



الشعبية الديمقراطية الجزائرية الجمهورية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

العلمي والبحث العالي التعليم وزارة

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

المدرسة الوطنية العليا للتكنولوجيا والهندسة - عنابة

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE TECHNOLOGIE ET D'INGENIERIE - ANNABA

Département Génie des Procédés et Energétique

MEMOIRE

En vue d'obtention du diplôme de MASTER

Domaine : Science et Technologie

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique

Présenté par

FOUGHALI Rihab

MAALEM Hafsa

**Extraction et Caractérisation physico-chimique des huiles
essentielles des graines de figuier de barbarie et des graines de lin**

Encadré par

MCB.Zineb SAADOUNE

ENSTI Annaba

Année 2024

RESUME

L'objectif de notre étude vise à l'extraction et la détermination des caractéristiques physico-chimiques de l'huile essentielle des graines de figuier de barbarie et l'huile essentielle des graines de lin extraite par Soxhlet avec deux types de solvant l'hexane et l'éther diéthylique.

Les résultats de l'extraction de l'huile à partir des graines ont montré que la nature du solvant influe sur le taux d'extraction. L'hexane, solvant apolaire, extrait plus de matières grasses que l'éther diéthylique.

La caractérisation physico-chimique des huiles extraites a concerné : examen organoleptique, densité, indice de réfraction, indice d'acide, indice de peroxyde et indice de saponification.

On n'a pas noté de différence notable entre les valeurs de l'indice de réfraction des huiles extraites par les différents solvants. Ceci indique que l'état d'insaturation de ces huiles n'est pas affecté par le solvant d'extraction utilisé. L'analyse chimique a montré que l'huile essentielle de lin est moins acide et peu oxydée par rapport à l'huile essentielle de figuier de barbarie.

Enfin, une étude de l'activité antioxydante a été évaluée à travers un test chimique DPPH. Les résultats obtenus montrent une activité réductrice élevée de l'huile de figuier par rapport à celle du lin.

Mots clés : Huile essentielle ; graines figuier de barbarie ; graines de lin ; extraction ; Soxhlet ; activité antioxydante.

ABSTRACT

The aim of our study is to extract and determine the physico-chemical characteristics of prickly pear seed essential oil and linseed seed essential oil extracted by Soxhlet with two types of solvent: hexane and diethyl ether.

The results of oil extraction from seeds showed that the nature of the solvent influences the extraction rate. Hexane, an apolar solvent, extracts more fat than diethyl ether.

Physico-chemical characterization of the extracted oils included organoleptic examination, density, refractive index, acid number, peroxide number and saponification number.

No significant difference was noted between the refractive index values of the oils extracted by the different solvents. This indicates that the unsaturation state of these oils is not affected by the extraction solvent used. Chemical analysis showed that flaxseed essential oil is less acidic and less oxidized than prickly pear essential oil.

Finally, a study of antioxidant activity was carried out using a DPPH chemical test. The results obtained show a high reducing activity of fig oil compared with flaxseed oil.

Key words: Essential oil; prickly pear seeds; linseed seeds; extraction; Soxhlet; antioxidant activity.

ملخص

كان الهدف من دراستنا هو استخلاص وتحديد الخصائص الفيزيائية والكيميائية للزيت العطري لبذور التين الشوكي وزيت بذور الكتان العطري المستخلص بواسطة سوكليت باستخدام نوعين من المذيبات، الهكسان وثنائي إيثيل الأثير.

أظهرت نتائج استخلاص الزيت من البذور أن طبيعة المذيب تؤثر على معدل الاستخلاص. يستخلص الهكسان، وهو مذيب غير قطبي، دهوناً أكثر من ثنائي إيثيل الأثير.

اشتمل التوصيف الفيزيائي الكيميائي للزيوت المستخلصة على الفحص الحسي والكثافة ومعامل الانكسار والرقم الحمضي ورقم البيروكسيد ورقم التصبن.

لم يكن هناك فرق كبير بين قيم معامل الانكسار للزيوت المستخلصة بالمذيبات المختلفة. وهذا يشير إلى أن حالة عدم التشبع في هذه الزيوت لا تتأثر بمذيب الاستخلاص المستخدم. أظهر التحليل الكيميائي أن زيت بذور الكتان أقل حمضية وأقل تأكسداً من زيت التين الشوكي.

وأخيراً، أجريت دراسة للنشاط المضاد للأكسدة باستخدام اختبار كيميائي. أظهرت النتائج نشاطاً مختزلاً كبيراً لزيت التين مقارنة بزيت بذور الكتان.

الكلمات المفتاحية: الزيت العطري؛ بذور التين الشوكي؛ بذور الكتان؛ الاستخلاص؛ سوكليت؛ النشاط المضاد للأكسدة

REMERCIEMENTS

Nous tenons tout d'abord à exprimer notre profonde gratitude envers Dieu Tout-Puissant, dont la grâce et la miséricorde nous ont soutenus tout au long de ce parcours académique. Sans Sa guidance constante, ce travail n'aurait pas été réalisable.

Nous tenons à remercier notre encadrante *Dr SAADOUN Zineb* pour son précieux soutien et ses suggestions judicieuses, qui ont été cruciales dans la réalisation de notre recherche.

Nous profonds remerciements s'adressent aux membres du jury, pour l'honneur qui nous ont fait en acceptant d'évaluer ce modeste travail.

Enfin, nous remercions également chaleureusement tous les enseignants qui ont partagé avec nous leurs connaissances et leur expertise. Leur dévouement et leurs conseils ont grandement enrichi notre expérience d'apprentissage.

DEDICACE

À mes chers parents, mes piliers inébranlables, je vous dois une dette immense pour votre amour inconditionnel, vos encouragements constants et votre soutien indéfectible. Votre sacrifice et vos prières m'ont donné la force d'atteindre ce jour.

À mon âme sœur Basmala, ma compagne de rire Tasnim, ma petite beauté Alaa, je te suis tellement reconnaissante pour votre présence constante dans ma vie. Vous êtes la plus grande source de soutien. Merci d'être toujours là pour moi.

Au meilleur partenaire que la vie m'ait donné, mon fiancé Amar tu es ma force et ma motivation. Merci pour ton soutien inébranlable et pour être toujours là, peu importe les défis.

À Khalo Youcef et Mama Radia, votre présence dans ma vie est un cadeau précieux que je chéris tant. Merci pour tous ces moments inoubliables et pour votre amour et votre soutien inconditionnels.

À ma meilleure amie Hafsa, Ta gentillesse et ton amour inconditionnel sont des trésors que je n'oublierai jamais. Merci d'être une partenaire formidable.

Rihab

DEDICACE

À mon père,

Parti trop tôt avant de pouvoir partager avec moi ce moment de réussite.

Je dédie ce mémoire à ta mémoire, avec une immense gratitude pour tous les sacrifices, le soutien et l'amour inconditionnel que tu m'as donné. Ta sagesse, tes enseignements et ta présence continuent de me guider chaque jour. Je sais que, d'où tu es, tu veilles sur moi et tu partages ma fierté en cette étape importante de ma vie.

Repose en paix, cher papa. Ce succès est aussi le tien.

Je remercie du fond de mon cœur ma mère, qui a toujours été à mes côtés, m'apportant un soutien inconditionnel et des encouragements constants. Maman, ta force, ta patience et ton amour m'ont permis de surmonter les obstacles les plus difficiles. Sans toi, je n'aurais jamais pu arriver là où je suis aujourd'hui. Ta présence a été mon phare dans les moments d'incertitude et ta foi en moi a été mon moteur. Merci pour tout ce que tu as fait et continues de faire pour moi. Je te dois ce succès.

Je tiens à exprimer ma gratitude à mes frères et sœurs, qui ont toujours été là pour moi, votre aide et votre soutien m'ont été précieux. Merci d'avoir cru en moi.

Un immense merci à mon fiancé Noureddine pour son soutien moral et émotionnel. Votre présence à mes côtés a toujours été une source précieuse de réconfort et de motivation.

Je tiens également à remercier mon partenaire Rihab pour sa coopération et son soutien tout au long de ce voyage. Votre aide est cruciale pour moi.

Je remercie sincèrement ma directrice, Mme Saadoune Zineb, pour ses conseils avisés, sa patience et son soutien tout au long du processus de rédaction de la thèse. Vos enseignements ont été essentiels à ma réussite.

Enfin, je tiens à remercier tous les professeurs qui m'ont aidé et soutenu pendant mes études. Votre dévouement et votre passion pour l'enseignement ont toujours été pour moi une source d'inspiration et de motivation.

