



République algérienne démocratique et populaire

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique



Université Larbi Tébessi-Tébessa

Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie

Département : Sciences de la matière

Mémoire de Master

Domaine : Sciences de la matière

Filière : Chimie

Option : Chimie des produits Naturels

THÈME:

***Eco-Extraction Des Colorants Naturelles à
Partir des Plantes***

Présenté par :

Mr: MESSALI Abdallah

Mr: DJABRI Abdellatife

Devant les membres du jury :

SOUDANI	Kaouthar	MAA	Université de Tébessa	Président
BENREGGA	Fatima Zohra	MCA	Université de Tébessa	Examineur
BELGHIT	Chafik	MCA	Université de Tébessa	Encadreur

Soutenue le :2021/2022



Université Larbi Tébessi- Tébessa

Faculté des sciences exactes et des sciences de la nature et de la vie

Département de Sciences de la Matière

Filière : Chimie

Année universitaire 2021/2022



Déclaration sur l'honneur de non-plagiat (A joindre obligatoirement avec le mémoire)



Je, soussigné(e)

Nom et prénom :

Messali Abdallah

Régulièrement inscrit (e) :

Master 02

N de carte d'étudiant :

2011 40 12 593

Année universitaire :

2021 / 2022

Domaine :

Sciences de la Matière

Filière :

Chimie

Spécialité :

Chimie des produits Naturels

Intitulé :

Atteste que mon mémoire est un travail original et que toutes les sources utilisées ont été indiquées dans leur totalité, je certifie également que je n'ai ni copié ni utilisé des idées ou des formulations tirées d'un ouvrage, article ou mémoire, en version imprimée ou électronique, sans mentionner précisément leur origine et que les citations intégrales sont signalées entre guillemets.

Sanctions en cas de plagiat prouvé :

L'étudiant sera convoqué devant le conseil de discipline, les sanctions prévues selon la gravité de plagiat sont :

- L'annulation du mémoire avec possibilité de refaire sur un sujet différent.
- L'exclusion d'une année de Master.
- L'exclusion définitive.



Fait à Tébessa, le :

Signature de l'étudiant (e)





Université Larbi Tébessi- Tébessa
Faculté des sciences exactes et des sciences de la nature et de la vie
Département de Science de la Matière
Filière : chimie
Année universitaire 2021/2022



Déclaration sur l'honneur de non-plagiat (A joindre obligatoirement avec le mémoire)

Je, soussigné(e)

Nom et prénom : Djabri Abdelatif

Régulièrement inscrit (e) : Master

N de carte d'étudiant : 15/1534020835

Année universitaire : 2021/2022

Domaine : Science de la Matière

Filière : chimie

Spécialité : chimie produit Naturelle

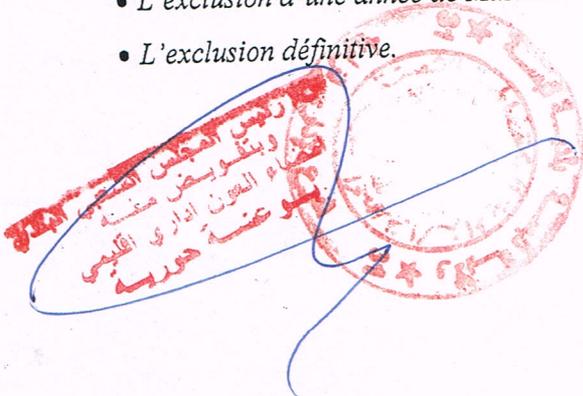
Intitulé : Eco-Extraction des Colorants Naturelles a Partir de Plantes

Atteste que mon mémoire est un travail original et que toutes les sources utilisées ont été indiquées dans leur totalité, je certifie également que je n'ai ni copié ni utilisé des idées ou des formulations tirées d'un ouvrage, article ou mémoire, en version imprimée ou électronique, sans mentionner précisément leur origine et que les citations intégrales sont signalées entre guillemets.

Sanctions en cas de plagiat prouvé :

L'étudiant sera convoqué devant le conseil de discipline, les sanctions prévues selon la gravité de plagiat sont :

- L'annulation du mémoire avec possibilité de refaire sur un sujet différent.
- L'exclusion d'une année de Master.
- L'exclusion définitive.



Fait à Tébessa, le :

Signature de l'étudiant (e)





Université Larbi Tébessi - Tébessa

Faculté des sciences exactes et des sciences de la nature et de la vie

Département : Sciences de la matière

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie produits naturels

Année universitaire : 2021/2022



Formulaire de levée de réserves après soutenance d'un Mémoire de Master

Données d'identification du candidats (es) :

Nom et prénom du candidat : Messali Abdallah, Djabri Abdelatif

Intitulé du Sujet :

Eco - Extraction des colorants naturels à partir
des plantes.

Données d'identification du membre de jury :

Nom et prénom : Bewregga Fatima Zohra.

Grade : MCA.

Lieu d'exercice : Université Larbi Tébessi - Tébessa-

Vu le procès-verbal de soutenance de la thèse sus citée comportant les réserves suivantes :

Après examination du jury il y a eu lieu
à des réserves sur la partie experim-
entale.

Et après constatation des modifications et corrections suivantes :

Il y a eu des parties qui n'ont pas été
corrigées de point de vue sens et
forme juste de phrase de la partie
experimentale. Reste à finaliser ces corrections

Je déclare en ma qualité de président de jury de soutenance que le mémoire cité remplit toutes les conditions exigées et permet au candidat de déposer son mémoire en vue de l'obtention de l'attestation de succès.

