eau et l'odeur ont pénalisé dans la filière alimentaire.

- Les alcools, et en particulier l'éthanol, et l'isopropanol, qui sont des solvants compatibles avec l'alimentaire, mais dont l'affinité pour l'eau impose des contraintes fortes de séchage des graines, et limite la solubilité de l'huile [64].

B : Extraction solide-liquide

Il s'agit d'extraire une substance présente dans un solide pour la faire passer dans un solvant. Les cas les plus simples correspondent à la décoction, l'infusion et la macération [60].

➤ **Décoction**

La décoction est une méthode d'extraction des principes actifs d'une préparation généralement végétale par dissolution dans un solvant approprié (généralement l'eau), ce qui suppose que ces substances ne soient pas thermolabiles. Elle s'applique généralement aux parties les plus dures des plantes : racines, graines, écorce, bois.

La décoction est utilisée en herboristerie, en teinture, en brasserie et en cuisine. Le terme désigne également les préparations obtenues par cette méthode, généralement des tisanes. La décoction consiste à chauffer l'élément avec de l'eau, jusqu'à ce que cette dernière soit bouillante, pour en extraire les principes actifs.

Plusieurs plantes, feuilles, fleurs, racines etc..., trouvées en herboristerie pour leurs vertus thérapeutiques s'utilisent, entre autres, sous forme de décoctions.

Pour réaliser une décoction, on prépare les parties de plantes recherchées, coupées et fractionnées si nécessaire, et on les place dans un récipient rempli d'eau.

Le tout est porté à ébullition et maintenu à température pendant un temps variable, généralement entre deux et quinze minutes. À la fin, on laisse tiédir et on filtre le liquide à l'aide d'une passoire avant de l'utiliser. La décoction ne doit pas être confondue avec l'infusion ni avec la macération.

La décoction permet une extraction des principes actifs plus complète que l'infusion mais ne s'applique pas partout, la température modifiant ou dégradant certains principes. La décoction dure en moyenne quelques minutes [2].

➤ **Macération**

La macération consiste à laisser tremper une plante sèche dans un solvant approprié pendant plusieurs heures, jours, voire semaines. L'intérêt de la macération est généralement la conservation des principes actifs durant le procédé [2].

➤ **Infusion**

L'infusion est une méthode d'extraction des principes actifs ou des arômes d'un végétal par dissolution dans un liquide initialement bouillant que l'on laisse refroidir. Le terme désigne aussi les boissons préparées par cette méthode, comme les tisanes, le thé par exemple. Le solvant n'est pas nécessairement de l'eau, cela peut être également une huile ou un alcool [2].

I.10.2 : Techniques analytiques

A: Les méthodes chromatographiques

La chromatographie en général est une méthode d'analyse qui permet de séparer les constituants d'un mélange en utilisant les différences entre les constantes d'équilibre de ces corps lors de leur partage entre phase mobile (liquide ou gazeuse) qui les entraîne et une phase stationnaire qui exerce sur eux un effet retardateur. Sous l'influence de ces deux effets antagonistes, les constituants du mélange se déplacent à des vitesses différentes et sont ainsi séparés [2].

B: Chromatographie en phase liquide à haute performance HPLC

La chromatographie en phase liquide à haute performance (l'abréviation anglaise HPLC - High Performance Liquid Chromatography est plus fréquemment utilisé) est une technique de séparation analytique basée sur l'hydrophobicité des molécules d'un composé ou d'un mélange de composés. L'échantillon à analyser est poussé par un éluant liquide (appelée aussi phase mobile) dans une colonne remplie d'une phase stationnaire composée de grains solides très fins. Le débit d'éluant est assuré par une pompe à haute pression. Dans la colonne, les divers composés de l'échantillon sont séparés l'un de l'autre en raison de leurs diverses affinités à l'égard des deux phases – stationnaire et mobile. A la sortie de la colonne, ils sont détectés à l'aide d'un détecteur (pouvant être UV, IR etc.)[3].

C : Chromatographie en phase gazeuse

Comme l'HPLC, la chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une technique permettant de séparer les composés d'un mélange. Elle s'applique principalement aux composés gazeux ou susceptibles d'être vaporisés par chauffage sans décomposition. La différence principale par rapport à l'HPLC vient du fait que dans la CPG la phase mobile est gazeuse. Le mélange à analyser est vaporisé à l'entrée de la colonne. La phase stationnaire dans la colonne peut être solide ou liquide. Le mélange est transporté à travers celle-ci à l'aide d'un gaz porteur (ou gaz vecteur). Les différentes molécules du mélange se séparent et sortent de la colonne les unes après les autres après un certain laps de temps dépendant de l'affinité de la phase stationnaire avec ces molécules. A la sortie de la colonne, les composés rencontrent un élément essentiel le détecteur. Il évalue en continu la quantité de chacun des constituants séparés au sein du gaz porteur grâce à la mesure de différentes propriétés physiques du mélange gazeux et envoie un signal électronique vers un enregistreur [3].

D : Analyse par spectrophotométrie UV-visible

➤ Principe :

La spectrophotométrie est une méthode quantitative et qualitative, sensible, et permet d'analyser les échantillons à faible concentration. Les spectres sont caractéristiques aux molécules, et procurent des informations sur le squelette moléculaire et les différentes substitutions [68].

I.10.3 : les avantages de l'UV-visible [69]

Les avantages sont nombreux

- Un large domaine d'application : (chimie minérale, organique, biochimie, ...) ; 90% des analyses médicales reposent sur la spectrométrie UV-visible.
- Une grande sensibilité : les limites de détection atteignent couramment 10^{-4} jusqu'à 10^{-6} M.
- Une sélectivité largement adaptable : dispense une séparation chimique des composants.
- Une grande précision : Les erreurs ne dépassent pas 5%.
- La simplicité et la rapidité d'utilisation.
- on peut éliminer l'influence des ions gênants par le choix de réactif, oxydoréduction, fixation du pH, formation des complexes, utilisation de solvants organiques.

- Elle peut doser des substances en mélange, en utilisant la loi d'additivité des absorbances.
- Elle permet souvent, d'une façon spécifique, de suivre la concentration des corps au cours des réactions en fonction du temps si on le désire.

I.10.4 : les principaux types de spectrophotomètre [70]

Les spectrophotomètres sont classés en plusieurs types :

➤ **Spectrophotomètre à optique monofaisceau :**

Dans ce type d'appareil un seul faisceau de rayonnement frappe le récepteur. Il comporte un monochromateur qui permet de l'envoyer vers l'échantillon grâce à un miroir semi réfléchissant, une partie de l'intensité est envoyée vers un premier capteur, une partie égale vers l'échantillon.

➤ **Spectrophotomètre optique monofaisceau multicanal:**

Ce type d'appareil ne comporte pas de monochromateur. La lumière polychromatique de la source est envoyée sur la cuve qui en transmet une partie vers un réseau qui disperse cette lumière. L'intérêt d'un tel dispositif est que la mesure de l'intensité transmise se fait instantanément sur l'ensemble du spectre de longueur D'onde [71].

➤ **Spectrophotomètre optique à double faisceau :**

Le spectrophotomètre à double faisceau est destiné au tracé des spectres d'absorption UV-visible. A partir du rayonnement émis par la source, on obtient un faisceau monochromatique de longueur d'onde variable, au moyen d'un monochromateur prisme ou réseau. puis ce faisceau est envoyé vers un récepteur qui l'envoie alternativement vers la cuve de référence puis vers la cuve contenant l'échantillon.

Un système de miroir permet d'envoyer ces deux faisceaux vers le même capteur qui reçoit donc alternativement le faisceau d'intensité I_0 de référence et le faisceau d'intensité I_1 transmis par l'échantillon.

I.10.5 : Domaines d'applications

➤ **Application quantitative [70]**

L'analyse quantitative par la spectrométrie UV-visible est utilisée (beaucoup plus que l'analyse qualitative) car l'absorption est plus ou moins importante selon le nombre de groupements d'atomes placés sur le trajet de la lumière, elle permet de doser avec une grande précision des éléments en solution (déterminer quantitativement la concentration d'espèces absorbant dans ce domaine spectral [71]).

➤ **Application qualitative [72]**

La particularité de certains groupements chimique d'absorber à une longueur d'onde donnée, peut faire de cette méthode, une méthode d'analyse qualitative (accéder qualitativement à des renseignements quant à la nature des liaisons présentes au sein de l'échantillon,(la longueur d'onde exacte d'absorption serait parfaitement caractéristique de la molécule).

Chapitre II

matériaux et Méthodes

Chapitre II

Matériels et Méthodes

Ce chapitre présente l'ensemble des réactifs, du matériel et des méthodes analytiques utilisés au cours de ce travail.

II.1 : Appareillage et logiciels utilisés

- ✓ L'appareillage utilisé pour le tracé des spectres d'absorption des liqueurs de thé est le spectrophotomètre UV2101 PC à double faisceaux couplé avec un micro-ordinateur ont été utilisés des cuves en quartz de 1cm d'épaisseur (trajet optique).
- ✓ Soxhlet pour d'extraction par des solvants organiques.
- ✓ Le logiciel utilisé est UVPC 30 pour la trace des spectres d'absorption.
- ✓ Excel 2007 pour les calculs et le traitement des résultats.
- ✓ Les mesures du pH sont effectuées à l'aide d'un pH-mètre de type « Inolab pH level 1 ».
- ✓ Les mesures de conductivité électrochimique à l'aide d'un Conductivité EC 215.
- ✓ Une balance électronique d'une précision de l'ordre de 10^{-3} g.

II.2 : Matériels et produits

II.2.1 : Matériels

- ✓ Becher de 100ml, 200ml.
- ✓ Burette.
- ✓ Chauffage (contrôlée à l'aide d'une sonde de température analogique checktemp (Hanna).
- ✓ Des boîtes à pétri.
- ✓ Entonnoir.
- ✓ Fioles de 25ml, 50ml, 1000ml.
- ✓ Spatule.
- ✓ papier absorbant.
- ✓ papier filtre (Wattman n°2).
- ✓ Papier aluminium.
- ✓ Para film.

- ✓ Pipette.
- ✓ Pissette.
- ✓ Thermomètre.

II.2.2 : Matière végétale (Thé)

Nous avons utilisé un thé vert (*ChunmeeTea*) importé de chine et commercialisé en Algérie sous forme de feuilles déjà traité. Onle trouve sur le marché dans des boites portant le nom d'Inza Figure II.1.



Figure II.1 : Thé Inza : a) Emballage, b) Feuilles avant infusion.

II.2.3 : Eaux

Les différentes eaux utilisées Tableau 2.1 sont l'eau distillée du laboratoire, l'eau minérale naturelle Djurdjura ainsi que trois eaux obtenues par ajout de différents sels decalcium à l'eau Djurdjura. Ces dernières sont préparées à l'aide d'une balance de précision et de fioles jaugées de 1 L. Elles seront appelées par la suite « eaux synthétiques ».

Tableau II.1 : Eaux utilisée

Nature de l'eau	Nom	Nature du sel ajouté	Masse de sel ajoutée (g/100 ml) d'eau	Abréviation
Eau distillée				ED
Eau minérale naturelle	Djurdjura			ES
Eaux synthétiques	Djurdjura avec CaCl_2	$\text{CaCl}_2, 2\text{H}_2\text{O}$	0,4432	ES+ CaCl_2 B ⁽¹⁾
	Djurdjura avec CaCl_2	$\text{CaCl}_2, 2\text{H}_2\text{O}$	0,7388	ES+ CaCl_2 H ⁽¹⁾
	Djurdjura avec $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$	$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2, 4\text{H}_2\text{O}$	1,1987	ES+ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$

(1) : B pour Basse concentration et H pour Haute concentration en CaCl_2

II.2.4 : Réactifs utilisés

L'ensemble des réactifs utilisés lors des expériences est rassemblé dans le Tableau (II.2).

Tableau II.2 : Réactifs utilisés

Réactif	Masse molaire (g/mole)	Pureté (%)	Formule chimique
calcium nitrat-4hydrate	147,02	99,5	$\text{CaCl}_2, 2\text{H}_2\text{O}$
chlorure de calcium dihydrate	236,15	98,5	$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2, 4\text{H}_2\text{O}$
Ethanol	46,07	99,9	$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$
Hexane	86,18	99,998	$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$

II.3 : Préparation des solutions

➤ **Solution standard de (Ca Cl₂, 2H₂O) : C=5.10⁻³M**

Une quantité de 0,7388g de sel de Chlorure de calcium dihydrate (CaCl₂, 2H₂O) est dissoute dans une fiole jaugée de 1000ml puis on ajuste au trait de repère avec de l'eau minéral (ES).

➤ **Solution standard de (Ca(NO₃)₂, 4H₂O) : C=5.10⁻³M**

Une quantité de 1,1987g de sel de nitrate calcium 4-hydrate (Ca(NO₃)₂, 4H₂O) est dissoute dans une fiole jaugée de 1000ml puis on ajuste au trait de repère avec de l'eau minéral (ES).

➤ **Solution standard de (Ca Cl₂, 2H₂O) : C=3.10⁻³M**

Une quantité de 0,4432g de sel de Chlorure de calcium dihydrate(CaCl₂, 2H₂O) est dissoute dans une fiole jaugée de 1000ml puis on ajuste au trait de repère avec de l'eau minéral (ES).

II.4 : Préparation des échantillons

✓ **Préparation des liqueurs de thé par infusion**

Une masse d'eau (100 g) et une masse de feuilles (0,05 g) sont pesées à l'aide d'une balance précise à 1 mg près. L'eau est chauffée jusqu'à la température voulue (T °C) contrôlée à l'aide d'une sonde de température analogique Digital thermoregulator VTF. L'eau chauffée est ensuite versée sur les feuilles et laissée en contact pendant le temps voulu (t min), temps contrôlé à l'aide d'un chronomètre précis à 1 s près. La liqueur de thé est filtrée à l'aide d'un papier filtre de type wattmans numéro 2 afin de retirer les feuilles. Une fois à température ambiante (20 à 25 °C), l'échantillon est analysé par le spectrophotomètre. On utilise deux cuves en quartz de 1 cm d'épaisseur (trajet optique), l'une est remplie de la liqueur de thé (l'échantillon à analyser) et l'autre est remplie de l'eau utilisée pour préparer cette liqueur (la référence ou le blanc). Les spectres d'absorption UV visible sont tracés dans l'intervalle [200

nm – 400 nm] avec un pas de 0,2 nm. Le rapport entre la masse des feuilles et la masse de l'eau (0,05 %) est choisi par rapport aux spectres d'absorption UV Correspondants.

II.5 : les paramètres étudiés par l'infusion du thé

II.5.1 : Effet du temps sur l'infusion du thé dans l'eau distillée et l'eau Djurdjura

Pour chaque température ($T = 70^{\circ}\text{C}$; 80°C ; 85°C ; 90°C ; 95°C ; 99°C), On fait varier la durée d'infusion ($t = 1\text{min}$; 3min ; 5min ; 10min ; 15min ; 20min) et on trace les spectres d'absorption UV Correspondants.

II.5.2 : Effet de la température sur l'infusion du thé dans l'eau distillée et l'eau Djurdjura

Pour chaque durée d'infusion ($t = 1\text{min}$; 3min ; 5min ; 10min ; 15min ; 20min), On fait varier la température ($T = 70^{\circ}\text{C}$; 80°C ; 85°C ; 90°C ; 95°C ; 99°C) et on trace les spectres d'absorption UV Correspondants.

II.5.3 : Mesures du pH et de la conductivité électrochimique de la liqueur de thé et de l'eau utilisée

➤ Préparation des liqueurs de thé

Des masses d'eau (100 g) et des masses de feuilles (0,025g, 0,075g, 0,1g, 0,15g) g sont pesées à l'aide d'une balance précise à 1 mg près. L'eau est chauffée jusqu'à la température 95°C contrôlée à l'aide d'une sonde de température analogique Digital thermoregulator VTF. L'eau chauffée est ensuite versée sur les feuilles et laissée en contact pendant le temps 10min, temps contrôlé à l'aide d'un chronomètre précis à 1 s près. La liqueur de thé est filtrée à l'aide d'un papier filtre de type wattman n°2 afin de retirer les feuilles. On laisse l'échantillon refroidir après on mesure la conductivité électrochimique et le pH.