Hafsa

TABLE DES MATIERES

RESUME

REMERCIEMENTS

TABLE DES MATIERES

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES ABBREVIATIONS

INTRODUCTION GENERALE.....1

CHAPITRE 1 : STAGE PEDAGOGIQUE

1	Description de l'entreprise :	2
2	Les unités de production	2
2.1	Semoulerie	2
2.2	Traitement des eaux.....	3
2.3	Les pâtes	3
2.4	Contrôle de qualité.....	3
2.5	Le conditionnement	4

CHAPITRE 2 : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

1.	Synthèse de quelques travaux scientifiques :	5
2.	Les graines de figuier de barbarie	6
2.1	Les caractéristiques physicochimiques des graines de figuier de barbarie.....	6
3.	Les graines de lin.....	6
3.1	Les caractéristiques physicochimiques des graines de lin.....	6
4.	Optimisation de l'extraction des huiles essentiels de figue de barbarie et graines de lin : une approche par le génie chimique.....	7
4.1	Types d'extraction	7
4.1.1	Extraction à froid.....	7
4.1.2	Extraction par solvant.....	7
4.1.3	Extraction par la méthode de Soxlet.....	7
5.	Analyse des facteurs influenceurs dans le processus d'Extraction : Exploration des variables clés	8

CHAPITRE 3 : MATERIEL ET METHODE EXPERIMENTALE

1	Matériel Végétal	9
---	------------------------	---

2	Prétraitement de la matière végétal	9
	Lavage	9
	Séchage.....	9
	Broyage	9
	Tamisage	9
3	Extraction des Huiles essentielles par Soxhlet.....	10
4	Caractérisation des huiles essentielles.....	11
4.1	Examen organoleptique	11
4.2	Analyses chimiques	11
4.2.1	L'indice d'acide.....	11
4.2.2	Indice de peroxyde	12
4.2.3	Indice de saponification	12
4.3	Analyse physique.....	13
4.3.1	L'indice de réfraction	13
4.3.2	La densité	13
4.3.3	Activité antioxydante	14

CHAPITRE 4 : RESULTATS ET DISCUSSION

1	Rendement d'extraction des huiles essentielles	15
2	Caractérisation des huiles essentielles.....	16
2.1	Examen organoleptique	16
2.2	Analyses chimiques	17
2.2.1	Indice d'acide	17
2.2.2	Indice de peroxyde	18
2.2.3	Indice de saponification	18
2.3	Analyse physique.....	19
2.3.1	Indice de Réfraction	19
2.3.2	La densité	19
2.3.3	Activité antioxydante	20

CONCLUSION

LES REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

LISTE DES FIGURES

Figure 1:les graines de figuier de barabrie	6
Figure 2:Les grines de lin.....	6
Figure 3:Rendement des huiles essentiels extraite	15
Figure 4:Le %d'inhibition de DPPH en fonction des concentrations de differents extrait des huiles	20

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1: Les Caractéristiques des solvants utilisés	10
Tableau 2: Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle des graines de figuier de barbarie	16
Tableau 3: Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle des graines de lin	16
Tableau 4: Indice d'acide (IA), indice de peroxyde (IP), indice de saponification (IS) des huiles étudiées	17
Tableau 5: Indice de réfraction à 20°C	19
Tableau 6: La densité à 20°C	19
Tableau 7: Les valeurs d'IC50 des différentes huiles extraites	21

LISTE DES ABREVIATIONS

HGFB : Huile des graines de figuier de barbarie

HL : Huile de lin

HE : Huile essentielle

IP : Indice de peroxyde

IS : Indice de saponification

DPPH : 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle

IA : Indice d'acide

INTRODUCTION GENERALE

Depuis toujours, les plantes ont été les alliées de l'homme, tant pour se nourrir que pour soulager ses souffrances. La pharmacopée et la thérapeutique des civilisations antiques reposaient sur les plantes. Le continent africain compte parmi les continents qui possèdent la plus grande diversité biologique au monde. L'Algérie abrite une grande diversité de plantes médicinales, ce potentiel renferme des milliers d'espèces qui présentent différents intérêts et représentent un domaine de recherche scientifique.

Depuis plusieurs années, la fabrication d'huile végétale est perçue comme l'une des industries les plus prometteuses pour l'expansion des productions agricoles dans les secteurs alimentaires et non alimentaires.

Actuellement, le figuier de barbarie, longtemps négligé, fait l'objet de nombreuses études scientifiques à travers le monde. Mis à part son huile, qui est actuellement la plus coûteuse au monde en raison de sa diversité en oligo-éléments, acides aminés, régénération des cellules et lutte contre le vieillissement, ce nopal semble posséder de nombreuses propriétés pharmacologiques qui sont encore en cours d'exploitation et d'étude.

L'huile de lin de sa part a un effet sur les systèmes hormonal et immunitaire. L'utilisation quotidienne de cette huile protège la membrane gastrique et urinaire. Elle convient aussi pour le visage, la peau irritée et le corps, elle est reconnue pour ses propriétés adoucissantes et émoullientes. Il y a très peu d'études se rapportant à l'extraction et aux caractéristiques physicochimiques de l'huile des graines de figue de barbarie et l'huile des graines de lin. Dans cette optique, l'objectif scientifique de notre travail est de mettre en valeur ces deux source végétales algérien en appliquant les principes du génie chimique pour optimiser l'extraction de ces deux huiles essentielles, afin de discerner ces vertus thérapeutiques qui constitue une mine d'or en attente d'investisseurs pour notre pays, et qui pourrait devenir une source de revenu importante dans différents secteurs.

Ce travail est dédié d'abord à l'extraction épuisante de ces deux huiles des graines par différents solvants. Les huiles obtenues ont été caractérisées ensuite physiquement et chimiquement.

Ce mémoire est structuré en quatre chapitres :

- Les deux premiers chapitres sont dédiés à la synthèse bibliographique sur le sujet ;
- Le troisième chapitre est destiné à l'étude expérimentale dont on présente le matériel végétal, la méthode d'extraction utilisée, suivi de la présentation des méthodes de caractérisation des huiles ;
- Le quatrième chapitre présente les résultats des extractions des huiles et de la caractérisation physico-chimique des huiles extraites, qui sont suivis de leur interprétation.
- Notre travail est achevé par une conclusion et des perspectives.

CHAPITRE 1

STAGE PEDAGOGIQUE

1 Description de l'entreprise :

Le groupe AMOR BENAMOR, est l'un des acteurs majeurs de l'industrie agroalimentaire en Algérie, qui produit les pâtes, semoule.

Elle se situe à El FEDJOU DJ GUELMA, voici un organigramme descriptif de l'entreprise :

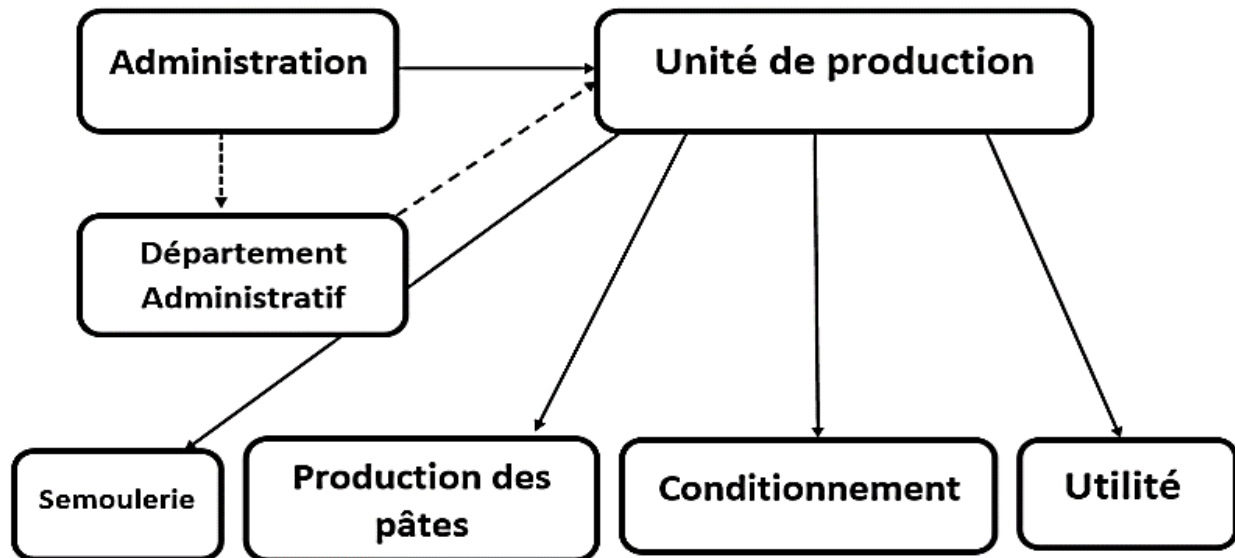


Figure 1: Organigramme descriptif de l'entreprise Amor Benamor

2 Les unités de production

2.1 Semoulerie

C'est la partie initiale et plus importante de l'usine, dans laquelle le blé arrive par des camions de plusieurs sources que ce soit par OAIC (organisation algérienne internationale de céréales), ou des fournisseurs privés, et après le blé être orienter vers des silos pour stocké (capacité de stockage = 275000T) ou vers les moulins. Il y-a deux moulins dans l'usine avec de puissance de production de 400T pour le premier moulin et 350T pour le deuxième. Ces moulins-là sont des constructions de 6 étages, le processus commence au niveau de la 6eme étage en descendant, le rez-de-chaussée est pour le contrôle et le conditionnement de produit orienté à la commercialisation.