Le :

Président de jury de soutenance : (Nom/Prénom et signature)

Soudani Kauter 13/07/2022
[Signature]

Remerciement

Remerciement

Nous remercions tout d'abord, de plus profond de nos cœurs, notre Dieu le tout puissant de nous avoir donné le courage et la volonté d'achever ce modeste travail.

Nous tenons à remercier chaleureusement notre directeur de mémoire

M. **BELGHIT Chafik** Enseignant conférencier de classe "B" à l'Université Larbi Tébessi, Tébessa, pour sa présence, sa patience et sa compréhension. Nous le remercions aussi pour ses précieux conseils, son soutien à chaque instant et ses qualités scientifiques et humaines.

Nos sincères remerciements à Mr. **SOUDANI Kaouthar** maitre-assistant classe A à l'Université de Tébessa d'avoir accepté la présidence du jury pour ce travail.

Nous tenons à remercier Mr. **BENREGGA Fatima Zohra**, maitre de conférence classe A à l'Université de Tébessa pour avoir accepté d'être partie du jury de ce mémoire.

Un grand merci à M. **CHRAIET ZIN ELABIDINE** et M. **MANSOURI LAKHDER** et **BOUDIBA SAMEH** pour ses aides précieuses dans l'élaboration de ce travail.

Un grand merci à mon copain **LEMITA SAAD**

Et un merci spécial à **REDJEMI YEHYA** pour son aide

Et grand merci à **PAPA** pour son assistance au niveau de laboratoire

Dédicace

En mémoire de ceux qui se sont sacrifiés pour mon éducation et
ont tout fait pour ma réussite, chère maman.

A mon père, que Dieu lui fasse miséricorde

A toute ma famille, que Dieu leur accorde santé, bonheur et
réussite.

A tous mes amis, que Dieu leur accorde santé, bonheur et
réussite

MESSALI ABDALLAH

À mes chers parents,
Pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur
soutien tout au long de mes études,

À mes chères sœurs,
Pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral

À mes chers frères,
Pour leur appui et leur encouragement,
A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon
parcours
universitaire

DJABRI ABDELATIF

ملخص

الطبيعة تزخر بالعديد من الموارد التي يستخدمها الإنسان في حياته اليومية، ونظرا لما وصل إليه العلم من تطور صار الاعتماد على المواد الاصطناعية أكثر وهذا يرجع بالسلب على الصحة العامة، حيث ركزنا في عملنا على جانب من جوانب الإنتاج انطلقا من الطبيعة (الأصبغة الطبيعية) بدلا عن الإنتاج الاصطناعي (الأصبغة الصناعية). استخدمنا عملية الاستخلاص باستخدام مذيب طبيعي للحصول على مردود معتبر من الأصبغة انطلقا من منتجات طبيعية (الشمندر الأحمر الزيتون وقشور البصل). قمنا بعملية مقارنة بين المذيب الصناعي والمذيب الطبيعي وهذا ما أكد أن المذيب الطبيعي فعال في عملية الاستخلاص الإيكولوجي، وكل هذا نابع من الطبيعة دون الحاجة الى طاقة كبيرة للإنتاج ، وهذا ما أكدناه في الدراسة التكنو اقتصادية.

كلمات مفتاحية: الاستخلاص الإيكولوجي ، المذيب الحيوي، الأصبغة الطبيعية

Résumé :

La nature regorge de nombreuses ressources que l'homme utilise dans sa vie quotidienne, Et en raison du développement que la science a atteint, La dépendance aux matériaux synthétiques est devenue plus importante et cela affecte négativement la santé publique, car nous avons concentré notre travail sur un aspect de la production basée sur la nature (des colorants naturels) plutôt que sur la production artificielle (des colorants synthétiques). Nous avons utilisé le procédé d'extraction à l'aide d'un bio-solvant naturelle pour obtenir un rendement important de colorants à partir de produits naturels (betterave rouge, d'olives et d'épluchures d'oignons). Nous avons fait un processus de comparaison entre le solvant industriel et le solvant naturel, et cela a confirmé que le solvant est efficace dans le processus d'extraction écologique, Et tout cela découle de la nature sans avoir besoin d'une grosse énergie pour la production, c'est ce que nous avons confirmé dans l'étude technico-économique.

Mots clés : Eco-Extraction, bio-solvant, colorants naturels

Abstract :

Nature is full of many resources that man uses in his daily life, and due to the development that science has reached, the dependence on synthetic materials has become greater and this affects public health negatively, because we have concentrated our work on an aspect of nature-based production (natural dyes) rather than artificial production (synthetic dyes). We used the extraction process using a natural bio-solvent to obtain a high yield of dyes from nature products (beetroot, olives and onion peelings). We did a comparison process between the industrial solvent and the natural solvent, and it confirmed that the natural solvent is effective in the process of eco-friendly extraction, and it all comes from nature without needing big energy to production, this is what we confirmed in the technical-economic study.