II.5.4 : Effet de la qualité de l'eau utilisée sur l'infusion du thé

Pour une température $T = 95^{\circ}\text{C}$ et une durée d'infusion $t = 10\text{min}$, On fait varier l'eau utilisée Tableau II.1 et on trace les spectres d'absorption UV correspondants.

II.6 : Extraction

L'extraction est une technique de séparation en génie chimique. Cette technique utilise un moyen d'extraction pour séparer sélectivement un ou plusieurs composés d'un mélange sur la base de propriétés chimiques ou physiques.

II.6.1 : Extraction par solvants organique (Soxhlet)

Le schéma d'un montage Soxhlet est représenté sur la figure II. 2 est composé d'un corps en verre, dans lequel est placée une cartouche en papier filtre épais (une matièrepénétrable pour le solvant), d'un tube siphon et d'un tube de distillation. Dans le montage l'extracteur est placé sur un ballon contenant le solvant d'extraction. Le ballon est chauffé afin de pouvoir faire bouillir son contenu. La cartouche contenant le solide à extraire

est insérée dans l'extracteur, au-dessus duquel est placé un réfrigérant servant à liquéfier les vapeurs du Solvant.

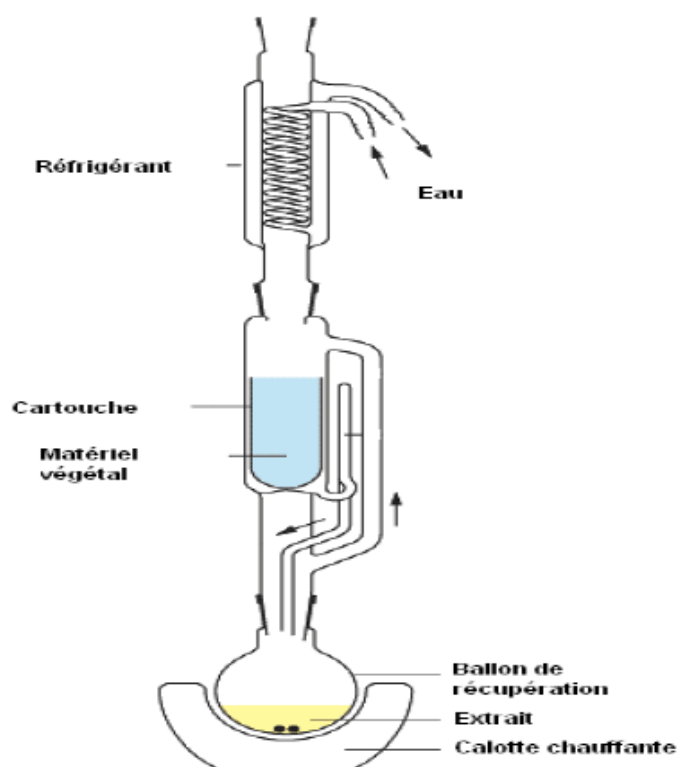


Figure II.2 : Schéma de l'extracteur Soxhelt

Protocole :

- ✓ On pèse une quantité de 0,5g de l'échantillon « thé vert » à l'aide d'une balance analytique.
- ✓ On l'introduit dans la cartouche.
- ✓ on prend un volume de 50ml de solvant organique « l'éthanol ou hexane ».
- ✓ on le verse dans un ballon et on le laisse pendant une durée $T=10h$ et on chauffe à une température de $80^{\circ}C$.
- ✓ Après l'extraction on récupère le solvant et on le verse dans une fiole de 50ml.
- ✓ on ajuste par ajout du solvant organique jusqu'au trait de jauge.
- ✓ l'échantillon est analysé par le spectrophotomètre « UV2101 PC » à double faisceaux. On utilise deux cuves en quartz de 1 cm d'épaisseur (trajet optique), l'une est remplie de l'extrait de thé (l'échantillon à analyser) et l'autre est remplie de solvant utilisée pour préparer l'extrait (la référence ou le blanc). Les spectres d'absorption UV visible sont tracés dans l'intervalle avec un pas de 0.2 nm [200 nm – 400 nm].

Chapitre III

*Résultats
Expérimentaux et discussion*

Chapitre III

Résultats Expérimentaux et discussion

Dans ce chapitre, nous avons rassemblé l'ensemble des résultats que nous avons obtenus : lors de l'extraction des composés organiques par l'eau, des phénomènes physico-chimiques sont à la base d'échanges de matière entre le solide (thé) et le solvant d'extraction (eau), d'où l'influence de multiples facteurs sur la cinétique d'extraction.

Les conditions opératoires ont été étudiées afin d'optimiser les paramètres intervenant lors de l'extraction des substances naturelles par l'eau de source.

III .1 : Infusion du thé vert dans l'eau Djurdjura

III.1.1 : Effet de la durée d'infusion

III.1.1.1 : infusion à 70°c

❖ Spectres d'absorption UV des liqueurs de thé à différentes durées d'infusion.

Dans la figure III .1 sont représentés les spectres d'absorption des liqueurs de thé. On remarque deux bandes d'absorption importantes à 226,4 nm et 272,4nm. Les absorbances augmentent avec le temps d'infusion. Cette augmentation est due à l'accroissement de la concentration des composés infusés dans liqueurs de thé.

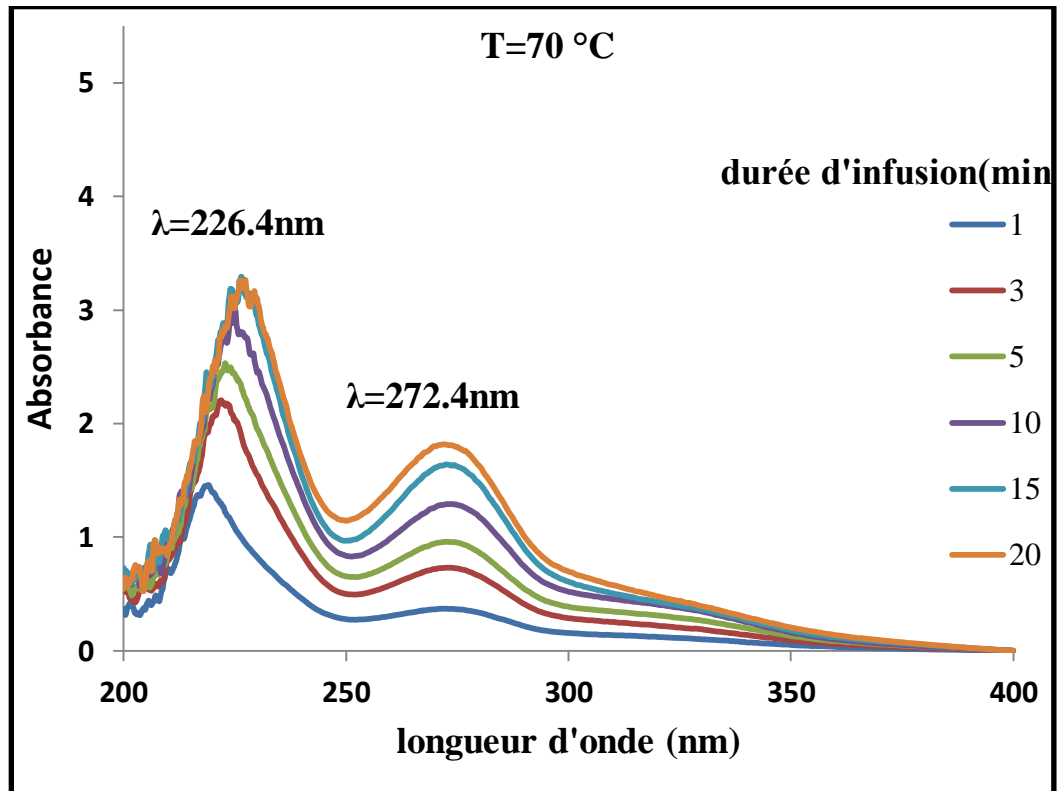


Figure III .1: Spectres d'absorption des liqueurs de thé obtenus par l'infusion à $T=70^{\circ}\text{C}$ et à différentes durées d'infusion ($t=1\text{min}$, 3min , 5min , 10min , 15min , 20min).

❖ **Cinétique d'extraction:**

Les absorbances maximales en fonction du temps sont représentées sur la figure III.2

Nous remarquons que les absorbance augmentent en fonction du temps et que la vitesse initiale est importante à partir de 15 min, un ralentissement est observé.

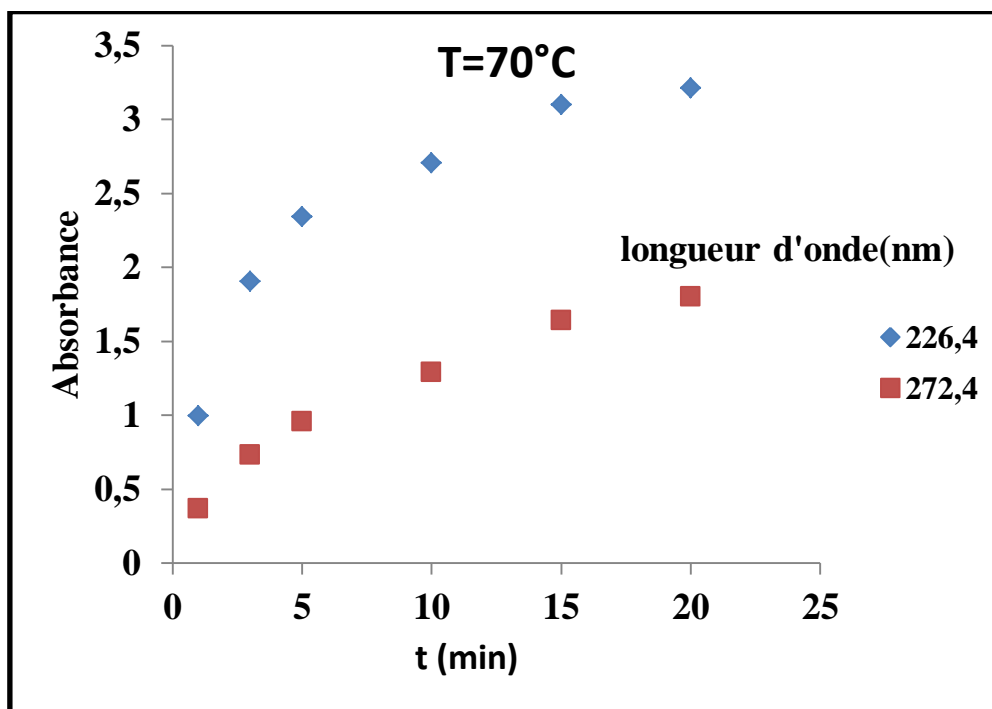


Figure III .2 : Absorbances maximales en fonction de temps.

Pour mieux expliquer la cinétique de l'infusion, nous avons calculé la variation de l'absorbance par unité de temps dans les intervalles de temps : 0 à 1 min ; 1 à 3 min ; 3 à 5 min ; 5 à 10 min ; 10 à 15 min et 15 à 20 min. Cette grandeur est proportionnelle au nombre de molécules extraites par unité de temps, elle reflète la vitesse moyenne d'extraction dans chacun de ces intervalles. Les valeurs de cette grandeur sont représentées dans le tableau III.1

Calcul de la variation de l'absorbance par rapport aux temps :

$$\Delta A / \Delta T$$

Exemple I :

$$\Delta t = 3 - 1 = 2 \text{ min}$$

$$\Delta A = 1.905 - 0.998 / 2 = 0.453$$

Tableau III.1 : Les variations des absorbances maximales par unité de temps.

t (min)	Δ t (min)	ΔA/Δ t (λ=226.4nm) B(II)	ΔA/Δ t (λ=272.4nm) B(I)
0			
1	1	0,998	0,370
3	2	0,453	0,181
5	2	0,218	0,114
10	5	0,073	0,066
15	5	0,078	0,061
20	5	0,022	0,032

D'après les valeurs du tableau III.1 la vitesse moyenne d'extraction des molécules absorbantes à la bande (II) diminue de moitié de (1min à 3min) et de (3min à 5min), puis devient presque constante et faible dans l'intervalle de temps [5 min – 20 min]. Selon la bande (I), la vitesse d'infusion diminue considérablement pendant les 10 premières minutes puis devient constante et faible (1/7 de la vitesse moyenne à la première minute d'extraction) dans l'intervalle de temps [10min – 15min].

En conclusion, nous déduisons que la vitesse d'infusion est importante au contact du thé avec l'eau chaude, mais cette vitesse diminue au cours du temps. Ceci peut être expliqué par la diminution du gradient de concentration des composés organiques entre les feuilles de thé et l'eau. La cinétique relative à la bande(I) peut être expliquée par le fait que les composés qui absorbent à cette longueur d'onde sont les flavonoïdes [1]. Par contre la cinétique relative à la bande d'absorption (II) est différente de celles des bandes(I) et l'extraction des composés qui absorbent à cette longueur d'onde est très rapide, ces composés sont les polyphénols [1].

Pour mieux comparer les cinétiques pour les deux bandes d'absorption, nous avons aussi calculé une autre grandeur qui permet de comparer chaque deux bande, en constatant l'évolution en fonction du temps, de la valeur du rapport des absorbances maximales des deux bandes concernées. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau III.2.

Exemple:

$$B(I) = (A=0.998)$$

$$B(II) = (A=0.370)$$

$$RA = B(II)/B(I)$$

AN:

$$RA = 0.998/0.37 = 2,697$$

Tableau III.2 : Résultats des rapports d'absorbances entre les bandes d'absorption B(I), B(II) à différentes durées.

	1 min	3 min	5 min	10 min	15 min	20min
B(II) ($\lambda = 226,4$ nm)	0,998	1,905	2,341	2,708	3,1	3,211
B(I) ($\lambda = 272,4$ nm)	0,370	0,731	0,959	1,290	1,640	1,800
RA=B(II)/B(I)	2,697	2,606	2,441	2,099	1,890	1,783

Les résultats du tableau III.2 confirment les conclusions précédentes, à savoir : Les deux bandes (I) et(II), tandis que les valeurs des rapports B(II)/B(I), commence a diminué entre 1 min et 20 min qui signifient que la cinétique relative de la bande (I) est plus importante à la bande(I) ceci est due au fait que les composés qui absorbent à la bande (II) sont extraits dès la première minute.

Nous avons procédé de même manière et même discussion pour différentes températures

III.1.1.2 : infusion à T=80°C

❖ Spectres d'absorption UV des liqueurs de thé à différentes durées d'infusion

Dans la figure III. 3 sont représentés les spectres d'absorption des liqueurs de thé. On remarque deux bandes d'absorption importantes à 226,4 nm et 272,4nm. Les absorbances

augmentent avec le temps d'infusion. Cette augmentation est due à l'accroissement de la concentration des composés infusés dans liqueurs de thé.