- Le Nettoyage de blé
- Le mouillage
- Le broyage

- Le conditionnement

2.2 Traitement des eaux

L'eau est traitée à partir du CAB (Conserverie Amor Benamor), au sein de la MAB (Moulins Amor Benamor) l'eau subir un traitement secondaire résumer selon :

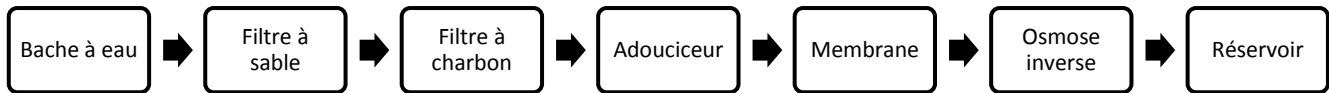


Figure 2:Processus du traitement des eaux

Amor Benamor a la plus grande ligne de production des pâtes dans toutes l'Afrique, 4 lignes de pâtes courtes ,6 lignes de couscous, une ligne de pâtes longues et une de pâtes spéciales, plus une ligne semi-automatique. Les lignes se marchent presque avec le même principe. Au début la semoule soit reçu dans des silos, chaque ligne a son propre silo la semoule doit être élever par un élévateur à godet vers une centrifugeuse qui le mélange avec l'eau (reçu de CAB et traité dans l'atelier de traitement d'eau) puis la pâte passe au tapis stabilisateur pour éliminer l'air de la pâte par des vérin hydraulique et après la pâte doit être moulée dans les moules, après le produit est construit des chaines lui dirigent a des chambres de séchage (sècheurs) après le produit passe à des refroidisseurs pour stabiliser son température, la déférence entre les lignes manifeste dans le type de sécheur et le type de balance et les chaines de transport de chaque pâte et aussi dans les moules bien sûr, par exemple le moule dans couscous et de pate courte se défèrent, mais toutes les lignes a des système de recyclage pour les éléments non compatibles(La poussière pour le Couscous).

2.4 Contrôle de qualité

Afin d'assurer un contrôle effectif de la qualité des produits, des prélèvements réguliers des échantillons sont réalisés chaque deux heures à partir de chaque ligne de production et à deux niveaux de la chaîne de production : à la fin du pré-séchoir (produit semi-fini) et à la fin du refroidisseur (produit fini) à l'exception de couscous où on a que le produit fini à analyser. Des analyses de différents types sont effectuées sur ces échantillons et à la fin les résultats obtenus vont permettre la vérification de la conformité des produits aux normes de fabrication.

- Humidité
- Indice de gluten
- Indice de gonflement (Couscous)
- Taux de cendre
- Granulométrie
- Colorimétrie

- Composition biochimique de la matière première
- Appréciation de la qualité culinaire du produit

2.5 Le conditionnement

Il se fait selon les étapes suivantes :

- Chargement
- Elévation
- Doseur/balance
- En sécheuse
- Trieuse pondérale
- Encartonneuse

Conclusion

En conclusion, nous avons effectué notre stage en tant qu'ingénieurs en génie chimique au sein de l'entreprise Amor Benamor. Ce stage nous a permis de mettre en pratique les connaissances théoriques acquises durant notre formation à l'ENSTI Annaba, tout en affrontant les défis réels du monde du travail et du management d'équipes. Après une intégration rapide au sein de l'entreprise, nous avons eu l'occasion de réaliser plusieurs missions à l'échelle macroscopique. Ce stage a été très enrichissant pour nous, car il nous a permis de découvrir le domaine de la chimie industrielle de manière concrète et appliquée.

CHAPITRE 2

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

L'extraction des huiles essentielles à partir de graines de figuier de Barbarie et de graines de lin par la méthode de Soxlet représente un domaine d'intérêt croissant dans l'industrie des produits naturels et des cosmétiques. Les huiles obtenues de ces graines sont précieuses pour leurs propriétés thérapeutiques et leurs bénéfiques pour la peau. La méthode de Soxlet, reconnue pour son efficacité dans l'extraction des composés volatils, est souvent privilégiée pour garantir un rendement optimal en huiles essentielles, tout en préservant leur qualité. Cette introduction explorera les aspects clés de l'extraction des huiles essentielles de graines de figuier de Barbarie et de graines de lin par la méthode de Soxlet, mettant en lumière les paramètres essentiels qui influent sur cette technique.

1. Synthèse de quelques travaux scientifiques :

- D'après Bardaa et al., [1] , la composition acide de l'huile de figue de barbarie était comparable à celle des huiles très utilisées dans des préparations cosmétologiques comme l'huile de tournesol et d'onagre où l'acide linoléique est majoritaire.
- El Hachimi et al. [2] ,ont réalisé une étude comparative des huiles des graines et de la teneur en acides gras de trois plantes est compris le figuier de barbarie. Les huiles extraites de ce dernier, se révèlent être riches en acides gras insaturés, ce qui suscite un intérêt alimentaire indéniable. L'étude de la fraction saponifiable des huiles de figuier de barbarie démontre qu'elles renferment les mêmes acides gras habituels (oléique, linoléique, palmitique et stéarique), mais avec des proportions variables.
- M. Chaalal et al. [3] ,ont réalisé une étude sur l'extraction des composés phénoliques et activité antioxydante in vitro des graines de figue de barbarie, ils ont trouvé que les conditions d'extraction des extraits de graines de figue de Barbarie influent significativement sur leur efficacité antioxydante et leur teneur en composés phénoliques.
- D'après Medouni et al [4] et al, il a été démontré que les techniques d'extraction sont efficaces pour extraire l'huile des graines de lin, avec des paramètres physico-chimiques et des spectres IR et UV-Visible qui correspondent aux valeurs théoriques, ce qui confirme l'authenticité de l'huile. Selon ces résultats, il est possible d'utiliser l'huile pour la consommation humaine et en cosmétique.
- D'après Cheok C et al [5] ,l'extracteur Soxhlet est idéal pour extraire les composés sensibles à la chaleur, car il utilise un solvant recyclé en continu à basse température, réduisant ainsi la dégradation thermique et produisant des extraits purs et concentrés.

2. Les graines de figuier de barbarie

Les graines de figuier de Barbarie se caractérisent par leur petite taille et leur couleur généralement noire. Elles sont entourées d'une pulpe juteuse et sucrée, qui peut varier en couleur selon la maturité du fruit, allant du vert au jaune orangé. Les graines sont généralement dures et ont une texture croquante.[6]



Figure 3:Les graines de figuier de barabrie

2.1 Les caractéristiques physicochimiques des graines de figuier de barbarie

Les graines de figuier de barbarie sont précieuses dans l'industrie cosmétique pour leur huile riche, offrant hydratation et propriétés anti-âge à la peau. Leur composition en acides gras essentiels, fibres, vitamines et minéraux en fait un ajout bénéfique à la fois pour les soins de la peau et pour l'alimentation, offrant une nutrition complète pour une peau saine et éclatante. [7]

3. Les graines de lin

Les graines de lin *Linum usitatissimum* sont de petite taille, ovales, plates, d'environ 3 à 5 millimètres de long. Ils ont des teintes allant du brun clair au brun foncé, parfois avec des tons de doré. Leur surface est lisse et brillante, ce qui les distingue[8].