Keywords: Eco-Extraction, bio-solvent, natural dyes

Abréviations et Symboles

Symboles	Symboles Signification
%	Pourcentage
kHz	Kilo Hertz
UAE	Extraction assistée par ultrasons
MHz	Mega Hertz
GHz	Giga Hertz
E	Champ électrique
H	Champ magnétique
Ans	Années
Ca CO₃	Carbonate de calcium
TiO₂	Dioxyde de Titane
Fe₂O₃, Fe₃O₄, Fe(OH)₃	Oxyde de fer, L'hydroxyde de fer (III)
(DJA)	Doses Journalières Admissibles
ILSI	L'Institut international des sciences de la vie
E140 et E153...	Code UE
C₄₀H₅₆	Structure de base caroténoïdes
C₅H₈	Isopréniques
DOPA	Dihydroxyphénylalanine
pH	Degree d'acidité
UV	Ultra-violet
°C	Degrés Celsius
CAS	Chemical Abstract Service
CHSCT	Les membres du comité d'hygiène de sécurité et des conditions du travail
L	Litres
mL	Millilitre
mn	Minutes
G	Gramme
Kg	Kilogramme
ESD	Dose à effet observable
C	Temperature
CCM	Chromatographie sur couche mince
Rf	Rapport frontal
D_x	Distance parcourue par le centre de la tache de la substanc
D_s	Distance parcourue par le front de solvant
Nm	Nanomètre
DZD	Dinar algérien
PU	Prix unitaire
H	Heure
PT	Prix total
CO	Cout Opérateur
CV	Charges variables
CF	Charges fixes
MCV	La marge sur coût variable
RN	Résultat de l'exploitation
CA	Chiffred'affaire
SR	Seuil de rentabilité

Liste des tableaux

N°	Titre	Page
Tableau II.1	Les colorants minéraux	13
Tableau II.2	Classification des colorants	15
Tableau II.3	Principaux antioxydants non enzymatiques et sources alimentaires associées	28
Tableau II.4	Propriétés physico-chimiques des solvants organiques	29
Tableau III.1	Groupe des nutriments de sels minéraux	35
Tableau IV.1	Poids de l'extrait sec de la poudre de Betterave rouge (Beta Vulgaris)	52
Tableau IV.2	Poids de l'extrait sec de Betterave (Beta Vulgaris) Frais	53
Tableau IV.3	Poids final d'extraction d'Olive par solvants synthétique	54
Tableau IV.4	Poids final d'extraction de Pelure d'oignon par solvants synthétique	54
Tableau IV.5	Poids final d'extraction de Betterave rouge (Beta Vulgaris) sec et Frais par bio-solvant	55
Tableau IV.6	Poids final d'extraction de Pelure d'oignon par bio-solvant	56
Tableau IV.7	Poids final d'extraction d'olive par bio-solvant	56
Tableau IV.8	Les échantillons de betterave sec et friche Rapport frontal (Rf) (l'éluant utiliser bio-solvant)	59
Tableau IV.9	Les échantillons de betterave sec et friche Rapport frontal de la 1ère tache et du 2iem tache (l'éluant utiliser éthanol)	61
Tableau IV.10	Les échantillons de Pelure d'oignon Rapport frontal Rf (l'éluant utiliser bio-solvant)	62
Tableau IV.11	Les échantillons de Pelure d'oignon Rapport frontal(Rf)l'éluant utiliser éthanol)	62
Tableau IV.12	Les échantillons d'Olive Rapport frontal Rf (l'éluant utiliser bio-solvant)	63
Tableau IV.13	Les échantillons d'Olive Rapport frontal = Rf (L'éluant utiliser est l'éthanol)	64
Tableau IV.14	Les molécules responsables des couleurs obtenus	68
Tableau V.1	Coût des appareillages.	72
Tableau V.2	Coût de construction d'atelier et magasin de stockage.	73
Tableau V.3	Consommation des matièresdes sels minéraux	74
Tableau V.4	Consommation totalede bio-solvant	75
Tableau V.5	Consommation annuel des matières premières	75
Tableau V.6	Organisation et charge en personnel	76
Tableau V.7	Montant de charge fixe	76
Tableau V.8	Chiffre d'affaires annuel	77
Tableau V.9	Résultat de l'exploitation	78
Tableau V.10	Montant d'investissement global	78
Tableau V.11	Résultat de la 1ère année d'extraction	79

Liste des figure

N	Titre	Page
Figure I.1	Extraction solide / liquide	07
Figure I.2	Effondrement de bulles de cavitation et libération de matériel végétal	07
Figure I.3	schéma d'ultrason	08
Figure I.4	Extracteur de Soxhlet	09
Figure II.1	Structure chimique de quelques carotènes (a, b) et xanthophylles (c, d, f)	19
Figure II.2	Structure chimique générale des caroténoïdes	20
Figure II.3	Structure chimique de bétalaïne	22
Figure II.4	Phénylbenzopyranes (Squelette C6-C3-C6)	23
Figure II.5	Groupes des flavonoids	25
Figure II.6	Structure chimique des anthocyanidines	25
Figure III.1	Schema bio réacteur	34
Figure III.2	Photo de betterave	36
Figure III.3	Photo d'olive	37
Figure III.4	Photo Pelure d'oignon	38
Figure III.5	Pesage matières végétales	39
Figure III.6	Matières végétales coupées en morceaux	39
Figure III.7	Séchage de matières végétales à l'étuve	40
Figure III.8	Macération Avec Agitation matières végétales sec	42
Figure III.9	Schéma Filtration Extrait matières végétales sec	42
Figure III.10	Evaporation Extrait matières végétales sec	44
Figure III.11	Schéma de Matériels et Procédure Saponification	45
Figure III.12	Le principe du processus Eco-Extraction par bio-solvant	47
Figure III.13	Migration des échantillons dans la plaque CCM	50
Figure IV.1	Photo de plaque CCM (l'éluant utilisé bio-solvant) échantillons betterave sec et friche	59
Figure IV.2	Photo de plaque CCM (l'éluant utilisé hexane) échantillons betterave sec et friche	60
Figure IV.3	Photo de plaque CCM (l'éluant utilisé éthanol) échantillons betterave sec et friche	60
Figure IV.4	Photo de plaque CCM l'éluant utilisé bio-solvant échantillons Pelure d'oignon	61
Figure IV.5	Photo de plaque CCM l'éluant utilisé éthanol échantillons Pelure d'oignon	62
Figure IV.6	Photo de plaque CCM (l'éluant utilisé Bio-Solvant) échantillons d'Olive	63
Figure IV.7	Photo de plaque CCM (l'éluant utilisé éthanol) échantillons d'Olive	63
Figure IV.8	Courbe graphique cinétique d'Absorption des échantillons Betterave sec	64
Figure IV.9	Courbe graphique cinétique d'Absorption des échantillons Betterave friche	65
Figure IV.10	Courbe graphique cinétique d'Absorption des échantillons Pelure d'oignon	65
Figure IV.11	Courbe graphique cinétique d'Absorption des échantillons Olive	66
Figure IV.12	Colorant Betterave Sec et Frais	67