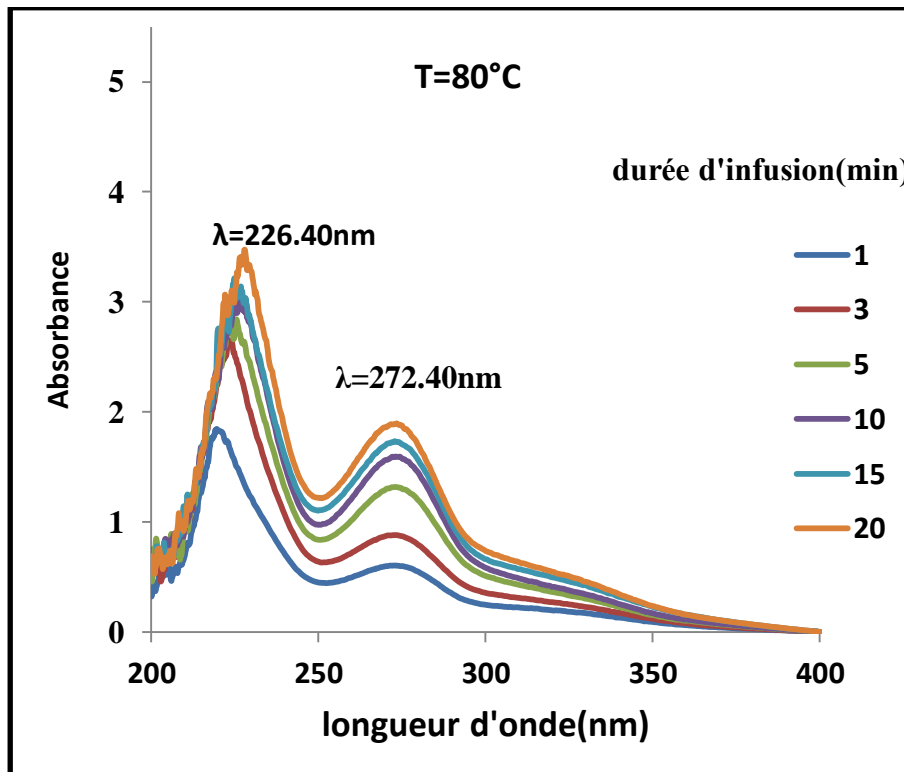
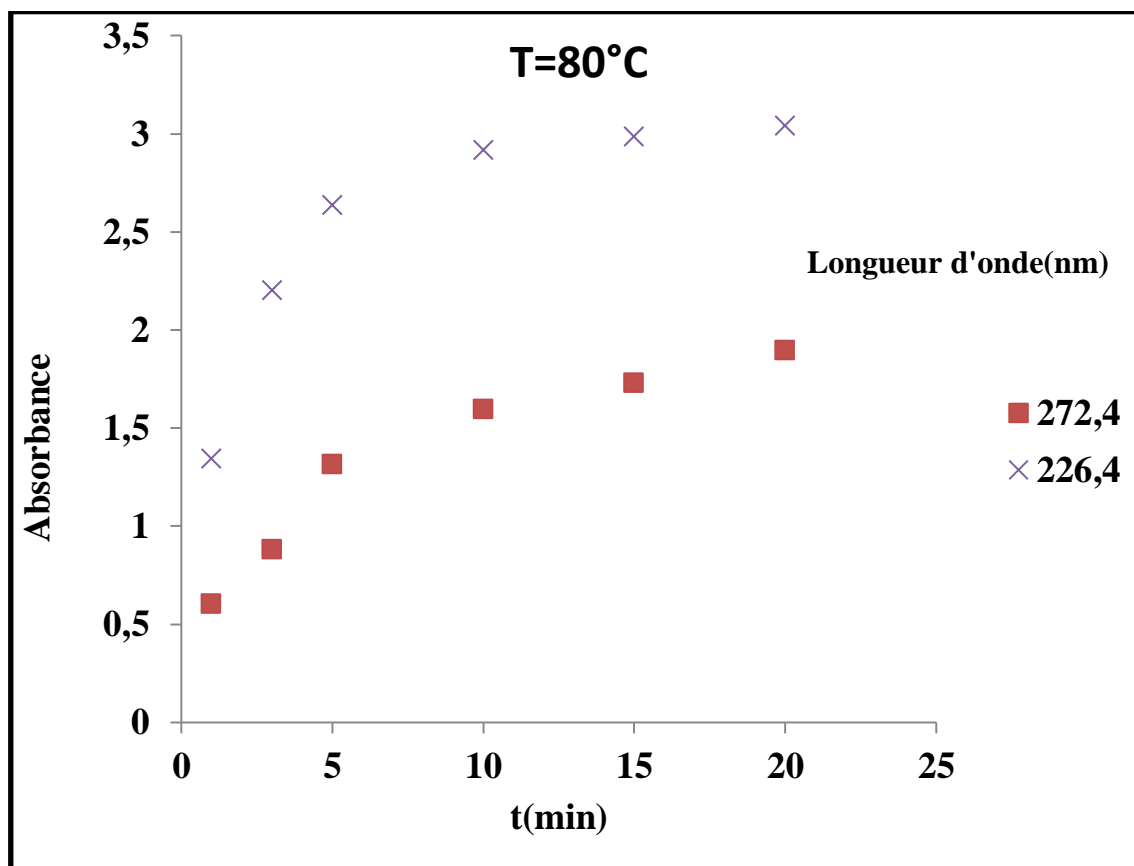


Figure III .3: Spectres d'absorption des liqueurs de thé obtenus par l'infusion à $T=80^{\circ}\text{C}$ et à différentes durées d'infusion ($t=1\text{min}$, 3min , 5min , 10min , 15min , 20min).

❖ Cinétique d'extraction:

Les absorbances maximales en fonction du temps sont représentées sur la figure III.

Nous remarquons que les absorbance augmentent en fonction du temps et que la vitesse initiale est importante à partir de 15 min, un ralentissement est observé.



. **Figure III .4** : Absorbances maximales en fonction de temps.

Pour mieux expliquer la cinétique de l'infusion, nous avons calculé la variation de l'absorbance par unité de temps dans les intervalles de temps : 0 à 1 min ; 1 à 3 min ; 3 à 5 min ; 5 à 10 min ; 10 à 15 min et 15 à 20 min. Cette grandeur est proportionnelle au nombre de molécules extraites par unité de temps, elle reflète la vitesse moyenne d'extraction dans chacun de ces intervalles. Les valeurs de cette grandeur sont représentées dans le tableau III.3

Tableau III.3 : Les variations des absorbances maximales par unité de temps.

t (min)	Δt (min)	$\Delta A/\Delta t$ ($\lambda=226,4\text{nm}$) B(II)	$\Delta A/\Delta t$ ($\lambda=272,4\text{ nm}$) B(I)
0			
1	1	0,604	1,446
3	2	0,137	0,457
5	2	0,122	0,177
10	5	0,028	0,063
15	5	0,027	0,008
20	5	0,031	0,004

D'après les valeurs du tableau III.3 la vitesse moyenne d'extraction des molécules absorbantes à la bande(I) diminue considérablement pendant les cinq premières minutes, et devient faible dans l'intervalle de temps [10 min – 15 min]. Selon la bande (II), la vitesse d'infusion diminue considérablement pendant les 10 premières minutes puis devient constante et faible (1/7 de la vitesse moyenne à la première minute d'extraction) dans l'intervalle de temps [10min – 15min].

Pour mieux comparer les cinétiques pour les deux bandes d'absorption, nous avons aussi calculé une autre grandeur qui permet de comparer chaque deux bande, en constatant l'évolution en fonction du temps, de la valeur du rapport des absorbances maximales des deux bandes concernées. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau III.4.

Tableau III.4: Résultats des rapports d'absorbances entre les bandes d'absorption B(I), B(II) à différentes durées.

	1 min	3 min	5 min	10 min	15 min	20min
B(I) $\lambda = 272,4 \text{ nm}$	0,604	0,879	1,124	1,591	1,734	1,89
B(II) $\lambda = 226,4 \text{ nm}$	1,447	2,362	2,716	3,033	3,076	3,100
RA=B(II)/B(I)	2,395	2,687	2,416	1,906	1,774	1,640

III.1.1.3 : infusion à T=85°C

❖ Spectres d'absorption UV des liqueurs de Thé à différentes durées d'infusion.

Dans la figure III .5 sont représentés les spectres d'absorption des liqueurs de thé. On remarque deux bandes d'absorption importantes à 226,4 nm et 272,4nm. Les absorbances augmentent avec le temps d'infusion. Cette augmentation est due à l'accroissement de la concentration des composés infusés dans liqueurs de thé.

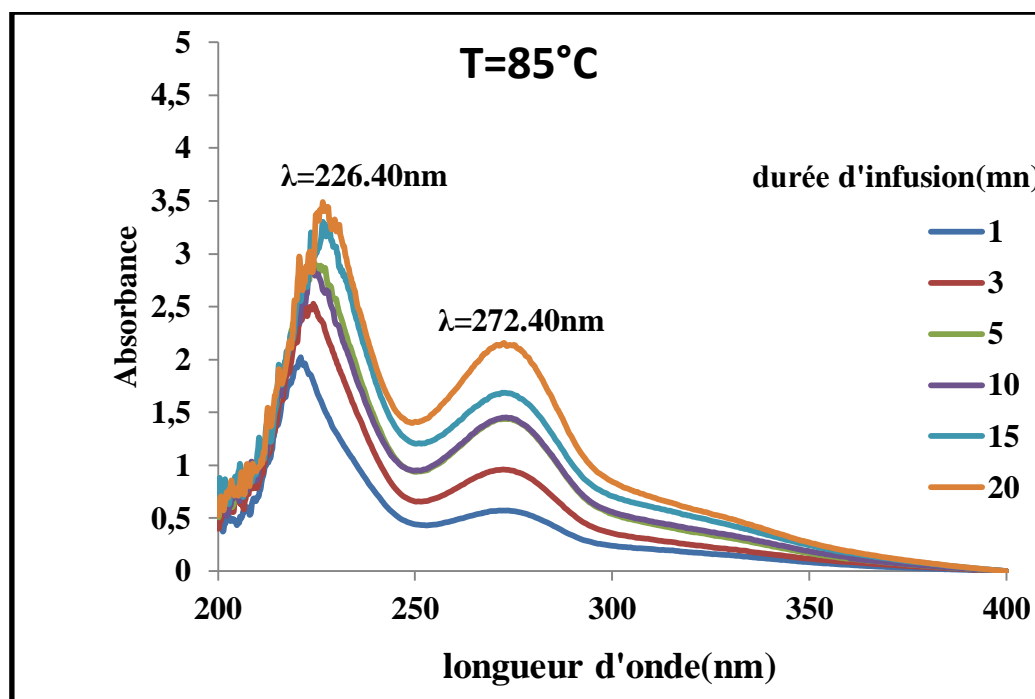


Figure III .5 : Spectres d'absorption des liqueurs de thé obtenus par l'infusion à $T=85^{\circ}\text{C}$ et à différentes durées d'infusions ($t=1\text{min}$, 3min , 5min , 10min , 15min , 20min).

❖ **Cinétique d'extraction:**

Les absorbances maximales en fonction du temps sont représentées sur la figure III.

Nous remarquons que les absorbance augmentent en fonction du temps en fonction du temps et que la vitesse initiale est importante à partir de 15 min, un ralentissement est observé.

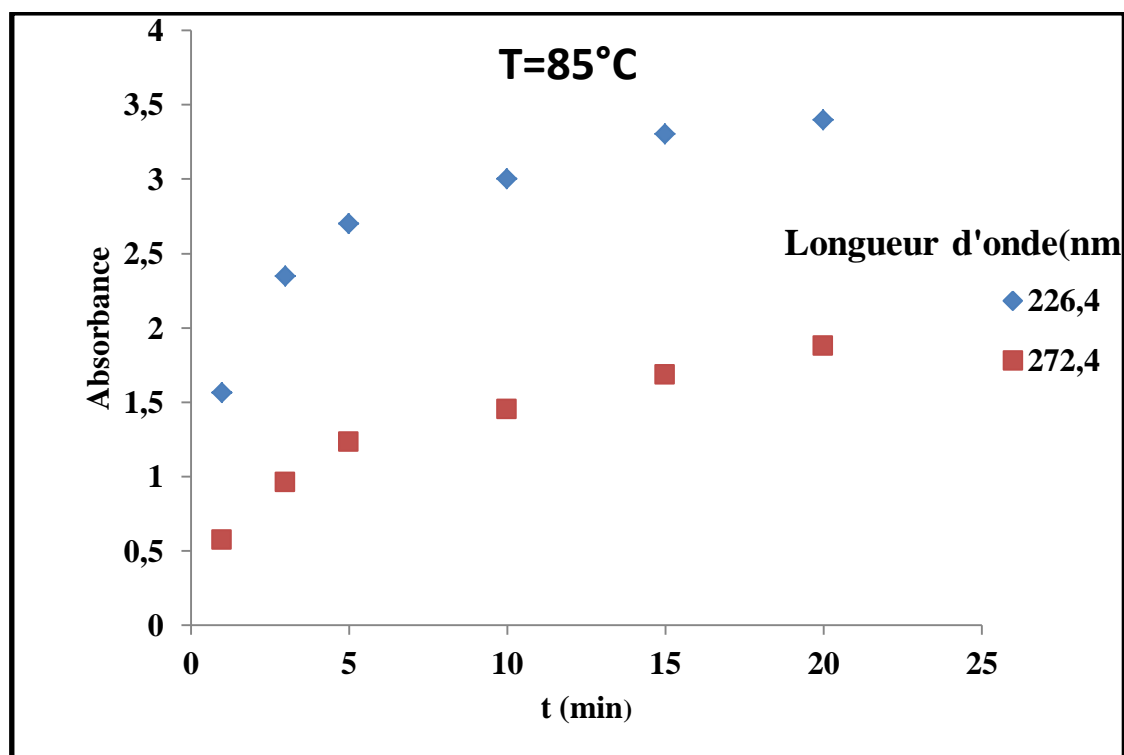


Figure III.6: Absorbances maximales en fonction de temps.

Pour mieux expliquer la cinétique de l'infusion, nous avons calculé la variation de l'absorbance par unité de temps dans les intervalles de temps : 0 à 1 min ; 1 à 3 min ; 3 à 5 min ; 5 à 10 min ; 10 à 15 min et 15 à 20 min. Cette grandeur est proportionnelle au nombre de molécules extraites par unité de temps, elle reflète la vitesse moyenne d'extraction dans chacun de ces intervalles. Les valeurs de cette grandeur sont représentées dans le tableau III.5

Tableau III.5: Les variations des absorbances maximales par unité de temps.

t (min)	Δt (min)	$\Delta A/\Delta t$ ($\lambda=226.4\text{nm}$) B(II)	$\Delta A/\Delta t$ ($\lambda=272.4\text{ nm}$) B(I)
0			
1	1	1,565	0,572
3	2	0,391	0,194
5	2	0,176	0,134
10	5	0,060	0,044
15	5	0,0601	0,042
20	5	0,019	0,039

Pour mieux comparer les cinétiques pour les deux bandes d'absorption, nous avons aussi calculé une autre grandeur qui permet de comparer chaque deux bande, en constatant l'évolution en fonction du temps, de la valeur du rapport des absorbances maximales des deux bandes concernées. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau III.6.

Tableau III.6 : Résultats des rapports d'absorbances entre les bandes d'absorption B(I), B(II) à différentes durées.

	1 min	3 min	5 min	10 min	15 min	20min
B(II) $\lambda =226.4\text{ nm}$	1 ,565	2,348	2,700	3,000	3,303	3,400
B(I) $\lambda =272.4\text{ nm}$	0,572	0,961	1,230	1,450	1,684	1,880
RA=B(II)/B(I)	2,736	2,443	2,195	2,069	1,961	1,808

III.1.1.4 : infusion à T= 90°C

❖ Spectres d'absorption UV des liqueurs de thé à différentes durées d'infusion.

Dans la figure III .7 sont représentés les spectres d'absorption des liqueurs de thé. On remarque deux bandes d'absorption importantes à 226,4 nm et 272,4nm. Les absorbances augmentent avec le temps d'infusion. Cette augmentation est due à l'accroissement de la concentration des composés infusés dans liqueurs de thé.