Figure 4:Les graines de lin

3.1 Les caractéristiques physicochimiques des graines de lin

Les graines de lin présentent une composition physicochimique remarquable, caractérisée par leur richesse en nutriments essentiels. Principalement constituées de lipides, de protéines et de fibres alimentaires, ces graines sont une source précieuse d'acides gras oméga-3, notamment d'acide alpha-linolénique (ALA), reconnu pour ses bienfaits pour la santé cardiovasculaire. De plus, elles renferment des lignanes, des composés végétaux aux propriétés antioxydantes et hormonales, offrant ainsi un potentiel bénéfique pour la santé. Leur teneur élevée en fibres solubles favorise une digestion saine et contribue au maintien de la régularité intestinale[8].

4. Optimisation de l'extraction des huiles essentielles de figue de barbarie et graines de lin : une approche par le génie chimique

4.1 Types d'extraction

4.1.1 Extraction à froid

La technique de l'extraction à froid consiste à extraire des composés volatils ou lipophiles à une température ambiante ou légèrement inférieure, sans utiliser de chaleur ou de températures de pointe. Grâce à cette méthode, on peut garantir la qualité et l'intégrité des composés qui sont sensibles à la chaleur, tels que les huiles essentielles, les arômes et d'autres substances bioactives présentes dans les extraits végétaux. La préférence est souvent accordée à l'extraction à froid en raison de ses effets sur la préservation des propriétés gustatives et nutritionnelles des extraits obtenus[9].

4.1.2 Extraction par solvant

La méthode de l'extraction par solvant consiste à extraire les composés désirés d'une matière première solide ou liquide en les dissolvant dans un solvant adéquat. Le principe de cette méthode est basé sur la disparité de solubilité des divers composés dans le solvant sélectionné. En général, la matière première est exposée au solvant, ce qui favorise la migration des composés cibles vers la phase liquide du solvant. Après cette étape d'extraction, on sépare le mélange solvant-soluté de la matière première, puis on évapore le solvant afin d'obtenir les composés concentrés sous forme d'extrait. On utilise fréquemment l'extraction par solvant dans différents domaines, tels que la chimie analytique, la pharmacologie et l'agroalimentaire, afin d'isoler et de concentrer une grande variété de composés, tels que les huiles[9].

4.1.3 Extraction par la méthode de Soxhlet

L'extraction par Soxhlet est une méthode traditionnelle d'extraction solide-liquide, facile et adaptée, qui permet de répéter sans fin le processus d'extraction avec un solvant frais jusqu'à ce que le soluté dans la matière première soit complètement épuisé. Cette méthode présente l'avantage de permettre à l'échantillon d'entrer rapidement en contact avec une portion fraîche de solvant, ce qui facilite le transfert de l'équilibre vers le solvant. Après l'extraction, cette méthode ne requiert pas de filtration. La structure de l'appareil Soxhlet est constituée d'une colonne en verre, où est installée une cartouche en papier-filtre épais ou en cellulose, d'une matière de solvant pénétrable, d'un tube siphon et d'un autre de distillation. Le montage consiste à positionner l'extracteur sur un ballon contenant le solvant d'extraction, puis à le surmonter par un réfrigérant[5].

5. Analyse des facteurs influenceurs dans le processus d'Extraction : Exploration des variables clés

Les facteurs qui influent sur le processus d'extraction peuvent varier selon le contexte de l'extraction, mais voici quelques facteurs généraux qui peuvent avoir un impact significatif [9]

- L'efficacité de l'extraction peut être influencée par la composition chimique et physique du matériau à extraire.
- Selon la solubilité des composants cibles, le solvant utilisé dans le processus d'extraction peut être différent.
- La température et la pression peuvent avoir un impact sur la vitesse d'extraction en faisant varier la solubilité des composés dans le solvant.
- La granulométrie du matériau d'origine peut avoir un impact sur la surface de contact entre le solvant et le matériau, ce qui a un impact sur l'efficacité de l'extraction.
- La charge des molécules cibles et donc leur solubilité dans le solvant peuvent être influencées par le pH du milieu.
- La méthode d'agitation utilisée lors de l'extraction peut avoir un impact sur la vitesse et l'efficacité du processus.
- Le rendement de l'extraction peut être influencé par la durée pendant laquelle le matériau est en contact avec le solvant.
- La présence d'impuretés dans le matériau préalable peut avoir un impact sur la sélectivité et l'efficacité de l'extraction.
- La quantité de solvants utilisés peut avoir un impact sur la capacité d'extraction et la pureté des composés extraits.
- Diverses techniques d'extraction, comme l'extraction par solvant, l'extraction par pression, l'extraction par CO₂ supercritique, etc., peuvent influencer des facteurs spécifiques.

Lors de la conception et de l'optimisation des processus d'extraction, il est essentiel de considérer ces éléments afin d'assurer un rendement optimal et une qualité optimale des produits extraits.

CHAPITRE 3

MATERIEL ET METHODES EXPERIMENTALES

Cette partie de travail vise à extraire par différents solvants l'huile essentielle des graines de figuier de barbarie et l'huile essentielle des graines de lin, ainsi l'exploration et la caractérisation de ces deux huiles sous l'angle de leurs applications dans les produits cosmétiques, L'étude pratique a eu lieu au niveau du laboratoire de génie des procédés du Département Génie Des Procédés et Energétique, Ecole National Supérieur de Technologie et d'Ingénierie Annaba.

1 Matériel Végétal

Le fruit de figuier de Barbarie a été récolté de la région de Chlef, réputée pour ses conditions idéales de croissance, tandis que les graines de lin sont achetées sur le marché local, assurant leur fraîcheur et leur authenticité.

- Le choix de ces deux variétés comme sujet d'étude dans le présent travail a été guidé par les nombreuses utilisations traditionnelles qui en sont répertoriées : Les graines de figuier de Barbarie garantir une peau hydratée, nourrie et protégée contre les signes de vieillissement grâce à leur richesse en acides gras essentiels, en vitamines et en antioxydants.
- Les graines de lin offrent une hydratation profonde et apaisante, tout en calmant les irritations cutanées.

2 Prétraitement de la matière végétal

Avant l'extraction, les graines de figuier de barbarie et les graines de lin ont subi le prétraitement suivant :

Lavage

Il consiste à débarrasser les graines de la pulpe et des matières étrangères. Le lavage a été réalisé avec l'eau courante, les graines sont ensuite rincées avec de l'eau distillée.

Séchage

L'opération consiste à diminuer la teneur en humidité des graines pour éviter le développement de moisissures et pour faciliter l'extraction par le solvant.

Broyage

Le but du broyage est d'augmenter la surface de contact entre le solvant d'extraction et la poudre des graines. Il a été effectué à l'aide d'un moulin à café.

Tamisage

Après broyage, nous avons effectué un tamisage à l'aide d'un tamis dans le but d'homogénéiser l'échantillon.

3 Extraction des Huiles essentielles par Soxhlet

Un extracteur Soxhlet est très utilisé en chimie analytique et en chimie organique qui permet de faire l'extraction par solvant continue d'une espèce chimique contenue dans une poudre solide

Le solvant d'extraction est porté à ébullition. Ces vapeurs qui traversent le Soxhlet, sont condensées au niveau du réfrigérant et s'écoulent à travers l'échantillon dans la cartouche. Ce système de distillation-condensation assure au solvant une circulation en continu dans l'échantillon. Un siphon permet au solvant de s'écouler de la cartouche pour retourner dans le ballon. Le solvant peut donc recommencer un nouveau cycle d'évaporation - condensation.

Cette méthode est utilisée pour l'extraction des composés non volatils et semi volatils.

➤ **Avantage :**

- L'échantillon est en contact de manière répétée avec du solvant frais (décharge des solutés déjà extraits).
- L'extraction est effectuée avec du solvant chaud favorisant la dissolution des composés recherchés.
- Aucune filtration n'est nécessaire après l'extraction.

Cette méthode permet une extraction efficace tout en préservant la pureté des échantillons, ce qui en fait un outil précieux en génie chimique

Les solvants que nous avons utilisés pour extraire l'huile essentielles des graines de figuier de barbarie et l'huile essentielle des graines de lin sont l'hexane et l'éther diéthylique. Les caractéristiques de ces deux solvants sont données dans le tableau 1

Tableau 1: Les Caractéristiques des solvants utilisés

	Hexane	Ether diéthylique
Formule Brute	C ₆ H ₁₄	C ₄ H ₁₀ O
Masse Molaire [g/mol]	86,18	74,12
Point D'ébullition °C	68,7	34.6
Point De fusion °C	-95	-116,3
Densité [g/cm³] à 20°C	0,659	0,713
Solubilité Dans l'eau [mg/L] à 25°C	14	6,9×10 ³
Polarité	Apolaire	Polaire

La cartouche contenant la prise d'essai (environ 50 g) est placée dans l'extracteur. Nous versons ensuite dans le ballon 250 ml de solvant. Quand le ballon est chauffé, les vapeurs du solvant passent dans le tube large de l'extracteur, se condensent au niveau du réfrigérant et sont recueillies ensuite dans l'extracteur.