Liste des figure

Figure IV.13	Colorant d'Olive	67
Figure IV.14	Colorant pelures d'oignon	67
Figure IV.15	Photo des pâtes colorées	68
Figure IV.16	Photo des bonbons colorés obtenus	69

Sommaire

Remerciement.....	II
Dédicace	III
Résumés.....	IV
Liste des symboles et abréviations	V
Liste des tableaux	VI
Liste des figures	VO
Sommaire.....	IX
Introduction générale.....	1

CHAPITRE I <i>Etude bibliographique sur Eco-Extraction</i>

I.1.Introduction.....	4
I.2. Historique.....	4
I.3. Définitions d'Eco-Extraction	4
I.4. Techniques d'extraction des pigments naturels	5
I.4.1 L'extraction solide/liquide.....	5
I.4.2. L'extraction par ultrason	7
I.4.3. Extraction assistée par micro-ondes	8
I.4.4. L'Extraction Soxhlet	8
I.5. Conclusion.....	9

CHAPITRE II <i>Extraction Des Colorants</i>
--

II.1. introduction.....	11
II.2. Généralité sur les pigments et colorants alimentaire	11
II.2.1 Historique des colorants	11
II.2.2. Définitions d'un colorant, d'un pigment	12
II.3. Types de colorants alimentaires.....	13
3.1. Les colorants de synthèses	13
II.3.2. Les colorants minéraux	13
II.3.3. Les colorants naturels.....	14
II.4. Classification des différents colorants	14

Sommaire

II.5. Les doses Journalières Admissibles (DJA).....	15
II.6. Analyse qualitative et quantitative.....	16
II.6.1. Méthode Chromatographique.....	16
II.6.2. Spectroscopie UV visible.....	16
II.7. Les colorants naturels.....	17
II.7.1 Les caroténoïdes.....	18
II.7.1.1. Structure chimique.....	20
II.7.1.2. Sources naturelles de caroténoïdes.....	20
II.7.2. Les bétalaines.....	21
II.7.2.1. Sources naturelles de flavonoïdes.....	26
II.8. Antioxydantes.....	26
II.8.1. Définitions.....	26
II.8.2. Antioxydantes naturels.....	27
II.9. Les solvants organiques.....	28
II.9.1. Définitions.....	28
II.9.2. Propriétés physico-chimiques.....	28
II.9.3. Toxicité des solvants.....	29
II.10. Conclusion.....	30

CHAPITRE III Matériel & Méthode
--

III.1. Introduction.....	32
III.2. Production des Bio-solvants.....	32
III.2.1. Fermentation.....	32
III.2.2. Fermentation semi-aérobie.....	32
III.2.2.1. Production de bioéthanol par voie fermentaire.....	32
III.3. Matériels.....	34
III.4. Produits chimiques.....	34
III.5. Méthode Fermentation semi-aérobie.....	34
III.6. Extraction des colorants par macération.....	35
III.6.1. Matériels.....	35
III.6.2. Produits chimiques.....	36

Sommaire

III.7. Matériels végétaux.....	36
III.7.1. La betterave (Beta Vulgaris).....	36
III.7.2. Olive.....	37
III.7.3. Pelure d'oignon	37
III.8. Extraction.....	38
III.8.1. Préparation du matériel végétal (sec et frais).....	38
III.8.1.1. Lavage du matériel végétal (sec et frais)	38
III.8.1.2. Préparation des matières sèches.....	38
III.8.1.2.A. Pesage	38
III.8.1.2. Préparation de la poudre	39
III.8.1.2.A. Séchage	39
III.8.1.2.B. Séchage à l'étuve.....	39
III.8.1.2.C. Broyage et tamisage	40
III.8.2. Expériences préliminaires	40
III.8.3. Expériences de référence	40
III.8.4. Procédés d'extraction des colorants.....	41
III.8.4.1. Protocole d'extraction des colorants par Solvant	41
III.8.4.1.A. Macération Avec Agitation (matières végétales séchés)	41
III.8.4.1.B. Filtration.....	42
III.8.4.1.C. Evaporation (Extrait matières végétales séchés).....	43
III.8.4.1. Saponification et Séchage à l'étuve (Extrait sec et frais)	44
III.8.4.2. Procédure Saponification.....	44
III.8.5. Calcul le rendement	45
III.9. Analyse qualitative par chromatographie sur couche mince (C.C.M)	48
III.10. Conclusion.....	50

CHAPITRE IV Résultats & Discussion

IV.1. Expériences préliminaires	52
IV.1.1. Résultats et Discussion	52
VI.1.1.1. Résultats d'extraction de Betterave	52
VI.1.1.2. Résultats d'extraction d'Olive	53
VI.1.1.3. Résultats d'extraction de Pelure d'oignon.....	54
IV.2. Expériences principales : extraction par bio-solvant.....	54