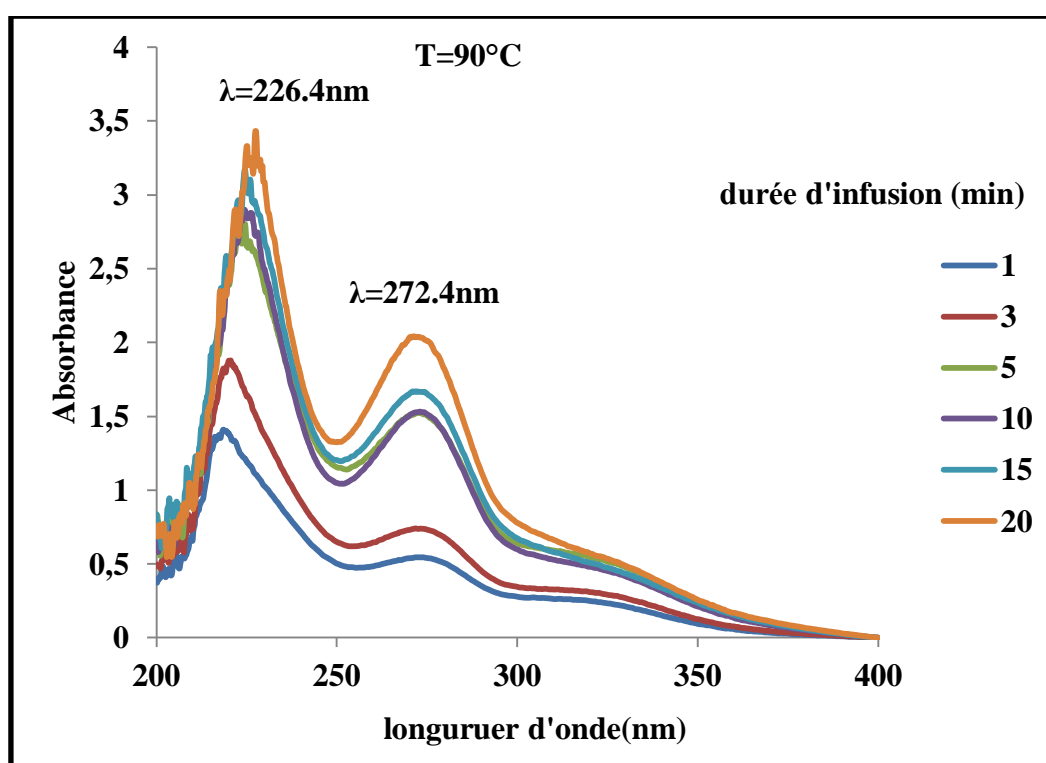


Figure III.7 : Spectres d'absorption des liqueurs du thé obtenus par l'infusion à T=90°C et à différentes durées d'infusions (t=1min, 3min, 5min, 10min, 15min, 20min).

❖ Cinétique d'extraction:

Les absorbances maximales en fonction du temps sont représentées sur la figure III.8

Nous remarquons que les absorbance augmentent en fonction du temps et que la vitesse initiale est importante à partir de 15 min, un ralentissement est observé et à partir de

15 min un palier est observé ce qui signifie que la concentration en composés infusé reste la même à 15min est donc un temps de contact optimale.

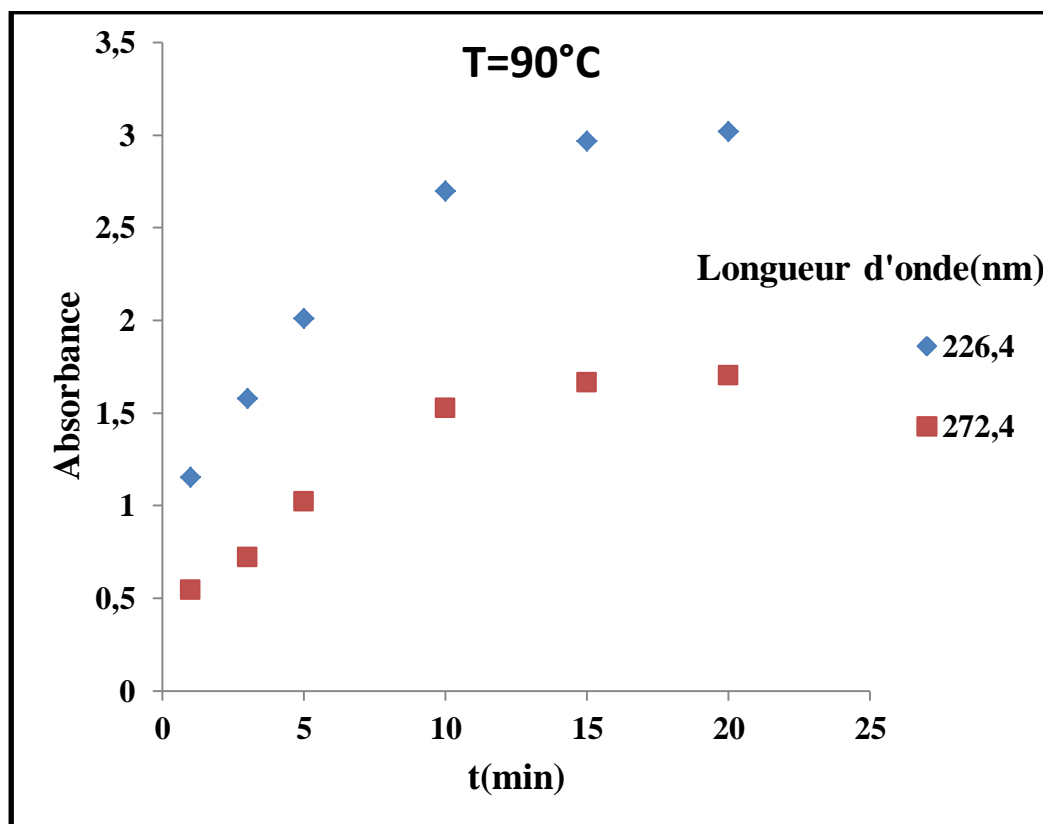


Figure III .8 : Absorbances maximales en fonction de temps.

Pour mieux expliquer la cinétique de l'infusion, nous avons calculé la variation de l'absorbance par unité de temps dans les intervalles de temps : 0 à 1 min ; 1 à 3 min ; 3 à 5 min ; 5 à 10 min ; 10 à 15 min et 15 à 20 min. Cette grandeur est proportionnelle au nombre de molécules extraites par unité de temps, elle reflète la vitesse moyenne d'extraction dans chacun de ces intervalles. Les valeurs de cette grandeur sont représentées dans le tableau III.7

Tableau III.7 : Les variations des absorbances maximales par unité de temps.

	Δt (min)	$\Delta A/\Delta t$ ($\lambda=226.4\text{nm}$) B(II)	$\Delta A/\Delta t$ ($\lambda=272.4\text{ nm}$) B(I)
0			
1	1	1,153	0,544
3	2	0,212	0,040
5	2	0,212	0,199
10	5	0,137	0,101
15	5	0,053	0,027
20	5	0,010	0,00

Pour mieux comparer les cinétiques pour les deux bandes d'absorption, nous avons aussi calculé une autre grandeur qui permet de comparer chaque deux bande, en constatant l'évolution en fonction du temps, de la valeur du rapport des absorbances maximales des deux bandes concernées. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau III.8.

Tableau III.8 : Résultats des rapports d'absorbances entre les bandes d'absorption B(I), B(II) à différentes durées.

	1 min	3 min	5 min	10 min	15 min	20min
B(II) $\lambda =226.4\text{ nm}$	1,153	1,579	2,011	2,700	2,969	3,021
B(I) $\lambda =272.4\text{ nm}$	0,544	0,625	1,023	1,528	1,666	1,702
RA=B(II)/B(I)	2,784	2,526	1,965	1,767	1,782	1,775

III .1.1.5 : infusion à= 95 °C

❖ Spectres d'absorption UV des liqueurs de thé à différentes durées d'infusion.

Dans la figure III .9 sont représentés les spectres d'absorption des liqueurs de thé. On remarque deux bandes d'absorption importantes à 226,4 nm et 272,4nm. Les absorbances augmentent avec le temps d'infusion. Cette augmentation est due à l'accroissement de la concentration des composés infusés dans liqueurs de thé.

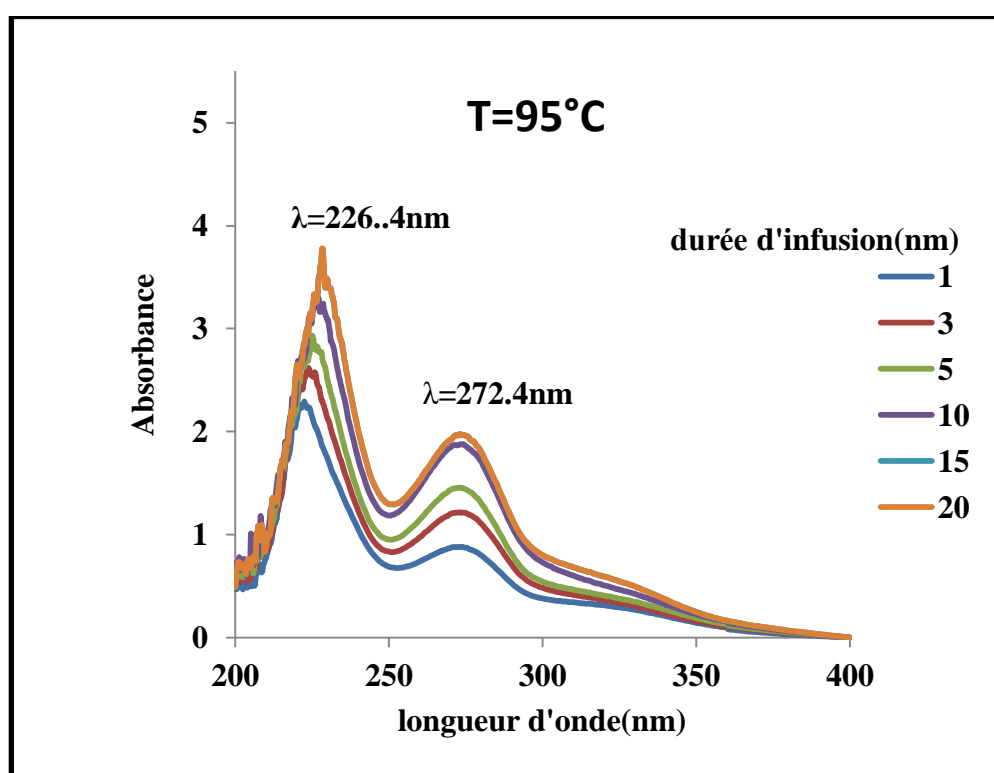


Figure III.9 : Spectres d'absorption des liqueurs du thé obtenus par l'infusion à $T=95^{\circ}\text{C}$ et à différentes durées d'infusions ($t=1\text{min}$, 3min , 5min , 10min , 15min , 20min).

❖ Cinétique d'extraction:

Les absorbances maximales en fonction du temps sont représentées sur la figure III.10

Nous remarquons que les absorbance augmentent en fonction du temps et que la vitesse initiale est importante à partir de 15 min, un ralentissement est observé et à partir de

15 min un palier est observé ce qui signifie que la concentration en composés infusé reste la même à 15min est donc un temps de contact optimale.

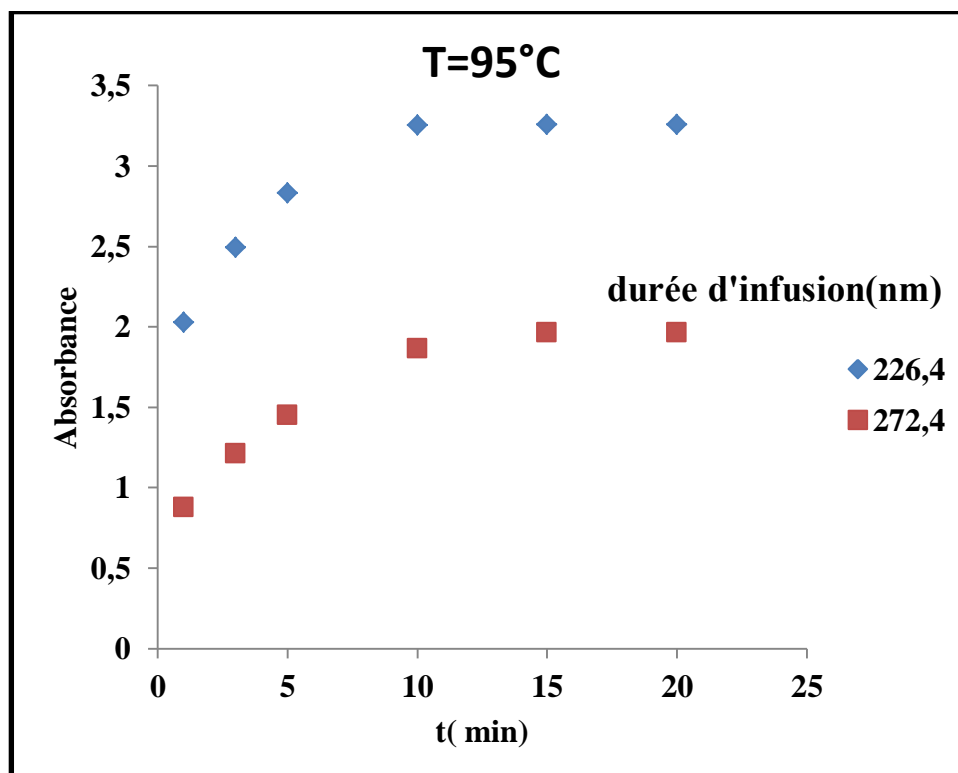


Figure III.10 : Absorbances maximales en fonction de temps.

Pour mieux expliquer la cinétique de l'infusion, nous avons calculé la variation de l'absorbance par unité de temps dans les intervalles de temps : 0 à 1 min ; 1 à 3 min ; 3 à 5 min ; 5 à 10 min ; 10 à 15 min et 15 à 20 min. Cette grandeur est proportionnelle au nombre de molécules extraites par unité de temps, elle reflète la vitesse moyenne d'extraction dans chacun de ces intervalles. Les valeurs de cette grandeur sont représentées dans le tableau III.9

Tableau III.9: Les variations des absorbances maximales par unité de temps.

t (min)	Δt (min)	$\Delta A/\Delta t$ ($\lambda=226.4\text{nm}$) B(II)	$\Delta A/\Delta t$ ($\lambda=272.4\text{ nm}$) B(I)
0			
1	1	2,027	0,8787
3	2	0,234	0,16745
5	2	0,167	0,11965
10	5	0,084	0,08272
15	5	0,000	0,019
20	5	0	0

Pour mieux comparer les cinétiques pour les deux bandes d'absorption, nous avons aussi calculé une autre grandeur qui permet de comparer chaque deux bande, en constatant l'évolution en fonction du temps, de la valeur du rapport des absorbances maximales des deux bandes concernées. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau III.10.

Tableau III.10: Résultats des rapports d'absorbances entre les bandes d'absorption B(I), B(II) à différentes durées.

	1 min	3 min	5 min	10 min	15 min	20min
B(II) $\lambda =226.4\text{ nm}$	2,027	2,496	2,831	3,254	3,2584	3,258
B(I) $\lambda =272.4\text{ nm}$	0,878	1,213	1,452	1,866	1,964	1,964
RA=B(II)/B(I)	2,307	2,056	1,948	1,743	1,659	1,659

III.1.1.6 : infusion à T=100 °C

❖ Spectres d'absorption UV des liqueurs de thé à différentes durées d'infusion.

Dans la figure III .11 sont représentés les spectres d'absorption des liqueurs de thé. On remarque deux bandes d'absorption importantes à 226,4 nm et 272,4nm. Les absorbances augmentent avec le temps d'infusion. Cette augmentation est due à l'accroissement de la concentration des composés infusés dans liqueurs de thé.