L'opération continue jusqu'à épuisement total de l'huile contenue dans l'échantillon environ 6 heures, La quantité d'huile extraite est déterminée en évaporant le solvant à basse pression à l'aide d'un évaporateur rotatif. Les dernières traces de solvant sont éliminées en plaçant le ballon contenant l'huile extraite dans une étuve. Après refroidissement, le ballon est pesé.

La teneur en huile est calculée selon la relation :

$$\rho(\%) = \frac{m_H}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

Où : m_H : La masse d'huile extraite (g) ;

m_0 : La masse de la prise d'essai (g).

4 Caractérisation des huiles essentielles

4.1 Examen organoleptique

L'examen organoleptique est l'un des critères d'évaluation de la qualité des huiles. Il porte sur l'odeur, la couleur et l'aspect à 20 °C.

4.2 Analyses chimiques

4.2.1 L'indice d'acide

L'indice d'acide I_A est le nombre qui exprime en milligrammes la quantité d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides libres présents dans un gramme de substance.

La méthode utilisée est celle décrite par la norme AFNOR NF T60-204[10]

Mode opératoire : On pèse avec précision 0,5 g d'H.E et on les dissout dans 5 ml d'éthanol puis on ajoute 3 gouttes de phénolphaléine comme indicateur coloré, ensuite on neutralise le liquide avec la solution de KOH (0,1N) contenu dans une burette. Nous poursuivons l'addition jusqu'à ce que la solution vire au rose, nous mettons ensuite le volume de la solution de KOH utilisé.

L'indice d'acide (I_A), est calculé par la formule suivante :

$$I_A = \frac{V \times 56,1 \times N}{m} \quad (2)$$

Où : 56,1 : La masse molaire (g/moles) de l'hydroxyde de potassium(KOH).

V : Le volume (ml) d'hydroxyde de potassium utilisé.

N : La normalité de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée.

m : La masse en grammes de la prise d'essai.

4.2.2 Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est le nombre de microgrammes d'oxygène actif contenus dans un gramme de corps gras et susceptibles d'oxyder l'iodure de potassium. Il est exprimé en (méqO₂/kg d'huile)

La méthode utilisée est celle décrite par la norme AFNOR NF T60-220[10]

Mode opératoire : On pèse environ 1 g d'huile dans un erlenmeyer de 250 ml auquel on ajoute 10 ml de chloroforme et 15 ml d'acide acétique et 1 ml d'une solution aqueuse saturée d'iodure de potassium. On agite pendant une minute et nous mettons à l'obscurité pendant 5mn. Ensuite, on ajoute 75 ml d'eau distillée en agitant rigoureusement et quelques gouttes d'empois d'amidon. Le dosage se fait alors avec une solution de thiosulfate de sodium 0,01 N. Un essai à blanc sans l'huile est effectué parallèlement au premier essai.

L'indice de peroxyde (I_P), est calculé par la formule suivante :

$$I_P = \frac{(V-V_0) \times N \times 1000}{m_H} \quad (3)$$

Où : V : Le volume de Na₂S₂O₃ utilisé dans l'essai (ml),

V₀ : Le volume de Na₂S₂O₃ utilisé dans l'essai à blanc (ml),

N : La normalité de Na₂S₂O₃,

m_H : La masse de la prise d'essai d'huile (g).

4.2.3 Indice de saponification

C'est le nombre de mg de potasse nécessaire pour neutraliser les acides et saponifier les esters contenus dans un gramme de lipide à chaud. L'indice de saponification est exprimé en mg de KOH/g d'huile.

La méthode utilisée est celle décrite par la norme AFNOR NF T60-206[10]

Mode opératoire : On pèse 2 g d'huile et on ajoute 25 mL d'une solution d'hydroxyde de potassium (KOH) de 0,5 M. Ensuite, on chauffe doucement la solution à reflux pendant environ 1 heure et on laisse refroidir la solution. On ajoute 2 à 3 gouttes d'indicateur phénolphthaléine et on titre avec une solution d'acide chlorhydrique (HCl) de 0,5M jusqu'à la disparition de la couleur rose de l'indicateur.

L'indice de saponification (I_S), est calculé par la formule suivante :

$$I_S = \frac{V \times 56.1 \times N}{m} \quad (4)$$

Où : 56,1 : La masse molaire (g/moles) de l'hydroxyde de potassium (KOH).

V : Le volume (ml) de la solution titrée de HCl utilisé pour le titrage.

N : La normalité de la solution titrée de HCl.

m : La masse en grammes de la prise d'essai.

4.3 Analyse physique

4.3.1 L'indice de réfraction

L'indice de réfraction est particulièrement utile car il nous renseigne sur l'état de dégradation d'une huile. En effet, la présence d'acides gras libres abaisse fortement l'indice de réfraction. Il est déterminé à l'aide d'un réfractomètre à température 20°C selon la norme AFNOR NF T60-206[1]

Si la différence entre la température de mesure t et la température de référence t' (20°C) est inférieure à 3°C, l'indice de réfraction η_D à la température de réfraction t'est donné par la formule suivante :

$$\eta_D^{20} = \eta_D^t + 0,0003(t - 20) \quad (5)$$

Où : η_D^{20} : L'indice de réfraction à la température 20°C ;

η_D^t : La valeur de lecture à la température à laquelle a été effectuée la détermination ;

t : La température à laquelle a été effectuée la détermination.

4.3.2 La densité

C'est une grandeur physique qui caractérise les corps liquides par unité de volume. Elle permet le contrôle de la pureté de l'huile extraite. Elle renseigne également sur le groupe auquel appartient une huile [11]. Sa détermination se fait à l'aide d'un pycnomètre selon la norme NF ISO 6883.[1]

Mode opératoire : On pèse le pycnomètre propre et sec. Ensuite, on le remplit avec d'eau distillée et on pèse la masse .On refait la même expérience mais cette fois on remplit le pycnomètre avec une quantité de l'huile.

La densité relative (d^{20}) est calculée par la formule suivante :

$$d^{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \quad (6)$$

Où : m_0 : La masse du pycnomètre vide ;

m_1 : La masse du pycnomètre et de l'eau.

m_2 : La masse du pycnomètre et d'huile essentielle.

Dans le cas où l'expérience est effectuée à une température (T) différente à 20°C, nous devons ajouter le facteur de correction suivant la formule ci-dessous :

$$d^{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} + 0,0007(T - 20) \quad (7)$$

4.3.3 Activité antioxydante

Le principe de ce test se résume en la capacité de l'extrait à réduire le radical libre DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) de couleur violette foncée, qui se transforme en coloration jaunâtre (après réduction). Cette décoloration est mesurable par spectrophotométrie [12]. Le test de DPPH a été réalisé suivant la méthode décrite par BEKTAS, T et al [13]. Une série de concentration d'extrait est préparée de 150 à 5 mg/ml dans le méthanol, 25µl des solutions d'extraits sont ajoutés à 975µl DPPH, le mélange est laissé à l'obscurité pendant 30 min et la décoloration par rapport au contrôle négatif contenant la solution de DPPH et du méthanol est mesurée à 517 nm. L'activité antiradicalaire est estimée selon l'équation ci-dessous :

$$\% \text{ Activité antiradicalaire} = \frac{Abs_{Contrôle} - Abs_{échantillon}}{Abs_{Contrôle}} \times 100 \quad (8)$$

CHAPITRE 4

RESULTATS ET DISCUSSION

Dans ce chapitre, nous présenterons les principaux résultats expérimentaux obtenus lors de l'étude comparative entre différents solvants d'extraction de deux huiles essentielles à savoir l'huile essentielle des graines de figuier de barbarie et l'huile essentielle des graines de lin. Les huiles ont ensuite été analysées par plusieurs techniques de caractérisation. Les résultats sont discutés et comparés avec ceux de la littérature.

1 Rendement d'extraction des huiles essentielles

En entamant l'analyse des huiles essentielles extraites des graines de figuier de barbarie et des graines de lin par la méthode de Soxhlet, nous aborderons les rendements. L'objectif est de déterminer l'efficacité de cette méthode pour obtenir des huiles essentielles de qualité à partir de ces deux sources de graines.

Les résultats de l'extraction de l'huile de figuier de barbarie (H.F.B) et l'huile de lin (H.L) avec les deux solvants sont donnés dans la figure 3.