Sommaire

IV.2.1. Résultats et Discussion	54
VI.2.1.1. Résultats d'extraction de Betterave par bio-solvant	55
VI.2.1.2. Résultats d'extraction de Pelure d'oignon par bio-solvant.....	56
VI.2.1.3. Résultats d'extraction d'olive par bio-solvant.....	56
IV.3. Chromatographie sur couche mince	59
IV.4. Analyses Spectroscopie UV visible	64
IV.5. Les Produits Finale.....	67
IV.6. Les molécules responsables des couleurs obtenus	68
IV.7. Applications	68
IV.8. Conclusion.....	69

CHAPITRE V

Etude techno-économique d'une unité de production des colorants des oxydants par extraction écologique

V.1. Introduction	71
V. 2. Les couts d'investissement :	72
V. 3. Les coûts des appareillages :	72
V. 4. Coût total d'investissement en matériel principal	73
V.5. Coût de transport et d'installation : I2	73
V. 6. Frais d'ingénierie	73
V. 7. Le Frais Opérateur	74
V. 7.1. Charge variable	74
V. 7.1.1. Matières premières	74
V.7.1.1.1. Consommation de matières premières	74
V.7.1.1.2. Consommation annuelle des matières premières pour produire le colorant naturelle par betterave et olive et pelures d'oignon.....	75
V.7.2. Fourniture de bureau	75
V.7.3. Utilités.....	75
V.7.4. Organisation et charge en personnel	76
V.8. Frais de démarrage.....	76
V.9. Montant des charges fixes :	76
V.10. Cout Opérateur :	77

Sommaire

V.11. Chiffre d'affaires : (CA).....	77
V.12. Seuil de rentabilité et le délai pour atteindre ce seuil	78
V.13. Investissement Global.....	78
V.14. Résultat prévisionnel de la premier année de fonctionnement	78
V.15. Récapitulation générale :	79
V.15.Conclusion	79
Conclusion Générale.....	81

Introduction générale

Introduction générale

Nous sommes dans un monde plein de couleurs, qui imprime une sorte d'esthétique et d'attractivité, et l'âme humaine est attirée par une couleur sans l'autre. Prenons, par exemple, la couleur des aliments qui fait qu'une personne aime un aliment plutôt qu'un autre. en regardant sa couleur. La couleur est un élément primordial dans notre relation à l'aliment et de ce fait les colorants ont, tout au long de l'histoire, eu un rôle prépondérant dans le monde culinaire, afin de susciter l'envie du consommateur final [1]

Dans la nature, il y a une richesse en colorants alimentaires cette multiplicité de couleurs naturelles est due au pigment naturel qu'elles contiennent, et cela est dû à:

- Les caroténoïdes à l'origine de l'orange de la carotte et de la citrouille et du rouge de la tomate, de la pastèque, du gâc.
- Les anthocyanes qui apportent le rouge, le violet, le bleu et le noir de l'aubergine, de l'artichaut violet, du raisin, du riz noir, des mûres, du radis.
- La chlorophylle qui est responsable de la couleur verte des légumes verts, comme les épinards ou les brocolis.
- Les flavonols qui donnent la couleur jaune dans la plupart des légumes et fruits comme les oignons ou l'orange.

En raison des problèmes causés par les colorants alimentaires fabriqués chimiquement la chimie des produits naturels a joué un rôle important dans le développement de moyens sains et naturels de tirer parti de la diversité des sources de pigments naturels et a été utilisée dans une large gamme, sans affecter négativement la santé publique, et la demande des consommateurs est également un facteur important pour le développement de ce domaine.

De nombreuses propriétés biologiques intéressantes des pigments végétaux ont été reconnues, et d'autre part, en raison des propriétés nocives pour la santé des colorants artificiels, l'industrie alimentaire et cosmétique tente de remplacer complètement les composés synthétiques par des composés naturels. Cependant, les pigments d'origine végétale, en particulier ceux appartenant aux familles des caroténoïdes et des composés phénoliques, sont sensibles à la température, à l'oxydation, au pH et à d'autres facteurs. De plus, ses propriétés biologiques ou chromogéniques sont liées à l'existence d'un système de doubles liaisons conjuguées saines. De plus, avec les défis environnementaux actuels de la planète, il faut également éviter les processus qui consomment beaucoup d'énergie et polluent

INTRODUCTION GÉNÉRALE

l'environnement. Il s'agit maintenant d'utiliser et développer des technologies moins consommatrices d'énergie, moins polluantes et permettant de préserver les composés extraits. Parmi les technologies répondant à cette problématique, il existe une technologie non polluante car permettant de récupérer intégralement le solvant d'extraction : il s'agit de l'extraction par liquides ioniques. Il a été montré que les liquides ioniques peuvent servir à la dissolution des bio-macromolécules tels que la cellulose [2], les protéines (Xie, Li, & Zhang, 2005) etc avec efficacité[3].

Nous préparons ce mémorandum, dans le but de produire des colorants alimentaires naturels à partir de matières premières 100% locales. La question est de savoir quelle est l'efficacité de la méthode utilisée pendant la recherche ? Quelle est la qualité des colorants produits, ainsi que le coût de production ? Sachant que le solvant utilisé est produit en laboratoire à partir de matériaux disponibles sur le marché, et c'est ce qui fait que nos recherches contribuent à résoudre le problème d'importation pour une substance largement consommée localement.

Ce travail comprend deux parties principales : Partie I, théorique Dans le premier chapitre nous présenterons une étude bibliographique de Eco-Extraction (aperçu historique, techniques d'extraction des colorants naturels, etc.) Et dans le deuxième chapitre nous présenterons une étude sur extraction de colorants (informations générales sur les colorants et colorants alimentaires, colorants naturels, composition chimique, etc.), La deuxième partie, pratique, traite l'étude expérimentale à savoir : matériels et méthodologies utilisées, ainsi que les traitements et l'analyse des résultats obtenus et leurs discussions, aussi une étude technico-économique bien détaillée d'une unité de production des colorants alimentaires a été réalisée.