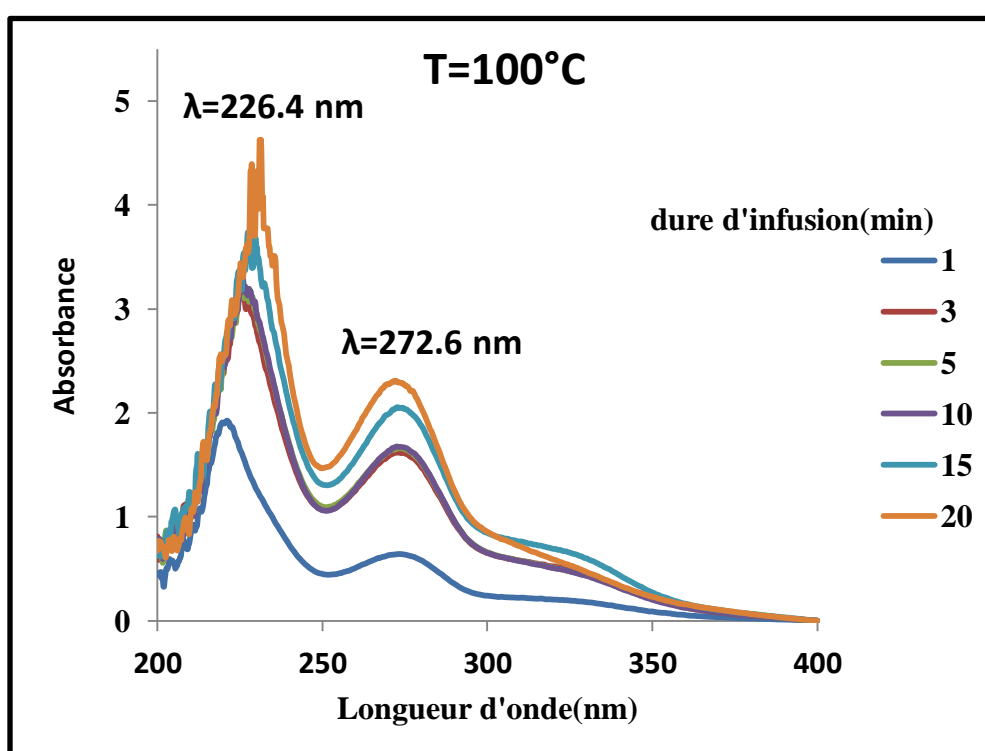


Figure III.11 : Spectres d'absorption des liqueurs de thé obtenus par l'infusion à T=100°C et à différentes durées d'infusion (t=1min, 3min, 5min, 10min, 15min ,20min).

❖ Cinétique d'extraction:

Les absorbances maximales en fonction du temps sont représentées sur la figure III.12

Nous remarquons que les absorbance augmentent en fonction du temps et que la vitesse initiale est importante à partir de 15 min, un ralentissement est observé.

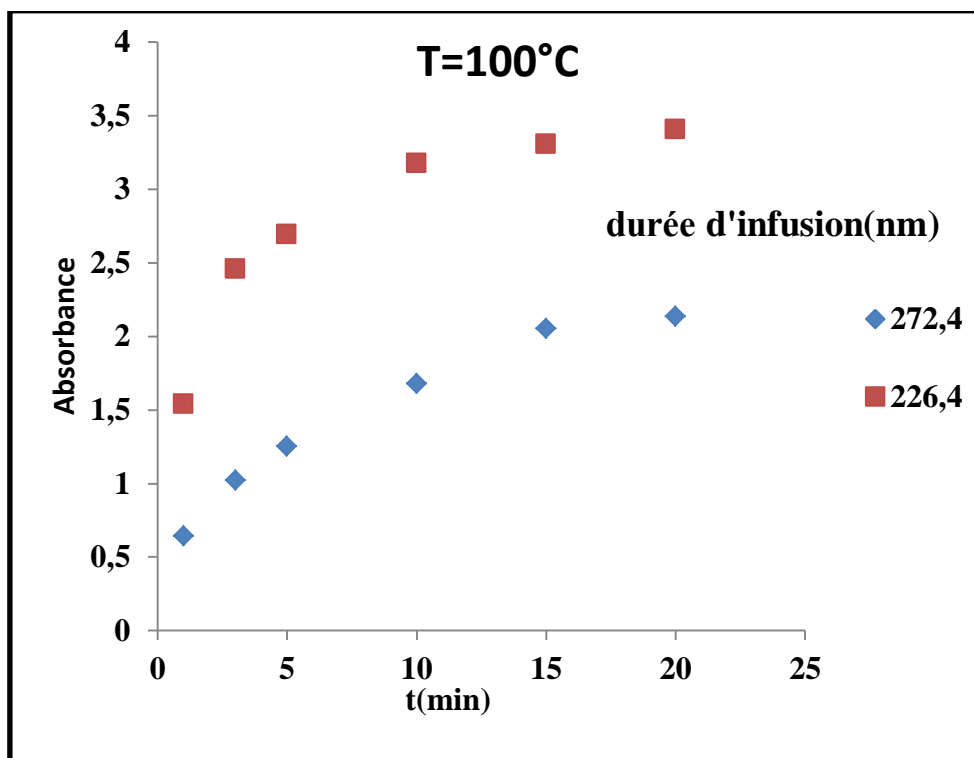


Figure III .12 : Absorbances maximales en fonction de temps

Pour mieux expliquer la cinétique de l'infusion, nous avons calculé la variation de l'absorbance par unité de temps dans les intervalles de temps : 0 à 1 min ; 1 à 3 min ; 3 à 5 min ; 5 à 10 min ; 10 à 15 min et 15 à 20 min. Cette grandeur est proportionnelle au nombre de molécules extraites par unité de temps, elle reflète la vitesse moyenne d'extraction dans chacun de ces intervalles. Les valeurs de cette grandeur sont représentées dans le tableau III.11.

Tableau III.11 : Les variations des absorbances maximales par unité de temps.

t (min)	Δ t (min)	ΔA/Δt (min⁻¹) (λ=226.4nm) B(II)	ΔA/Δt (min⁻¹) (λ=272.4 nm) B(I)
0			
1	1	1.538	0.640
3	2	0,458	0,190
5	2	0,116	0,114
10	5	0,046	0,085
15	5	0,025	0,075
20	5	0,019	0,016

Pour mieux comparer les cinétiques pour les deux bandes d'absorption, nous avons aussi calculé une autre grandeur qui permet de comparer chaque deux bande, en constatant l'évolution en fonction du temps, de la valeur du rapport des absorbances maximales des deux bandes concernées. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau III.12.

Tableau III.12: Résultats des rapports d'absorbances entre les bandes d'absorption B(I), B(II) à différentes durées.

	1 min	3 min	5 min	10 min	15 min	20min
B(II) λ =226.4 nm	1 ,538	2,456	2,689	3,175	3,305	3,402
B(I) λ =272.4 nm	0,6401	1,021	1,250	1,677	2,053	2,133
RA=B(II)/B(I)	2,403	2,405	2,151	1,893	1,610	1,595

III.1.2 : Effet de la Température d'infusion

III.1.2.1 : infusion à t=1 min

Dans la figure III.13 sont représentés les spectres d'absorption des liqueurs de thé à différentes températures d'infusion ($T=70^{\circ}\text{C}$, 80°C , 85°C , 90°C , 95°C , 100°C). On remarque deux bandes d'absorption UV importantes, la bande (I) est caractérisée par une longueur d'onde maximale égale à $272,4\text{ nm}$ et la bande II est caractérisée par une longueur d'onde égale à $226,4\text{ nm}$.

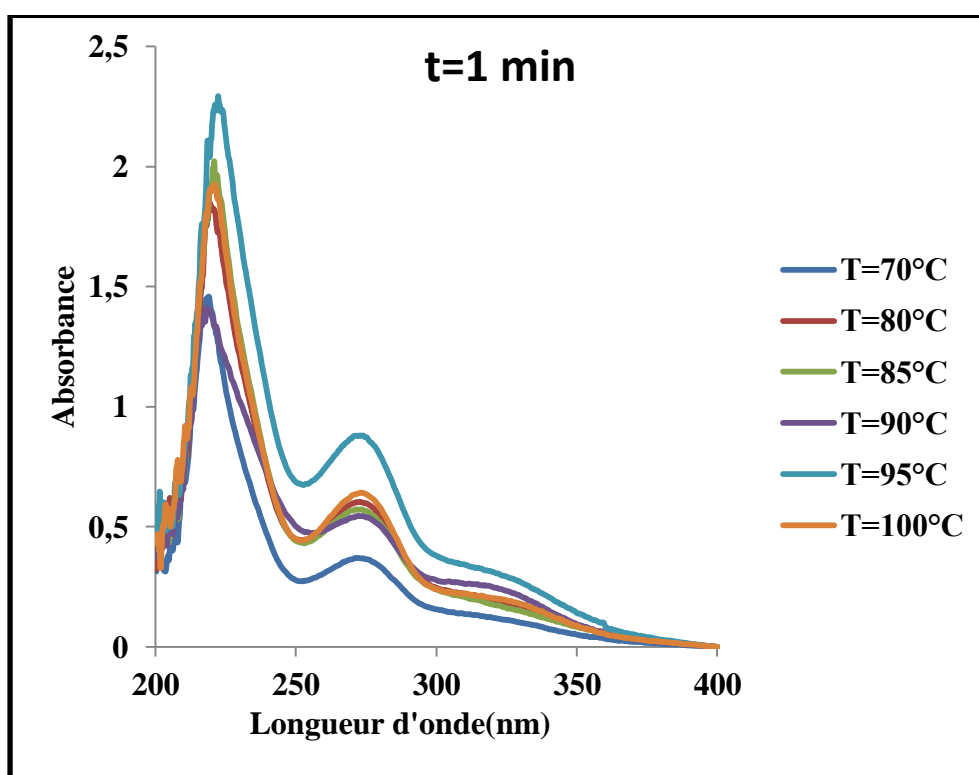


Figure III.13 : spectres d'absorption des liqueurs de thé obtenus à t= 1min et à différentes températures d'infusion (70°C, 80°C, 85°C, 90°C, 95°C, 100°C).

Pour étudier l'effet de la température sur l'infusion à un temps t, nous avons calculé les valeurs de la variation relative de l'absorbance maximale données en pourcentage par l'expression : $100 * (A_2 - A_1) / A_1$ pour comparer entre deux températures consécutives.

D'après la figure III.13, Les absorbances maximales sont plus importantes à 95°C, les valeurs de la variation relative obtenues en passant de 90°C à 95°C sont 61,40% et 75,78% respectivement pour les bandes (I) et(II). Ces valeurs sont positives et très importantes pour les deux bandes, ce qui signifie que le rendement de l'infusion à 95°C est nettement meilleur que celui de 90°C. Nous pouvons conclure que pour une minute d'infusion, la température 95°C donne un meilleur rendement.

III.1.2.2 : infusion à t=3 min

D'après la figure III.14 On remarque les mêmes bandes d'absorption que précédemment. Les absorbances maximales augmentent avec l'augmentation de la température jusqu'à 100°C, les valeurs de la variation relative obtenues en passant de 95°C à 100°C sont 15,87 % et 0,04 % respectivement pour les bandes(I) et(II). Ces valeurs sont positives et très importantes pour les deux bandes-son déduit que la température optimale à la durée d'infusion de 3 min est T= 100°C.

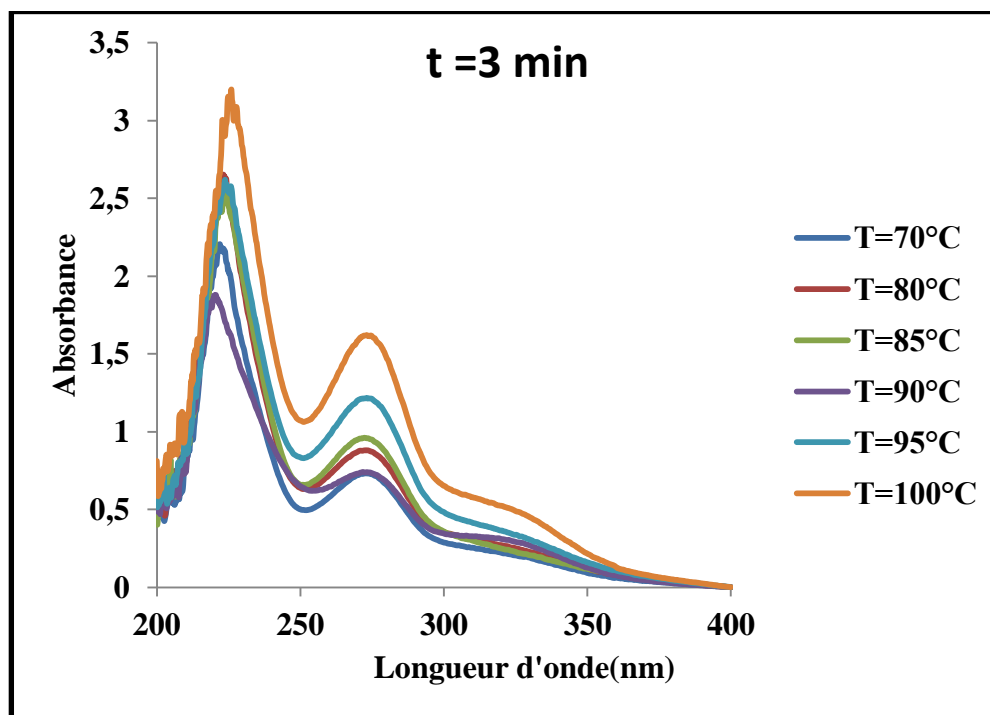


Figure III.14 : spectres d'absorption des liqueurs de thé obtenus à t=3min et à différentes températures d'infusion (70°C, 80°C, 85°C, 90°C, 95°C, 100°C).

III.1.2.3 : infusion à t=5min

La figure III.15 montre que les absorbances maximales correspondantes aux deux bandes d'absorption UV augmentent avec l'augmentation de la température de 70°C à 100°C, les valeurs de la variation relative obtenues en passant de 90°C à 95°C sont 42,02% et 40,77% respectivement pour les bandes (I) et (II). On conclut qu'à 5 minutes d'infusion, la température adéquate est 100°C.

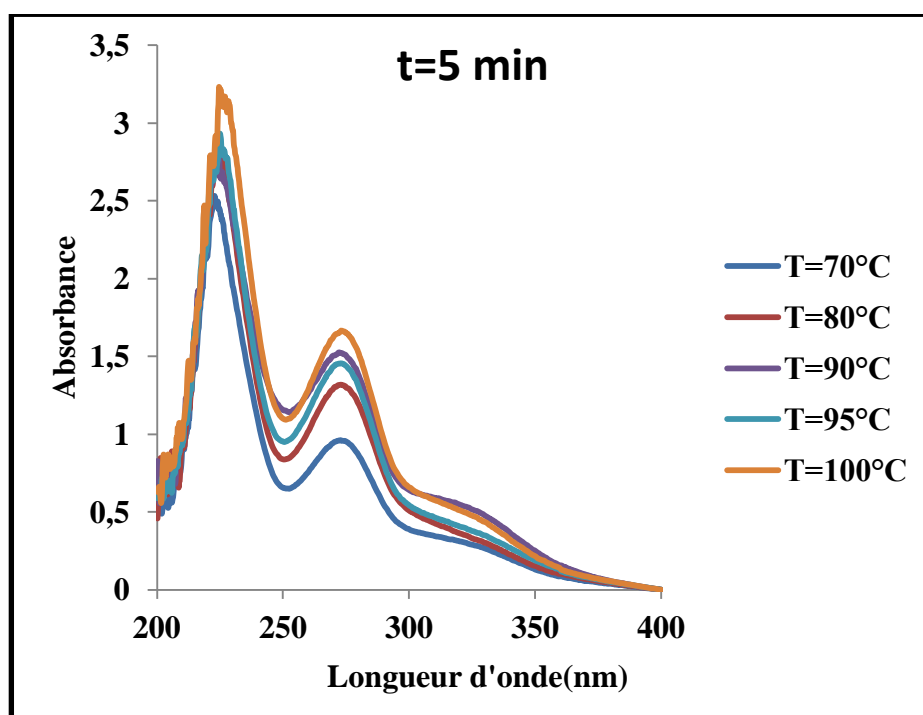


Figure III.15 : spectres d'absorption des liqueurs de thé obtenus à t=5min et à différentes températures d'infusion (70°C, 80°C, 85°C, 90°C, 95°C, 100°C).