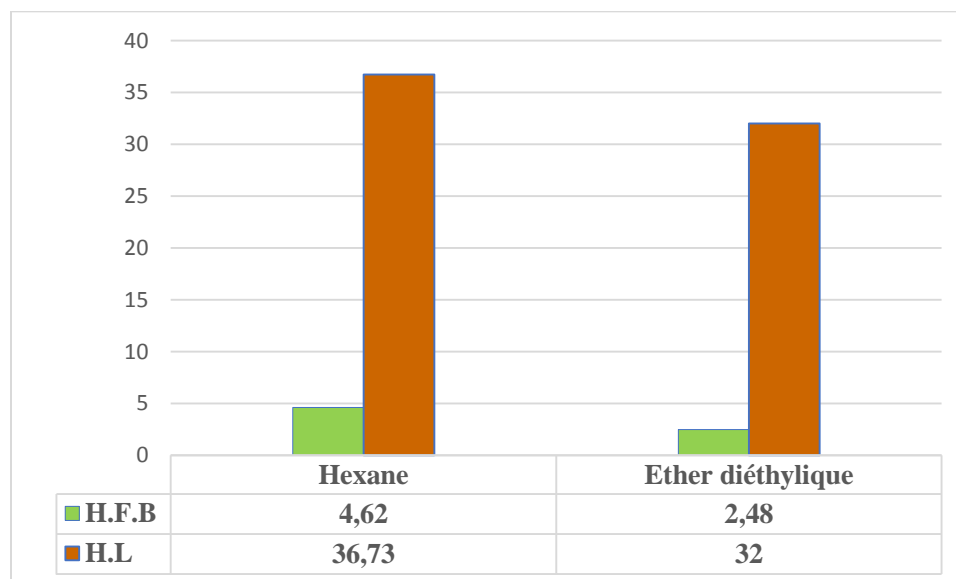


Figure 5:Rendement des huiles essentielles extraites

Les résultats montrent que la quantité d'huile extraite dépend de la nature du solvant utilisé. En effet l'hexane extrait plus de matières grasses que l'éther diéthylique. Les variations peuvent s'expliquer par les différentes propriétés (polarité, constante diélectrique, température d'ébullition), caractérisant chaque solvant utilisé.

Par rapport au rendement de l'H.L extraite avec de l'hexane cité dans la bibliographie, nous constatons que notre résultat est semblable à celui obtenu par Amrouche,A [14]qui est égal à 39,96%.

Belmiloid M [15] rapporte un rendement plus important que le nôtre en H.F.B qui est de 7,27% et 7,41% avec du l'hexane et l'éther diéthylique respectivement. Par ailleurs Tlili N et al [16] ont obtenu une teneur en huile essentielle figuier de barbarie, de l'ordre de 5,5% avec un solvant apolaire qui est l'éther de pétrole.

Selon El Hachimi et al [17], le faible rendement d'extraction des huiles essentielles des graines de figuier de barbarie peut être dû à plusieurs facteurs, notamment une faible teneur en huile dans les graines, des variations dans la composition chimique des graines.

2 Caractérisation des huiles essentielles

2.1 Examen organoleptique

L'examen organoleptique est l'un des critères d'évaluation de la qualité des huiles. Il porte sur l'odeur, la couleur et l'aspect à 20 °C.

Les deux huiles essentielles analysées sont de nature liquide, de couleur jaunâtre avec une odeur très variable agréable (Tableau 2 et Tableau 3).

Tableau 2:Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle des graines de figuier de barbarie

Caractère organoleptique	Huile extraite par		Selon la norme AFNOR
	Hexane	Ether diéthylique	
Aspect	Liquide limpide	Liquide limpide	Liquide limpide
Couleur	Jaune doré	Jaune doré	Jaune doré
Odeur	Fraiche, végétale	Fraiche, végétale	Fraiche, végétale

Tableau 3:Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle des graines de lin

Caractère organoleptique	Huile extraite par		Selon la norme AFNOR
	Hexane	Ether diéthylique	
Aspect	Liquide limpide	Liquide limpide	Liquide limpide
Couleur	Jaune claire	Jaune claire	Jaune v
Odeur	Végétale, légère	Végétale, légère	Végétale, légère

L'analyse des résultats présentés dans les deux tableaux précédents montre que les HE's extraites dans notre étude sont conformes aux normes AFNOR

2.2 Analyses chimiques

Nous avons regroupé dans le tableau 3, les résultats de l'indice d'acide (I_A), de l'indice de peroxyde (IP), de l'indice de saponification (I_S).

Tableau 4: Indice d'acide (I_A), indice de peroxyde (IP), indice de saponification (I_S) des huiles étudiées

		IA(mg KOH/g d'huile)	IP(méqO ₂ /kg d'huile)	IS(mg KOH/g d'huile)
Huile des graines de figuier de barbarie extraite par	Hexane	0.0942	23	166,89
	Ether diéthylique	0.0830	21	182,83
Huile des graines de lin extraite par	Hexane	0.0078	1	277,69
	Ether diéthylique	0.0078	4	283,3

2.2.1 Indice d'acide

Le corps gras est l'un des composés le plus altérable, la présence d'eau ou d'air peut entraîner respectivement des phénomènes d'hydrolyses et d'oxydations d'après OLLÉ, M [18]

L'indice d'acide est un paramètre de qualité, une acidité libre très élevée rend l'huile brute très fragile à l'oxydation. La connaissance d'indice d'acide d'une huile est considérée comme un bon moyen pour savoir son degré d'altération.

La valeur de l'indice d'acide de l'huile de figuier de barbarie étudiée est de 0,09 mg KOH/g d'huile, c'est une valeur proche avec celle trouvé par Bensaad A et al [19].

L'huile de lin présente un indice d'acide 0.0078 mg KOH/g d'huile qui est inférieur à celui obtenu par Ammrouch [14](3.08). L'indice d'acide des graines de lin est faible en raison de leur forte teneur en acides gras insaturés, notamment en acide alpha-linolénique (ALA), un type d'oméga-3. Ces résultats sont compatibles avec Rombot N et al [20]

Un faible taux d'acidité contribue à donner à l'huile une plus grande stabilité face à l'oxydation par l'air et il est probablement due à la faible teneur en acides libres, qui ne sont pas altérées lors de l'extraction de l'huile et de sa conservation. Ceci s'explique par le phénomène d'hydrolyse des esters qui engendre ces acides avec le temps.

Le type de sols a une influence sur l'augmentation ou la diminution de l'indice d'acide, les sols légers et sablonneux-limoneux ayant des pH légèrement acide (5,1 – 6,7) affectent l'indice d'acide des huiles des végétaux poussant sur ces sols d'après Berrahil et al [21].

Notons que le solvant n'a aucune influence sur l'indice d'acide des deux huiles extraites.

2.2.2 Indice de peroxyde

Lorsque l'oxygène de l'air est présent, les acides gras insaturés qui composent les corps gras s'oxydent en peroxydes. L'indice de peroxyde est un critère de qualité, il permet de voir l'état d'oxydation des huiles et de contrôler les premières étapes de l'altération oxydative, il est lié aux conditions de conservation et aux modes d'extraction. C'est un critère extrêmement précieux et sensible pour évaluer les premières étapes d'une dégradation oxydative.

Le tableau 3 montre que la valeur de l'indice de peroxyde trouvée dans cette étude pour l'huile essentielle de figuier de barbarie est de l'ordre de 23 méqO₂/Kg d'huile extraite par l'hexane tandis que celle extraite par l'éther diéthylique est de l'ordre de 21 méqO₂/Kg d'huile, ces valeurs sont proches de celle trouvée par Belmiloud M [15] qui sont de l'ordre de 20 méqO₂/Kg d'huile extraite par l'hexane et 25 méqO₂/Kg d'huile extraite par l'éther diéthylique.

La valeur de l'indice de peroxyde trouvée dans cette étude pour l'huile de lin est de l'ordre de 1 méqO₂/Kg d'huile extraite par l'hexane et 4 méqO₂/Kg d'huile extraite par l'éther diéthylique, cette valeur est comparable avec celle trouvée par Ammrouch A [14] qui est de 4.74 4 méqO₂/Kg.

2.2.3 Indice de saponification

L'indice de saponification est en relation avec la longueur des acides gras constituants de l'huile. La détermination de l'indice de saponification de l'huile des graines de figuier de barbarie extraite par l'hexane a donné une valeur égale à 166,89 mg KOH/g et 182,83 mg KOH/g de celle extraite par l'éther diéthylique. Ces valeurs sont comparables à celle de El Mannoubi I et al [22], qui est de l'ordre de 173,30 mg KOH /g avec l'hexane, et ils sont en accord avec celle trouvée par Belmiloud [15] avec les deux solvants.