Nous terminons ce travail par une conclusion générale

CHAPITRE I :

Etude bibliographique sur Eco- Extraction

I.1.Introduction

Le développement de la chimie verte, l'épuisement des ressources pétrolières et la prise de conscience des risques liés à l'utilisation de solvants pétroliers ont incité à rechercher de nouvelles alternatives pour réduire l'utilisation de solvants nocifs non renouvelables comme l'hexane[4]. Les problèmes environnementaux actuels, tels que l'épuisement des ressources fossiles, les émissions de gaz à effet de serre ou le réchauffement climatique, obligent les fabricants à réduire leur impact environnemental et à adopter des approches plus vertes. Dans le domaine de l'extraction, cela signifie[5].

Des tests utilisant ce pilote ont été décrits pour l'extraction de certains métabolites secondaires. Les résultats obtenus sur des produits modèles comme la laitue et l'écorce d'orange montrent que le pilote peut être utilisé pour extraire certains micronutriments. De plus, l'utilisation de la centrifugation combinée à l'application de micro-ondes peut améliorer les rendements d'extraction et gagner du temps. Cependant, afin de maîtriser parfaitement tous les paramètres d'extraction, se posent les problèmes de compréhension de l'aérodynamique du système et de la répartition du champ de température lors de l'extraction. Au final, ce procédé apparaît comme une réelle innovation dans le domaine de l'extraction et est très prometteur car encore optimisable.

Il peut apporter aux industriels des solutions alternatives aux procédés traditionnels[5].

I.2. Historique

Les procédés industriels sont au cœur des préoccupations environnementales et sociales depuis de nombreuses années. 12 principes de la chimie verte publiés par Anastas[6]. En 1998, 12 principes d'ingénierie verte ont été suivis[7], La base pour la mise en œuvre d'un processus plus moderne et durable a été identifiée. Celles-ci visent à remettre en question l'importance des industriels de la chimie dans le développement de leurs procédés de production, notamment d'extraction, par des innovations technologiques répondant aux enjeux actuels. En effet, l'épuisement des ressources fossiles, les émissions de composés organiques volatils, le réchauffement climatique, l'impact économique ou l'impact sur la santé humaine et l'environnement sont devenus des enjeux majeurs lors de la mise en œuvre.

I.3. Définitions d'Eco-Extraction

L'éco-extraction repose sur la découverte et la conception de procédés d'extraction qui réduisent la consommation d'énergie, utilisent des solvants alternatifs et privilégient les

ressources végétales renouvelables, tout en garantissant un produit ou un extrait de haute qualité. Cet ouvrage constitue l'état de l'art des nouvelles technologies en termes de procédés innovants et de solvants alternatifs utilisables dans l'industrie et la recherche. Il détaille.

- L'amélioration des procédés existants
- Le détournement d'équipements non spécialisés
- L'innovation par rupture technologique.

Chaque technique ou méthode est détaillée en termes de principes théoriques, de niveau laboratoire de R&D et d'équipements utilisés aux niveaux pilote et industriel. Applications existantes au stade industriel et protocoles d'extraction de produits naturels[8]

I.4. Techniques d'extraction des pigments naturels

I.4.1 L'extraction solide/liquide

L'extraction des végétaux est une extraction solide/liquide visant à extraire certains constituants présents dans les plantes, éventuellement suivie d'étapes de purification. Elle est réalisée, en principe, par contact d'un solide (le végétal) avec un liquide et la séparation grâce au liquide d'un ou plusieurs composés solubles, « les solutés », contenus dans un matériau solide insoluble.

Le liquide d'extraction est appelé « solvant ». Le transfert du soluté dans le solvant nécessite un certain temps afin d'être complet, et il est essentiel de déterminer la vitesse globale du phénomène, c'est-à-dire la vitesse d'extraction. Cette vitesse est régie par trois processus élémentaires de l'échange de matière : la dissolution du soluté dans les particules par le solvant, ainsi que la diffusion de l'extrait (solvant + solutés) vers l'extérieur de la particule et la diffusion du soluté intégré dans l'extrait au contact du solide à destination de la masse restante du solvant. La séparation des solutés désirés est basée sur la différence de leur affinité pour le solvant utilisé et du gradient de concentration.

Un solvant d'extraction est caractérisé par différentes propriétés ; il doit posséder une grande capacité de dissolution, une température d'ébullition peu élevée, une faible viscosité et être, si possible, non toxique, ininflammable et non explosif .Un bon solvant, sélectif et volatil, fournit des solutions riches en soluté désiré tout en réduisant les opérations d'évaporation et de purification.

Le choix d'un solvant à faible viscosité et de masse volumique peu élevée est recommandé pour faciliter la diffusion du solvant, l'agitation et la séparation mécanique.

En général, les facteurs intervenant dans l'extraction sont liés à l'état du solide et du soluté, à la nature du solvant, à la température, au degré d'agitation des phases, à la concentration résiduaire en soluté sur le solide. Dans les procédés industriels alimentaires/pharmaceutiques, les procédés d'extraction requièrent souvent 70% des investissements et consomment 50% de l'énergie.