III.1.2.4 : infusion à t= 10min

Les spectres d'absorption UV obtenus à cette durée sont représentés dans la figure III.16. L'absorbance maximale de la bande (I) augmente avec l'augmentation de la température jusqu'à T= 95°C, par contre l'absorbance maximale de la bande (II) absorbe plus aux températures 95°C et 100°C et les valeurs de la variation relative obtenues en passant de 95°C à 100°C sont 10,15% et 0,07 % respectivement pour les bandes(I) et(II). Nous concluons que pour t adéquate est 95°C.

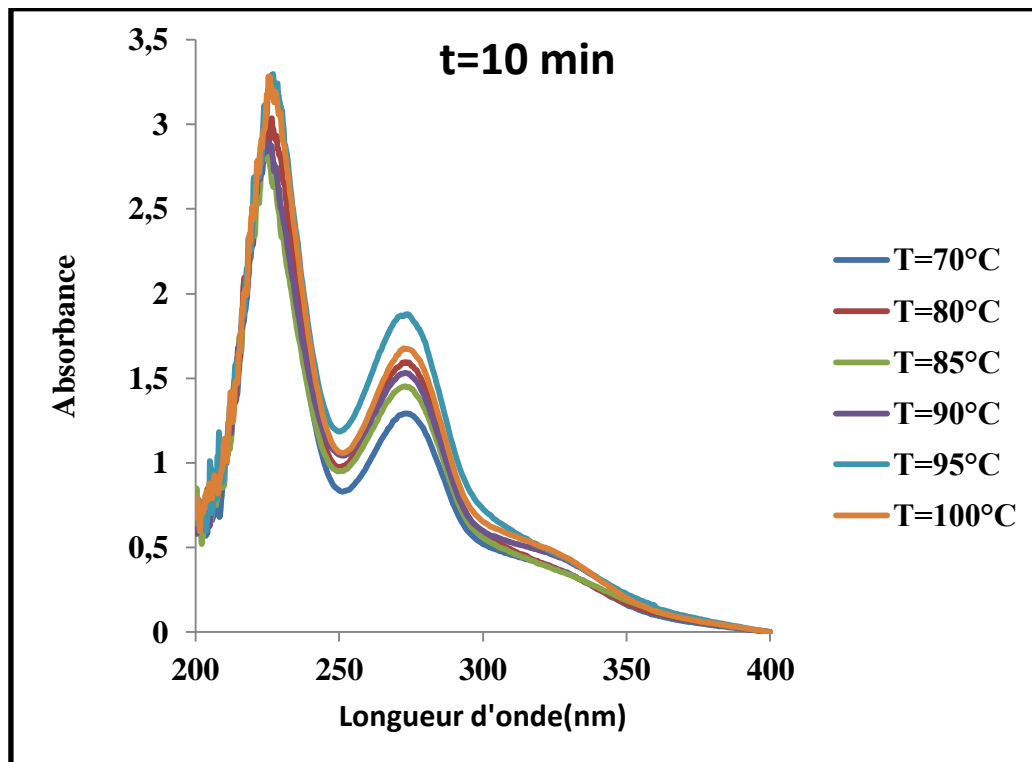


Figure III.16 : spectres d'absorptions des liqueurs de thé par l'infusion à $t=10\text{min}$ et à différentes températures d'infusion (70°C , 80°C , 85°C , 90°C , 95°C , 100°C).

III.1.2.5 : infusion à $t= 15\text{min}$

D'après la figure III.17, Les absorbances maximales sont plus importantes à 100°C , les valeurs de la variation relative obtenue en passant de 95°C à 100°C sont 4,5% et 0,05% respectivement pour les bandes (I) et (II). Ces valeurs ne dépassent pas 5% (dans l'ordre des erreurs) ce qui signifie que le rendement de l'infusion à 95°C est presque égal à celui de 100°C . La température adéquate est donc 95°C .

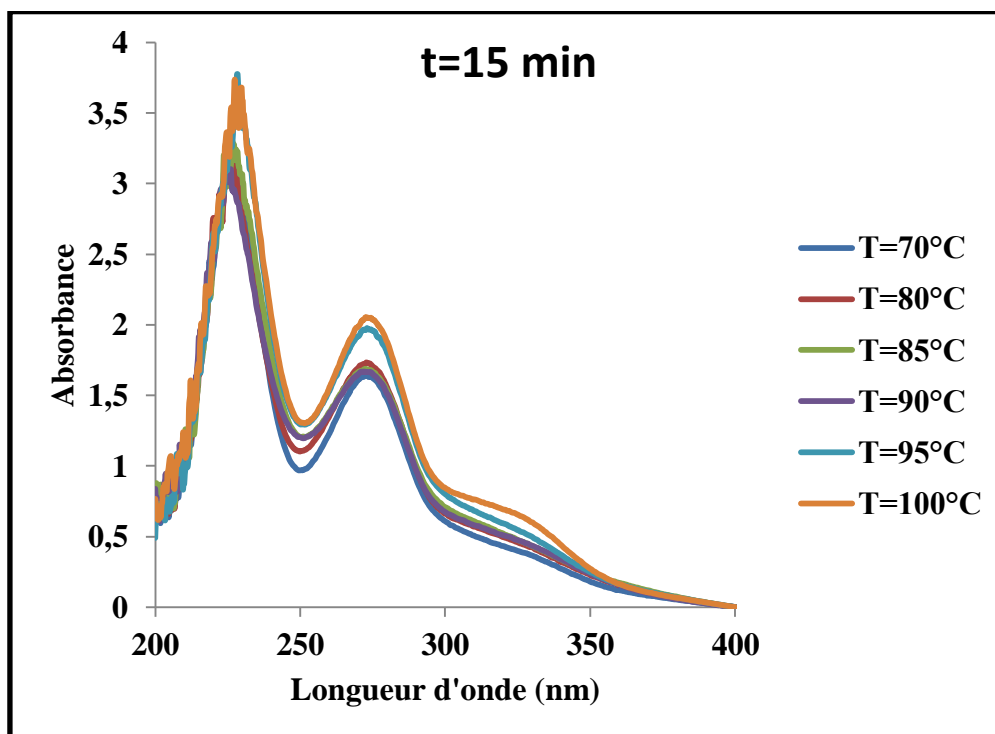


Figure III.17 : spectres d'absorptions des liqueurs de thé par infusion à t=15min et à différentes températures d'infusion (70°C, 80°C, 85°C, 90°C, 95°C, 100°C).

III.1.2.6 : infusion à t= 20min

La figure III.18 montre que les absorbances maximales correspondantes aux deux bandes d'absorption UV augmentent avec l'augmentation de la température de 70°C à 100°C

les valeurs de la variation relative obtenues en passant de 95°C à 100°C sont 8,58% et 0,14% respectivement pour les bandes(I) et(II). On conclut qu'à 20 minutes d'infusion, la température adéquate est 100°C.

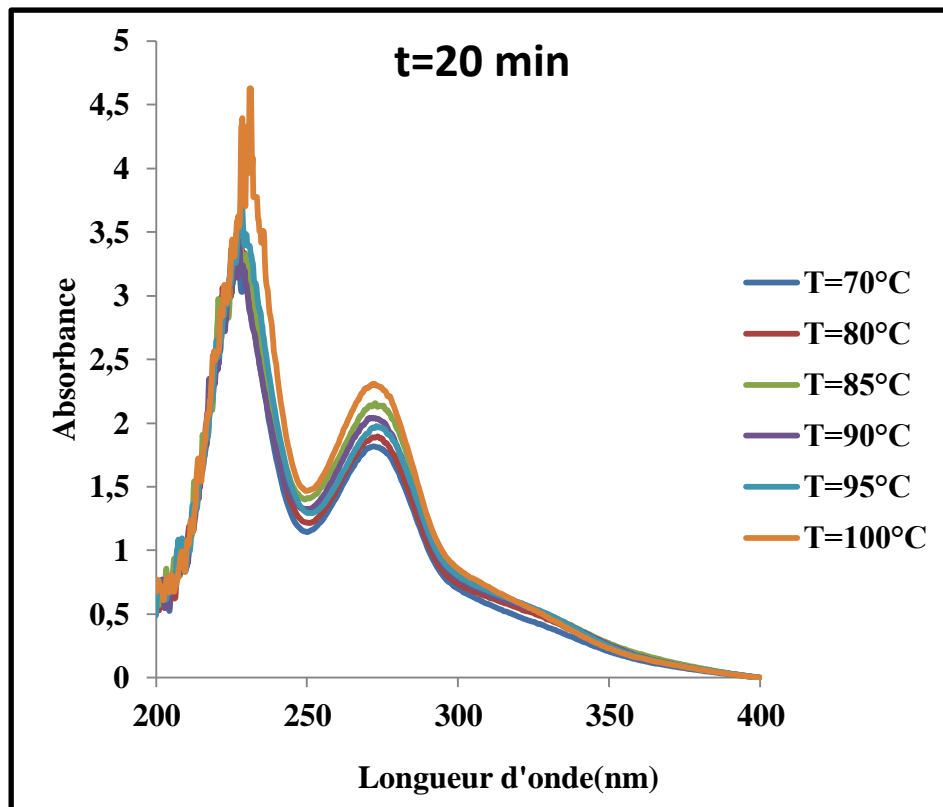


Figure III.18: spectres d'absorptions des liqueurs de thé par l'infusion à $t=20$ min et à différents températures d'infusion (70°C , 80°C , 85°C , 90°C , 95°C , 100°C).

En conclusion, nous constatons que le rendement de l'infusion du thé dans l'eau Djurdjura est meilleure aux températures 95°C et 100°C

III.1.3 : Mesures de pH et de conductivité électrochimique de l'eau Djurdjura et des liqueurs de thé

- ✓ T= 95°C
- ✓ t=10min
- ✓ V (eau)=100ml
- ✓ m (thé)= (0,025g ; 0,05g ; 0,1g, 0,15g)

Tableau III.13: valeurs de pH et de la conductivité pour différents rapport de masse.

Masse de thé vert g/100 ml d'eau	pH	Conductivité électrochimique ($\mu\text{s}/\text{cm}$)
0	7,89	723
0.025	7,86	762
0.05	7,70	783
0.1	7,63	786
0.15	7,57	808

D'après les résultats obtenus et représentés sur le tableau III.13, on remarque qu'en augmentant le rapport de masse (thé vert/eau), le pH diminue par contre la conductivité électrochimique augmente ce qui signifie une extraction des acides phénoliques.

III .2: infusion de thé vert dans différentes types d'eau

III .2 .1: Effets de type de l'eau pour différentes température

III.2.1.1 : infusion à $T=70^{\circ}\text{C}$

- ❖ Spectres d'absorption UV des liqueurs de Thé à $T=70^{\circ}\text{C}$ et $t= 3 \text{ min}$

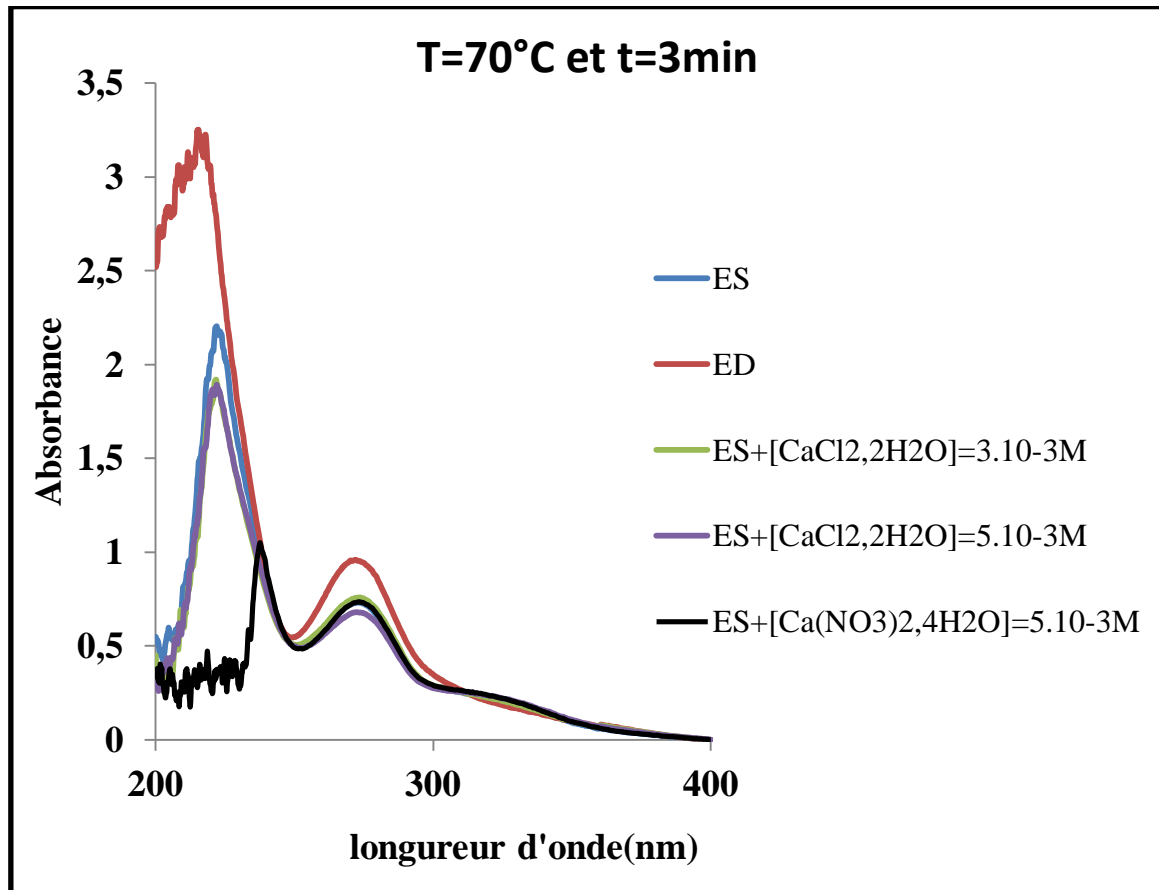


Figure III.19: Spectres d'absorption des liqueurs de thé à différentes durées d'infusion. T=70°C, volume d'eau=100 ml, masse du thé= 0,05g

❖ Spectres d'absorption UV des liqueurs de Thé à T=70°C et t= 10 min

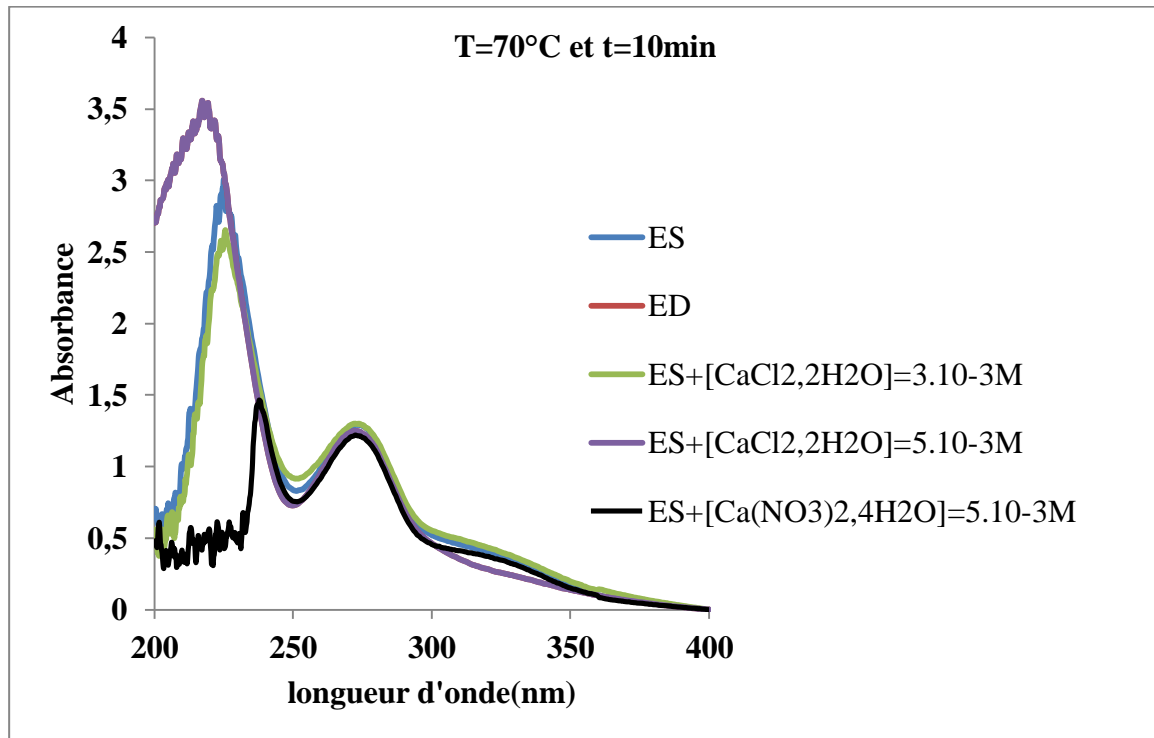


Figure III.20 : Spectres d'absorption des liqueurs de thé à différentes durées d'infusion.
T=70°C, volume d'eau=100 ml, masse du thé= 0,05g.