L'indice de saponification de notre huile de lin 277,68 et 283,3mg KOH/g extraite avec l'hexane et l'éther diéthylique respectivement sont inférieurs de celui trouvé par Ammrouch A [14] qui est de 191.1 et de Gruia A et al [23] qui est de 190 mg KOH/g.

L'indice de saponification est d'autant plus élevé que la chaîne hydrocarbonée des acides gras est courte. De ce point de vue, on peut affirmer que nos huiles possèdent des acides gras de chaînes hydrocarbonées plus ou moins courtes.

Un indice de saponification élevé indique que les huiles ont une teneur élevée en triglycérides et sont donc très utiles en cosmétologie d'après Gharbi, S et al [24].

2.3 Analyse physique

2.3.1 Indice de Réfraction

L'indice de réfraction est un critère important de pureté de l'huile et il est proportionnel au poids moléculaire des acides gras de l'huile. Il varie de façon intéressante selon le degré d'insaturation des lipides et peut nous donner une idée sur la prédominance d'un acide gras insaturé sur un autre dans l'huile. Généralement, l'indice augmente avec l'insaturation ou la présence de produit secondaire d'après Keleskind [25]

L'indice de réfraction des huiles est donné par le tableau 5.

Tableau 5:Indice de réfraction à 20°C

	Huile de figuier de barbarie	Huile de lin
Hexane	1,4721	1,4821
Ether diéthylique	1,4762	1,4824

Les résultats obtenus montrent qu'il n'y a pas une différence significative des valeurs de l'indice de réfraction des huiles étudiées. Ceci montre qu'il n'y a pas une grande variation de l'état d'insaturation des huiles analysées.

L'indice de réfraction de notre huile de figuier de barbarie est de 1,472 cette valeur est en accord avec d'autres auteurs El Mannoubri et al[26], qui donnent une valeur de l'indice de réfraction est respectivement de l'ordre 1,4710 et 1,4750.

La valeur de l'indice de réfraction de notre huile de lin est de 1.48, alors que Gruia A et al [23] ont déterminé une valeur de 1.4594.

La différence de l'indice de réfraction des huiles extraites par l'hexane et l'éther diéthylique peut être interprétée probablement par la présence, dans les deux huiles extraites, de substances mineures différentes. Nous pouvons dire donc, que ces différences ne sont pas dues à un changement de l'état d'insaturation des huiles au cours de l'extraction.

2.3.2 La densité

La densité est un critère physique qui permet de contrôler la pureté d'une huile extraite, elle a aussi un rapport direct avec la composition de l'huile. La densité des huiles est donnée par le tableau 6.

Tableau 6:La densité à 20°C

	Huile de figuier de barbarie	Huile de lin
Hexane	0,920	0,905
Ether diéthylique	0,910	0,904

La densité de l'huile de figuier de barbarie étudiée est de 0,920 avec l'hexane et de 0,910 avec l'éther diéthylique, cette valeur concorde avec celle rapportée par EL MANNOUBI, I et al [22] qui est de 0,904, et celle rapportée par ENNOURI, et al [27] qui est de 0,903.

L'huile de lin extraite par l'hexane possède une densité 0.905 et 0,904 pour celle extraite par l'éther diéthylique, ce qui est proche à celle trouvée par Amrouche, A [14] qui est de l'ordre de 0.932.

2.3.3 Activité antioxydante

La mesure de l'absorbance a été effectuée par spectrophotométrie à 517 nm. À partir des valeurs obtenues, nous avons calculé les pourcentages d'inhibition en utilisant la formule donnée auparavant. Les valeurs obtenues ont permis de tracer les courbes de la figure 4, qui représentent la variation du pourcentage d'inhibition en fonction des concentrations de différents extraits.

Les résultats obtenus pour chaque extrait testé sont comparés à ceux obtenus pour l'acide ascorbique pris comme un antioxydant standard (contrôle positif) dont l'absorbance a été mesuré dans les mêmes conditions que les échantillons,

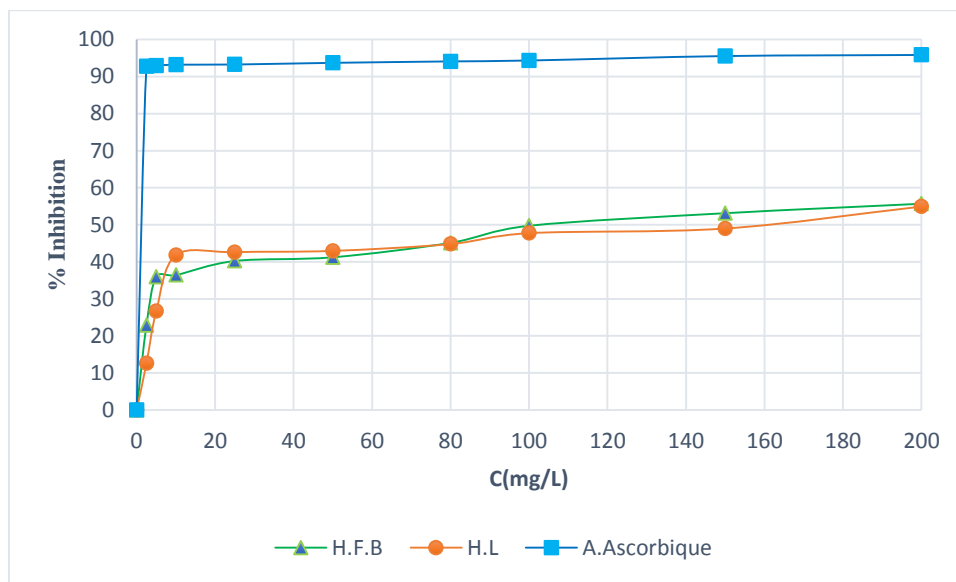


Figure 6: Le % d'inhibition de DPPH en fonction des concentrations de différents extraits des huiles

Nous avons déterminé graphiquement la concentration correspondante à 50 % d'inhibition (IC_{50}), qui constitue l'efficacité de l'activité antioxydante des différents extraits étudiés.

Tableau 7: Les valeurs d'IC₅₀ des différentes huiles extraites

Extrait	IC₅₀ (mg/L)
Huile essentielle de figuier de barbarie	95
Huile essentielle de lin	160
Acide Ascorbique	1

La valeur IC₅₀ est inversement liée à la capacité antioxydante d'un composé, car elle exprime la quantité de l'antioxydant nécessaire pour diminuer 50% de la concentration du radical et donc, plus la valeur d'IC₅₀ est basse, plus l'activité antioxydante est grande [28]

Selon les résultats enregistrés, l'huile essentielle de figuier de barbarie et l'huile essentielle de lin, sont dotés d'un pouvoir antioxydant important, leurs IC₅₀ respectives sont : 95 et 160 mg/L, mais relativement faible que celle d'acide ascorbique dont la valeur est l'ordre de 1mg/L. L'IC₅₀ et l'activité antioxydante des huiles testées sont inversement proportionnels.

L'activité antioxydante de ces deux huiles essentielles peut être attribuée à leur contenu élevé en composés phénoliques. Ces composés phénoliques ont démontré une activité anti-radicalaire, qui dépend de leur structure chimique et de la présence de groupes hydroxyle (OH) [15].

Ces résultats mettent en évidence les propriétés antioxydantes potentielles des deux huiles essentielles, suggérant qu'elles pourraient être une source prometteuse d'antioxydants suggérant ainsi leur utilisation potentielle dans diverses applications liées à la santé et à la cosmétique.

CONCLUSION

L'idée directrice de notre étude a consisté à extraire l'huile de *Opuntia ficus-indica* dite figuier de barbarie et l'huile de *Linum usitatissimum* dite le lin par deux types de solvants, polaire et apolaire, à déterminer ses propriétés physico-chimiques, ainsi que l'activité antioxydante des huiles extraites. Les résultats de l'extraction par la méthode de Soxhlet des huiles ont montré que la nature du solvant influe sur le taux d'extraction. L'hexane, solvant apolaire, extrait plus de matières grasses que l'éther diéthylique.

La détermination des propriétés physico-chimiques (la densité, l'indice de réfraction, l'indice d'acide, l'indice de saponification et l'indice de peroxyde) d'huile recueillie nous a conduits à des valeurs conformes aux normes établies par le codex alimentarius et proches de certains travaux antérieurs.

On n'a pas noté de différence notable entre les valeurs de l'indice de réfraction des huiles extraites par les deux solvants. Ceci indique que l'état d'insaturation de ces huiles n'est pas affecté par le type de solvant utilisé.