Les solvants les plus utilisés à l'heure actuelle sont l'hexane, le cyclohexane, le méthanol, le dichlorométhane et l'acétone. Cependant, les solvants organiques, pour bon nombre d'entre eux, sont inflammables, très volatils et toxiques (cancérogènes, mutagènes, etc.). Tout cela est de plus en plus montré du doigt pour cause de contribution à la pollution environnementale. Pour résoudre ces problèmes, de nombreuses solutions ont été proposées telles que l'extraction avec une assistance ou un changement de solvant classique toxique par les solvants verts, les fluides supercritiques, les liquides ioniques, etc. Dans ce nouveau contexte, le terme « éco-extraction » a été élaboré. « L'éco-extraction est basée sur la découverte et la conception de procédés d'extraction permettant de réduire la consommation énergétique, mais aussi l'utilisation de solvants alternatifs et des ressources végétales renouvelables, tout en garantissant un produit/extrait sûr et de qualité ». Elle est basée sur 6 principes[8].

- favoriser l'innovation par la sélection variétale et l'utilisation de ressources végétales renouvelables.
- privilégier les solvants alternatifs et principalement ceux issus des agro-ressources.
- réduire la consommation énergétique par l'assistance des technologies innovantes et favoriser la récupération d'énergie.
- favoriser la création de coproduit au lieu de déchets pour intégrer la voie de la bio- ou agro-raffinerie.
- réduire les opérations unitaires grâce à l'innovation technologique et favoriser les procédés sûrs, robustes et contrôlés.
- privilégier un produit non dénaturé, biodégradable, sans contaminants et surtout porteur de valeurs : « éco-extrait »

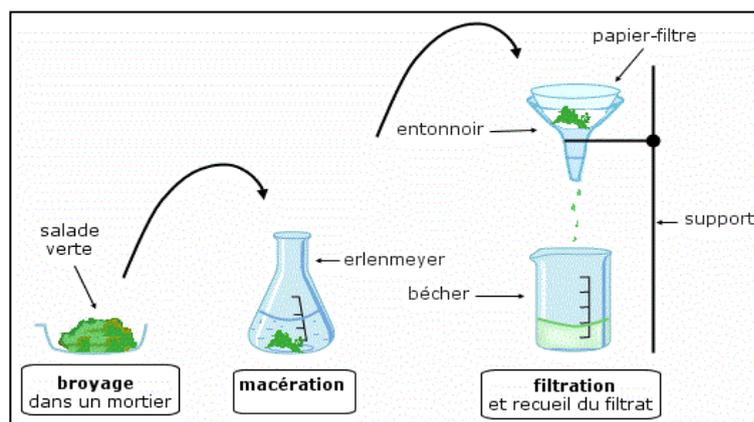


Figure I.1: Extraction solide/liquide

I.4.2. L'extraction par ultrason

Les ultrasons sont des ondes mécaniques capables de se déplacer dans un milieu élastique à une fréquence supérieure à la limite maximale d'audibilité de l'oreille humaine (16 kHz). Pour l'extraction des molécules des plantes, une puissance d'ultrasons à une intensité entre 20 et 100 kHz est souvent utilisée. L'extraction assistée par ultrasons (UAE) est une méthode simple en manipulation et traitement, efficace et peu coûteuse. Grâce aux ultrasons, les extractions complètes peuvent maintenant être réalisées en quelques minutes avec un rendement élevé, réduisant la consommation de solvant et d'énergie, donnant une plus grande pureté du produit final par rapport à une extraction classique.

L'UAE permet aussi de travailler à des températures relativement basses et d'éviter la thermodestruction des composés. Quand les cycles de raréfaction augmentent, les forces maintenant la cohésion du liquide sont vaincues et des bulles de cavitation apparaissent. Ce phénomène est appelé cavitation. Comme représenté sur (Figure I.2), une bulle de cavitation peut être générée près de la surface de la plante (a), puis pendant un cycle de compression, cet effondrement de bulle (b) et un micro jet dirigé vers la matrice végétale est créé (b et c). La haute pression et la température impliquées dans ce processus vont détruire les parois cellulaires de la matrice végétale et son contenu peut être libéré dans le milieu (d)[9].

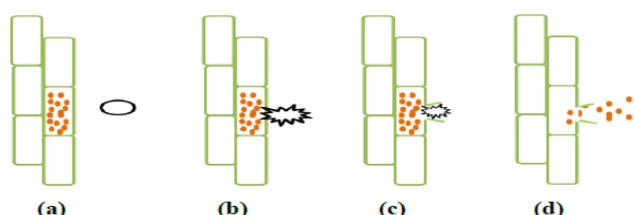


Figure I.2: Effondrement de bulles de cavitation et libération de matériel végétal

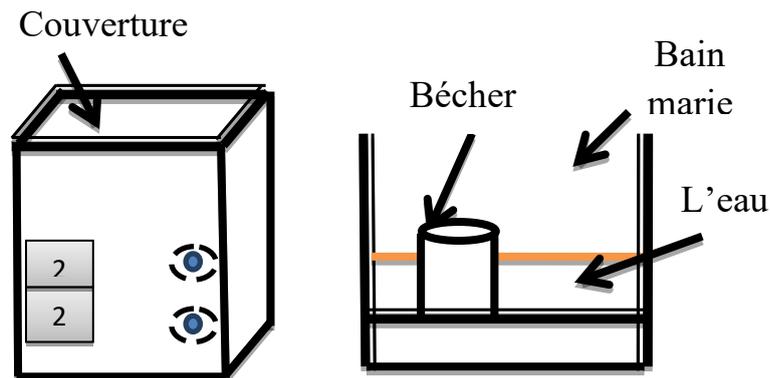


Figure I.3: schéma d'ultrason

I.4.3. Extraction assistée par micro-ondes

Les micro-ondes sont des ondes électromagnétiques qui se situent dans le spectre électromagnétique dans la gamme de fréquence 300 MHz à 300 GHz, entre les ondes radio et l'infrarouge. Les ondes électromagnétiques sont la résultante d'un champ électrique E et d'un champ magnétique H perpendiculaire entre eux et à la direction de propagation.