III.2.1.2 : infusion à T=95°C :

- ❖ Spectres d'absorption UV des liqueurs de Thé à T=95°C et t= 3 min

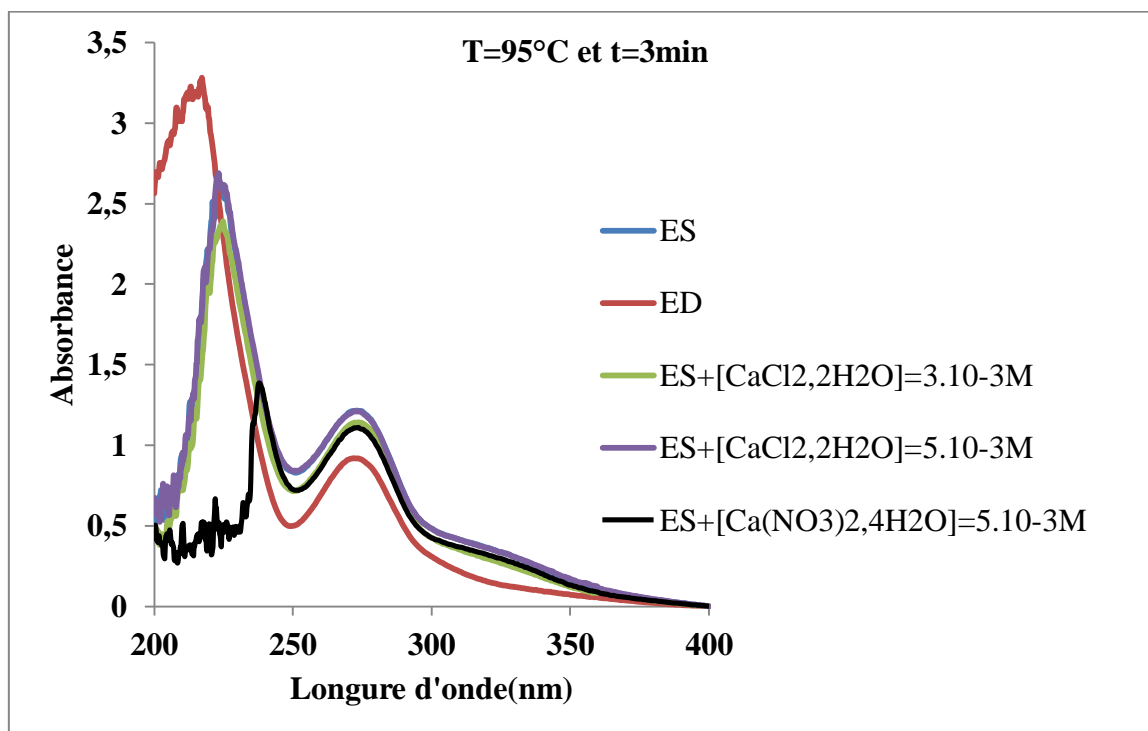


Figure III.21 : Spectres d'absorption des liqueurs de thé à différentes durées d'infusion. T=95°C, volume d'eau=100 ml, masse du thé= 0,05g.

❖ Spectres d'absorption UV des liqueurs de Thé à T=95°C et t= 10 min

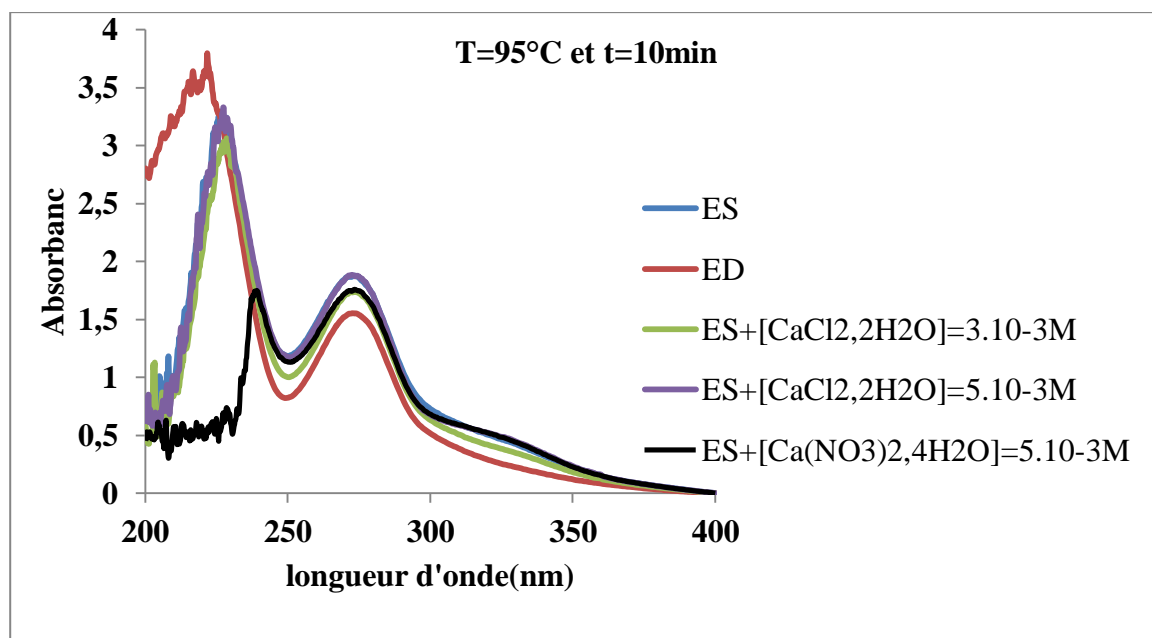


Figure III.22 : Spectres d'absorption des liqueurs de thé à différentes durées d'infusion. T=95°C, volume d'eau=100 ml, masse du thé= 0,05g.

Les figures III.19, III.20, III.21, III .22 représentent l'effet du type d'eau utilisée sur l'extraction des composés organiques à partir des feuilles de thé. L'infusion a été faite à des températures (70°C, 95°C) et pour deux durées d'infusion 3 min et 10 min. Dans tous les cas, les spectres obtenus comportent deux bandes d'absorption, les bandes (I) et caractérisés par de longueur d'onde (272,4nm) correspondant aux absorbances maximales qui ne varient pas avec les différentes eaux, par contre, la bande (II) est très influencée par le type de l'eau utilisée. On constate un déplacement bathchromique et hypochromique de la B(II) des spectres des liqueurs obtenues en utilisant l'eau Dj par rapport à l'eau ED. Selon la bande(II), l'absorbance est plus importante en utilisant l'eau distillée et moins importante en utilisant le contenant nitrate de calcium $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, les spectres obtenus avec l'ES, $\text{ES}+(\text{CaCl}_2)_\text{H}$ et $\text{ES}+(\text{CaCl}_2)_\text{B}$ sont presque identiques et nous avons la même longueur d'onde maximale. L'ajout de CaCl_2 à l'ES n'a pas influé d'une manière claire sur les spectres UV obtenus. Néanmoins les spectres de l'ES et l'ES contenant des nitrates de calcium ont subi un effet bathchromique de l'ordre de (12,6 nm) et hypochromique de l'ordre (21,2 nm) par rapport au spectre obtenu avec de l'eau distillée. La présence des sels à provoquer une diminution de l'extraction des composés organiques contenues dans les feuilles de thé, Ceci peut-être expliqué par le fait que certains cations ou anions des sels existants dans l'eau Dj pourrait être adsorbé sur les feuilles de thé et donc limiter par la suite l'extraction des différents composés organiques. Les spectres UV obtenus avec l'ES + $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ suivant la bande (II) a subi aussi un déplacement bathchromique et hypochromique plus important par rapport aux spectres sans nitrate, ce qui signifie que la présence des ions (nitrate) influe négativement l'extraction par rapport aux ions (Cl).

III.3 : Extraction de thé par soxhlet en utilisant deux solvants organiques

Lors de l'extraction des composés organiques par solvant organique (éthanol, hexane), des phénomènes physico-chimiques sont à la base d'échanges de matière entre le solide (thé) et le solvant d'extraction (éthanol, hexane),

III. 3 .1 : Effet de solvant organique

D'après les résultats obtenus dans la figure III.23, nous constatons comme dans l'infusion du thé dans l'eau Djurdjura, deux bandes d'absorption UV en utilisant les solvants organiques Hexane et Ethanol. La bande I est à la même longueur d'onde maximale pour les trois solvants ce qui signifie que ces solvants extraient les mêmes composés organiques, par contre, la bande II n'est pas à la même longueur d'onde, celle obtenue avec l'éthanol est plus proche à celle obtenue avec l'eau. Les longueurs d'ondes de la bande(II) augmentent de l'hexane à l'eau en passant par l'éthanol. Nous constatons aussi que l'éthanol extrait mieux que l'hexane. Les absorbances sont plus importantes en utilisant l'éthanol, l'extraction à l'hexane est relativement faible.

Le spectre de ES est subit un effet hypsochromique de l'ordre (6 nm) par rapport à l'éthanol et de l'ordre (20,2 nm) par rapport à hexane , le spectre de l'éthanol est subit un effet hypsochromique de l'ordre (14,2 nm) par rapport à hexane.

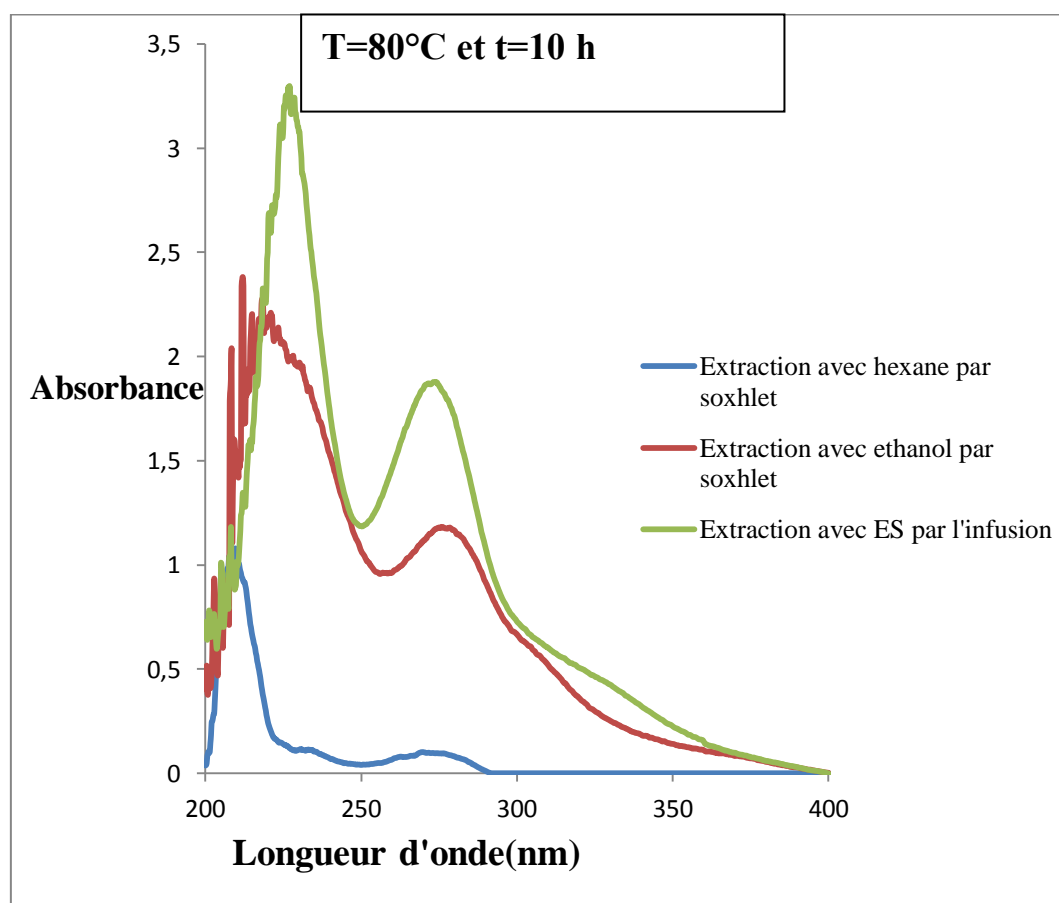


Figure III.23 : spectres d'absorption des liqueurs obtenus par soxhlet à 80°C et $t=10\text{h}$ pour différents solvants

Ceci est être lié à sa faible polarité, qui serait défavorable à l'extraction des composés polaire.



CONCLUSION

Conclusion générale

Cette présente étude avait pour des objectifs plus précis se résume en ces points :

- ✓ Déterminer l'influence de la température, du pH, de la vitesse d'agitation, de la masse d'adsorbant et de la concentration des métaux sur les équilibres d'adsorption.
- ✓ Etablir et modéliser les isothermes d'adsorption des métaux afin de déterminer les paramètres thermodynamiques de l'adsorption.
- ✓ Comprendre la cinétique d'adsorption des différents métaux adsorbants utilisées.
- ✓ L'application des matériaux dans l'élimination des métaux lourds (Plomb, Zinc, Chrome, Cuivre, Cadmium.,,,,Ets) en solution aqueuse, et la mise en évidence de l'efficacité des matériaux naturels vis-à-vis de l'adsorption de ces métaux lourds.

Conclusion

L'objet de ce présent travail est l'étude de l'extraction du thé vert par deux méthodes, l'infusion dans l'eau et l'extraction par « soxhlet » dans deux solvants organiques, l'hexane et l'éthanol, en utilisant comme technique d'analyse, la spectrophotométrie UV visible.