L'analyse chimique a montré que l'huile essentielle de lin est moins acide et peu oxydée par rapport à l'huile essentielle de figuier de barbarie.

L'indice de saponification de toutes les huiles extraites est relativement important. Ce qui conforte les deux huiles dans des usages à des fins cosmétiques, pharmaceutiques, etc.

En outre, les résultats de l'évaluation de l'activité antioxydante des huiles révèlent un pouvoir antioxydant puissant en le comparant à l'antioxydant de référence qui est l'acide ascorbique.

L'approche élaborée lors de ce travail s'est révélée parfaitement adaptée à nos objectifs. Le travail réalisé représente une initiation à la recherche des huiles naturelles à intérêt thérapeutique et avec un large domaine d'utilisation.

Il serait intéressant de développer des axes de recherche allant dans le sens de valoriser ces ressources, nous nous sommes fixés comme perspectives à ce travail :

- ✓ D'analyser ces huiles par CPG/SM (chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse), puis d'affiner l'analyse sur l'insaponifiable car il pourrait renfermer de nombreuses molécules « intéressantes ».
- ✓ D'effectuer une étude toxicologique pour la valoriser comme huile végétale comestible.
- ✓ De faire des études comparatives avec différentes méthodes d'extraction.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] S. Bardaa, F. Aloui, R. Ben Mansour, H. Jabeur, M. Bouaziz, and Z. Sahnoun, “Caractérisation physicochimique de l’huile de l’Opuntia ficus indica (L.) de la Tunisie et évaluation de ses activités anti-oxydante, antibactérienne et cytotoxique,” *Journal of Arid Arboriculture and Olive Growing*, vol. 1, no. 2, pp. 9–30, 2022.
- [2] E. Hachimi, F. El Hachimi, A. El Antari, M. Boujnah, A. Bendrisse, and C. Alfaiz, “Comparaison des huiles des graines et de la teneur en acides gras de différentes populations marocaines de jujubier, de grenadier et de figuier de barbarie [Comparison of oils seed and fatty acid content of various Moroccan populations of jujube, grenadier and prickly pear],” *J. Mater. Environ. Sci*, vol. 6, no. 5, pp. 1488–1502, 2015.
- [3] M. Chaalal, N. Touati, and H. Louaileche, “Extraction of phenolic compounds and in vitro antioxidant capacity of prickly pear seeds,” *Acta Botanica Gallica*, vol. 159, no. 4, pp. 467–475, Dec. 2012, doi: 10.1080/12538078.2012.758495.
- [4] S. Medouni-Adrar *et al.*, “Optimization of the recovery of phenolic compounds from Algerian grape by-products,” *Ind Crops Prod*, vol. 77, pp. 123–132, Dec. 2015, doi: 10.1016/J.INDCROP.2015.08.039.
- [5] C. Y. Cheok, H. A. K. Salman, and R. Sulaiman, “Extraction and quantification of saponins: A review,” *Food Research International*, vol. 59, pp. 16–40, May 2014, doi: 10.1016/J.FOODRES.2014.01.057.
- [6] Marc. Schweizer, *Docteur Nopal : médecin du bon Dieu*. APB, Aloe plantes et beauté, 1999.
- [7] A. Mazari and A. Mahdeb, “Importance nutritionnelle et agro-économique des produits issus du figuier de barbarie : revue de la littérature,” 2021.
- [8] J. Daun a, V. Barthet a, T. Chornick a, and S. Duguid b, “Structure, Composition, and Variety Development of Flaxseed,” *Flaxseed in Human Nutrition, Second Edition*, Sep. 2003, doi: 10.1201/9781439831915.CH1.
- [9] L. Wang and C. L. Weller, “Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants,” *Trends Food Sci Technol*, vol. 17, no. 6, pp. 300–312, Jun. 2006, doi: 10.1016/J.TIFS.2005.12.004.

- [10] *AFNOR (Agence Française de Normalisation), Recueil de normes : les huiles essentielles. Tome 2. Monographies relatives aux huiles essentielles, Paris, (2000) 661 -663 p.*
- [11] *WOLFF, Jean Pierre. Manuel d'analyse des corps gras. Tokyo University of Fisheries, 1968.*
- [12] *BRAND-WILLIAMS, Wendy, CUVELIER, Marie-Elisabeth, et BERSET, C. L. W. T. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. LWT-Food science and Technology, 1995, vol. 28, no 1, p. 25-30.*
- [13] *BEKTAS, T., DIMITRA, Da, ATALAY, S., et al. Antimicrobial and antioxidant activities of essential oil and various extracts of Salvia tomentosa Miller. Food Chemistry, 2005, vol. 90, p. 333-340.*
- [14] A. Illah. Amrouche, “Etude In Vitro De L’effet Antifongique Des Huiles Extraites De Plantes Medicinales Et Leurs Effets Chez Des Rats Wistar Contamines Par Les Mycotoxines. 2014. Université Abou Bekr Belkaid - Tlemcen, Thèse de Doctorat”.
- [15] M. BELMILOUD, . “Extraction et caractérisation physico-chimique des huiles des graines de figue de barbarie. 2013. Thèse de doctorat. UMMTO”.
- [16] N. B. A. E. W. et al TLILI, “al. Phenolic compounds, protein, lipid content and fatty acids compositions of cactus seeds. Journal of Medicinal Plants Research, 2011, vol. 5, no 18, p. 4519-4524.”.
- [17] E. Hachimi, F. El Hachimi, A. El Antari, M. Boujnah, A. Bendrisse, and C. Alfaiz, “Comparaison des huiles des graines et de la teneur en acides gras de différentes populations marocaines de jujubier, de grenadier et de figuier de barbarie [Comparison of oils seed and fatty acid content of various Moroccan populations of jujube, grenadier and prickly pear],” *J. Mater. Environ. Sci*, vol. 6, no. 5, pp. 1488–1502, 2015.
- [18] M. OLLÈ, “Direction de la concurrence, de la consommation et de répression des fraudes interrégionales de Montpellier. Dossier P3325, Technique d’analyse, 2002...”
- [19] A. Bensaad and A. Benzerrouk, “Optimisation de l’extraction des huiles essentielles de Mentha pulegium L. récolté dans la région de Tiaret et caractérisation de leur qualité physico-chimique,” Jul. 2021, Accessed: Jun. 13, 2024. [Online]. Available: <http://dspace.univ-tiaret.dz:80/handle/123456789/7349>

- [20] N. Rombaut, "Etude comparative de trois procédés d'extraction d'huile : aspects qualitatifs et quantitatifs : application aux graines de lin et aux pépins de raisin," 2013.
- [21] B. et M. S. BERRAHIL EL-KATTEL, "Etude physico-chimique de l'huile des graines de figues de barbarie. 2019".
- [22] I. , B. S. , S. T. , et al EL MANNOUBI, . "Characterization of *Opuntia ficus indica* seed oil from Tunisia. *Chemistry of Natural Compounds*, 2009, vol. 45, no 5, p. 616-620".
- [23] A. R. D. N. , D. D. , et al de GRUIA, . "Fatty acids composition and oil characteristics of linseed (*Linum Usitatissimum* L.) from Romania. *Journal of Agroalimentary Processes and Technologies*, 2012, vol. 18, no 2, p. 136-140".
- [24] S. , H. H. , C. Z. , et al GHARBY, "Physicochemical composition and oxidative stability of *Opuntia ficus-indica* seed oil from Morocco. In : VIII International Congress on Cactus Pear and Cochineal 1067. 2013. p. 83-88..".
- [25] A. (ed. KARLESKIND, "Manuel des corps gras. Technique et Documentation-Lavoisier, 1992.".
- [26] I. , B. S. , S. T. , et al EL MANNOUBI, "Characterization of *Opuntia ficus indica* seed oil from Tunisia. *Chemistry of Natural Compounds*, 2009, vol. 45, no 5, p. 616-620 et ENNOURI, Monia, EVELYNE, Bourret, LAURENCE, Mondolot, et al. Fatty acid composition and rheological behaviour of prickly pear seed oils. *Food Chemistry*, 2005, vol. 93, no 3, p. 431-437".
- [27] M. E. B. L. M. et al ENNOURI, "Fatty acid composition and rheological behaviour of prickly pear seed oils. *Food Chemistry*, 2005, vol. 93, no 3, p. 431-437".
- [28] D. F.-P. M. S. M. M. L. et al VILLANO, "Radical scavenging ability of polyphenolic compounds towards DPPH free radical. *Talanta*, 2007, vol. 71, no 1, p. 230-235.".