Nous sommes arrivés aux résultats suivants :

- L'étude de la cinétique de l'infusion dans l'intervalle de temps [0 – 20min] à différentes températures (70 ; 80 ; 85 ; 90 ; 95 ; 100) °C a montré que la vitesse d'extraction est importante au début de l'infusion, elle diminue considérablement jusqu'à un certain temps (5 à 10) min puis la diminution devient moins importante ou constante dans l'intervalle de temps (15 à 20) min. Ceci peut être expliqué par le gradient de concentration des composés organiques à extraire, entre l'eau et les feuilles de thé ;
- En étudiant l'effet de la température dans l'intervalle [70°C-100°C], nous avons constaté qu'à chaque temps d'infusion (1 ; 3 ; 5 ; 10 ; 15 ; 20) min les absorbances maximales des deux bandes d'absorption UV augmentent avec l'accroissement de la température. L'extraction est plus importante dans l'intervalle de température [95°C - 100°C] ;
- L'étude de l'effet de la qualité de l'eau a montré que l'eau distillée extrait mieux que les autres eaux contenant des sels, nous pouvons admettre que certains cations et/ou anions limitent l'extraction. L'ajout de CaCl_2 à l'eau Djurdjura n'a pas influé considérablement l'extraction (les spectres obtenus en utilisant l'eau Djurdjura avec CaCl_2 ne diffèrent pas beaucoup de ceux obtenus en utilisant l'eau Djurdjura seule), donc la présence des ions Ca^{+2} et Cl^- , n'influe pas l'extraction. L'ajout de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ à l'eau Djurdjura a influé négativement sur l'extraction. La présence des ions NO_3^- a limité l'infusion du thé dans l'eau et nous avons constaté un déplacement hypochromique et hypsochromique de la bande d'absorption II ;

L'extraction par soxhlet nous a permis de comparer la capacité de deux solvants organiques à savoir, l'hexane (apolaire) et l'éthanol (polaire) à extraire les composés

désirés du thé. Nous constatons, comme dans l'infusion du thé dans l'eau Djurdjura, deux bandes d'absorption UV. La bande I est à la même longueur d'onde maximale pour les trois solvants (272,2nm) ce qui signifie que ce sont les mêmes composés organiques qui sont extraits. Par contre, la bande II n'est pas à la même longueur d'onde ; il y a un déplacement bathochromie de cette bande d'absorption selon l'ordre suivant des trois solvants utilisés: hexane (209,2nm), éthanol (223,4nm), eau (229,4nm). Nous constatons aussi que l'éthanol extrait mieux que l'hexane. Nous pouvons conclure qu'une partie des composés organiques polaires n'est pas extraite par l'hexane.

Enfin, nous pouvons dire que la technique d'analyse UV-Visible est une méthode qui nous a fournit pas mal d'informations qualitatives sur les composés contenus dans les liqueurs de thé. Une étude plus approfondie des spectres enregistrés moyennant les outils de la chimiométrie pourrait nous procurer plus de renseignements sur la composition qualitative et quantitative de ces mélanges.



Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] Z. zohra NKHILI, Diplôme de Doctorat « Polyphénols de l'Alimentation : Extraction, Interactions avec les ions du Fer et du Cuivre, Oxydation et Pouvoir antioxydant », université Cadi ayyad, **23 Mars 2009**.
- [2] A. Sophie, N. Eherhart, La phytothérapie se soigner par les plantes, ed. Eyrolles, **(2003)**
- [3] Petko Ivanov PENCHEV, Étude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions, L'université de toulouse, Le **20/07/2010**.
- [4] M.D. Luque de Castro, L.E. Garcõ Áa-Ayuso, Soxhlet extraction of solid materials: an outdated technique with a promising innovative future. *Analytica Chimica Acta* 369, 1-10, **1998**.
- [5] M Eddouks , ML Ouahidi, O Farid, A Moufid, A Khalidi, A Lemhard, l'utilisation des plantes médicinales dans le traitement du diabète au Maroc. *Phytothérapie*, 5 :264-270,**(2007)**.
- [6] Delmas, F.-X. & Minet, M. Le guide de dégustation de l'amateur de thé. Les éditions du Chêne, Paris, 239 p. **(2007)**
- [7] N. Becaud, Le thé : La culture chinoise du thé. 2e édition, Lyon : Editions Stéphane Bachès , 3-143 p, **2004** .
- [8] T Fujihara, A Nakagawa –Izumi, T Ozawa, O Numata. Highmolecularweight polyphenols from oolong tea and black tea: purification, some properties, and role inincreasing mitochondrial membrane potential. *BiosciBiotechnolBiochem* 71:711–719, **(2007)**.
- [9] J Fleurentin, J-C Hayon. Des plantes toxiques qui soignent. Rennes: Éd. Ouest-France, **2011**.
- [10] Linéaires, n°188, janvier **2004**, p52, 53
- [11] Pei-genXiao&Zhen-yu Li, Tea Bioactivity and Therapeutic Potentiel.CRC Press. 17-34. **2002**
- [12] S. KABOUCHE, mémoire « Etude de la relation du thé vert. Maladies cardiovasculaires et Stress oxydant », Université Mentouri – Constantine, **2010**.
- [13] J. Bellakhdar, Ibis press 37 N: pp 20. **1997**.
- [14] H.N. Graham,. *Prev. Med.*, 21, 334-350. **1992**
- [15] Xu . Ning , Ch.Zong-mao,. *Tea Bioactivity and Therapeutic Potentiel .CRC Press*. 35-56. **2002**
- [16] Monograph. Green tea, **2000**. *Alternative Medecine Review*,5 , 372- 375.

- [17] C Lakenbrink, S Lapczynski, B Maiwald, J Agric Food, Chem.Jul , Engelhardt UH. Flavonoids and other polyphenols in consumer brews of tea and other caffeinated bevarages, (7): 2848-52, (2000).
- [18] Eromonitor, Industry Statistics, (2006)
- [19] Holman, et al., 2001
- [20] J. Periodontal Res, Inhibitory effects of green tea polyphenol (-)-epigallocatechin gallate on the expression of matrix metalloproteinase-9 and on the formation of osteoclasts.Yun JH, Pang EK, Kim CS, Yoo YJ, Cho KS, Chai JK, Kim CK, Choi SH.Department of Periodontology, Research Institute for Periodontal Regeneration, College of Dentistry, Yonsei University, Seoul, Korea, 39 (5):300-7, Oct 2004.
- [21] T. Cyrus, JL .Witztum, DJ. Rader, Disruption of the 12/15-lipoxygenase gene diminishes atherosclerosis in apo E-deficient mice. J Clin Invest; 103:1597-604, (1999).
- [22] S.B.Lotito, B Frel, Consumption of flavonoid-rich foods and increased plasma Antioxidant in humans: cause, consequence, or epiphenomenon? Free radicBiol Med. Dec 15; 41 (12): 1727-46. (2006)
- [23] N.Becaud, *Le thé : La culture chinoise du thé*. 2e édition, Lyon : Editions Stéphane Bachès, , 3-143 p. 2004
- [24] K.Cha sanglane, C. Donzel, S. Melchior-Durand, A. Stella. *L'ABCdaire du Thé*, Paris : Flammarion, 6-119 p, 1996.
- [25] L. Gautier, *Le Thé*. Genève : Aubanel, une marque des éditions Minerva, p.10-15, p. 19, p. 24, p. 42-55, p. 62-75, p. 108, 2006
- [26] J.Montseren, *Guide de l'amateur de thé*. Paris, Solar, 4-287p, 1999.
- [27] DB. Panagiotakos, C. Lionis, A. Zeimbekis, K. Gelastopoulou, N. Papairakleous, Dasun, E.Polychronopouls, *J.Yonsei Med*, Long-term tea intake is associated with reduced prevalence of (type 2) diabetes mellitus among elderly people from mediterranean islands : MEDIS epidemiological study, 50(1):31-38. 2009.
- [28] W.Luczaj, & E. Skrzydlewska, Antioxidative properties of black tea. Prev. Med., 40 (6): 910-918. (2005).
- [29] R. R. Selvendran, & B. P. M. Perera, Chemical composition of tea leaf cell-wall. Chem. Ind. (21): 577- 578. (1971).
- [30] E. Jöbstl, J. P. A. Fairclough, , A. P. Davies, & M. P. Williamson, Creaming in black tea. J. Agric. Food Chem., 53 (20): 7997-8002. (2005)

- [31] H. Braconnot, Recherche sur un nouvel acide universellement répandu dans tous les végétaux. *Annale de Chimie et de Physique*, 2 (28): 173-178. (1825).
- [32] B. Banerjee, T.C. Chaudhuri, Therapeutic effects of tea. *Science Publisher*. 23-28. 2005.
- [33] Zong-mao Chen et coll., Tea Bioactivity and therapeutic potential. *CRC Press*. 588, 2002.
- [34] Hua-fu Wang et coll., Tea Bioactivity and therapeutic potential. *CRC Press*. 89-130, 2002.
- [35] Chu D-C., L.R. Juneja, Chemistry and Application of Green tea. *CRC Press*, 13-22, 1997.
- [36] J. M. Landau et coll., *Nutritional Oncology (Second Edition)*, 597-606. 2006.
- [37] R. L. Pastore, P. Fratellone, *EXPLORE: J. Science and Healing*, 2, 531-539. 2006.
- [38] I. H. Ozercan et coll., *Nutr. Res.*, 28, 92-97. 2008.
- [39] C. J. Dufresne, E.R. Farnworth, *J. Nutr. Biochem.*, 12, 404-421. 2001.
- [40] A. Gramza, J. Korczak, *Trends Food Sci. Tech.*, 16, 351-358. 2005.
- [41] R. P. Keith et coll., *J. Agric. Food Chem.*, 46, 2517-2522. 1998.
- [42] J. Peterson et coll., *J. Food Compos. Anal.*, 18, 487-501. 2005.
- [43] A. Finger et coll., *J. Sci. Food Agric.*, 55, 313-321. 1991.
- [44] Sarni-Manchado, P. & Cheynier, V., *Les polyphénols en agroalimentaire*. Tec & Doc, Lavoisier, Paris, 398 p. (2006).
- [45] T. Yamanishi, & A. Kobayashi, R. Teranishi, E. L. Wick and I. Horstein, *Progress of tea aroma chemistry in Flavor Chemistry: Thirty Years of Progress*. Ed., Kluwer Academic / Plenum Publishers, New York, 135-145 p. (1999).
- [46] M. Shimoda, H. Shigematsu, H. Shiratsuchi, & Y. Osajima, *J. Agric. Food Chem.*, 43: 1616-1620. (1995).
- [47] C. Schuh, & P. Schierberle, *J. Agric. Food Chem.*, 54 (3): P.916-924. (2006).
- [48] M. Spiro, & P.-L. L. Lam, *Kinetics and equilibria of tea infusion*. Part 12. Equilibrium and kinetic study of mineral ion extraction from black Assam Bukial and green Chun Mee teas. *Food Chem.*, 54 (4): 393-396. (1995).
- [49] M. Frères, *L'art français du thé*, 104 p. (2003).
- [50] C. Astill, M. R. Birch, C. Dacombe, P. G. Humphrey, & P. T. Martin, Factors affecting the caffeine and polyphenol contents of black and green tea infusions. *J. Agric. Food Chem.*, 49 (11): 5340-5347. (2001).

- [51] C. P. Natarajan, S. Ramamani, D. E. Leelavathi, R. Shakunthala, D. S. Bhatia, & V. Subrahmanyam, The brewing of tea. *Food Science (Mysore)*, 11: 321-332, (1962).
- [52] D. Jaganyi, & R. D. Price, Kinetics of tea infusion: the effect of the manufacturing process on the rate of extraction of caffeine. *Food Chem*, 64 (1): 27-31, (1998).
- [53] M. Spiro, & S. Siddique, Kinetics and equilibria of tea infusion: kinetics of extraction of theaflavins, thearubigins, and caffeine from Koonsong Broken Pekoe. *J. Sci. Food. Agric.*, 32 (11): 1135-1139. (1981).
- [54] W. E. Price, & M. Spiro, Kinetics and equilibria of tea infusion: rates of extraction of theaflavin, caffeine and theobromine from several whole teas and sieved fractions. *J. Sci. Food. Agric.*, 36 (12): 1309-1314. (1985).
- [55] K. E. Odegard, W. & Lund, Multi-element speciation of tea infusion using cation-exchange separation and size-exclusion chromatography in combination with inductively coupled plasma mass spectrometry. *J. Anal. At. Spectrom.*, 12 (4): 403-408. (1997).
- [56] H. Matsuura, A. Hokura, H. & Haraguchi, Multi-element determination and speciation of major-to-trace elements in green tea leaves by ICP-AES and ICP-MS *Bunseki Kagaku*, 49 (6): 397-404. (2000).
- [57] H. Matsuura, A. Hokura, F. Katsuki, A. Itoh, H. & Haraguchi, Multi-element determination and speciation of major-to-trace elements in black tea leaves by ICP-AES and ICP-MS with the aid of size exclusion chromatography. *Anal. Sci.*, 17 (3): 391-398. (2001).
- [58] C. Judson King, Separation Processes, Introduction, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co, coll. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, (2002).
- [59] G. Mahuzier; Méthodes de separation, ed. Maçon. (1978).
- [60] M. Gheorghiu, D van Veldhuisen, W. Colucci, Contemporary Use of Digoxin in the Management of Cardiovascular Disorders, 113: 2556 – 2564, (2006)
- [61] L. Bottin, Déterminants de la variation moléculaire et phénotypique d'une espèce forestière en milieu insulaire: cas de *Santaluma austrocaledonicum* en Nouvelle-Calédonie, Montpellier, (2006).
- [62] J. Pelletier, J. L. Roussel, C. Andary, Recherche du pouvoir antifongique de quelques huiles essentielles, *Rivista Italiana Essenza (EPPOS)*. 23, 45-50. (1980)
- [63] C. Viollon, J.P. Chaumont, Antifungal Properties of essential oils and their main components upon *Cryptococcus neoformans*. *Mycopathologia*, 128 (3), 151-153. (1994)
- [64] R. Anton, Plantes thérapeutiques, tradition, pratique officinales, science et thérapeutique. Edition française. (1999)

- [65] C. Bourrel, Analyse chimique, activités biologiques et antioxydantes d'extraits de plantes aromatiques sélectionnées, Thèse de l'Institut National Polytechnique de Toulouse. Toulouse, France. (1993)
- [66] M.E. Lucchesi , Extraction Sans Solvant Assistée par Microondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles, Université de la Réunion. (13 juillet 2005)
- [67] Frédéric Laure (Ingénieur chimiste ENSSPICAM, Etudiant-Chercheur de 3^{ème} cycle).Etude de la composition chimique et de biodiversité du calophyllum inophyllum de Polynésie française. Soutenue le 3 mars 2005 à Nice.
- [68] A. Madi, « Caractérisation et comparaison du contenu polyphénolique de deux plantes médicinales (Thym et Sauge) et la mise en évidence de leurs activités biologiques », thèse doctorat, Université Mentouri Constantine, le 2009 – 2010.
- [69] A.Ringbom. les complèxes en chimie analytique dunod, paris 1967
- [70] P.Galez, Technique spectrophotométrie UV/Visible.
- [71] Equilibre en solution thermodynamique et méthodes de calcul [144-145], 1999.
- [72] K.Zrei, M Atabati , Z. Malekshabani, Analytica chimika Acta 487, 2003.

Résumé

L'objet de ce présent travail est l'étude de l'extraction du thé vert par deux méthodes, l'infusion dans l'eau et l'extraction par « soxhlet » dans deux solvants organiques, l'hexane et l'éthanol, en utilisant comme technique d'analyse, la spectrophotométrie UV visible.

Nous sommes arrivés aux résultats suivants :

La vitesse d'extraction est importante au début de l'infusion, elle diminue considérablement jusqu'à un certain temps (5 à 10) min puis la diminution devient moins importante ou constante dans l'intervalle de temps (15 à 20) min.

L'extraction est plus importante dans l'intervalle de température [95°C - 100°C]

L'eau distillée extrait mieux que les autres eaux contenant des sels, nous pouvons admettre que certains cations et/ou anions limitent l'extraction.

L'extraction par soxhlet nous a permis de comparer la capacité de deux solvants organiques. L'éthanol extrait les mêmes composés que dans l'infusion dans l'eau, il extrait mieux que l'hexane. Ce dernier extrait une partie de ces composés seulement.

Enfin, nous pouvons dire que la technique d'analyse UV-Visible est une méthode qui nous a fourni pas mal d'informations qualitatives sur les composés contenus dans les liqueurs de thé. Une étude plus approfondie des spectres enregistrés moyennant les outils de la chimiométrie pourrait nous procurer plus de renseignements sur la composition qualitative et quantitative de ces mélanges.