Les amplitudes des champs varient de façon sinusoïdale au cours du temps et donc de la propagation. L'extraction assistée par micro-ondes est une méthode simple, efficace utilisant moins de temps et de solvant. Cependant les inconvénients de cette technique sont d'une part le rendement faible lorsque les solutés ou les solvants sont apolaires et d'autre part la température opératoire qui est relativement haute. A l'inverse des techniques classiques de chauffage par conduction ou convection, l'utilisation des micro-ondes implique une interaction directe entre un rayonnement électromagnétique et la matière. Le mécanisme du chauffage micro-ondes est basé sur la rotation dipolaire des molécules polaires (qui possèdent des extrémités positives et négatives) sous l'effet d'un champ électrique alternatif. Le chauffage à l'aide de micro-ondes d'un produit résulte ainsi de la conversion en chaleur de l'énergie d'une onde électromagnétique dans le matériau. Ce transfert d'énergie particulier implique un transfert de matière, lui aussi spécifique, dont les mécanismes diffèrent sensiblement de ceux de l'extraction solide-liquide traditionnelle.[10]

I.4.4. L'Extraction Soxhlet

L'extraction Soxhlet est une méthode de reproductibilité simple et pratique. Extraction infinie avec du solvant frais jusqu'à ce que le soluté soit complètement consommé dans la matière première[11]. Le principe de cette extraction repose sur la mise en œuvre d'une série d'extractions solide-liquide en continu à l'aide de solvants chauds, La température est

légèrement inférieure au point d'ébullition. Dans chaque boucle, Contact de solvant frais exempt de métabolites avec le sorgho pour extraire le sorgho métabolites, obtenant ainsi une biomasse exempte de ces produits[12].

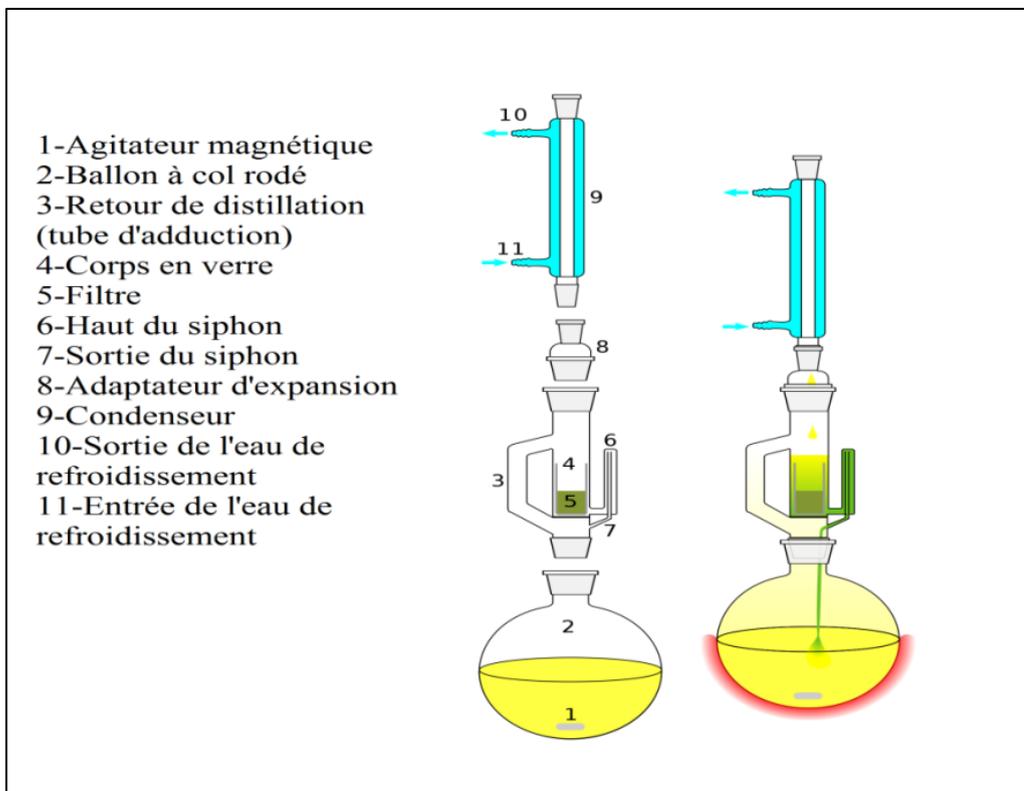


Figure I.4: Extracteur de Soxhlet

I.5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté un groupe de titres, En commençant par un aperçu historique dans lequel nous avons parlé de l'industrie, jusqu'à un aperçu historique des méthodes d'extraction des colorant .Nous avons aussi donné la définition de l'Eco-Extraction et les techniques d'Eco-Extraction.

CHAPITRE II:

Extraction

Des Colorants

II.1. introduction

Les colorants sont parmi les polluants organiques qui se manifestent en grande quantité dans les rejets industriels. Ils sont difficiles à traiter car les colorants ont une structure moléculaire complexe qui les rend plus stables et difficiles à être biodégradable. Les procédés d'adsorption utilisés sont souvent une technique de choix, et complémentaire à la filière de base, parce que l'adsorption s'avère efficace dans la rétention, et l'élimination des composés organiques et minéraux solubles dans l'eau sans être modifiés [13]. L'éco-extraction est fondée sur la découverte et la conception de procédés d'extraction permettant de réduire la consommation énergétique, d'utiliser des solvants alternatifs et de privilégier des ressources végétales renouvelables, tout en garantissant un produit ou un extrait de qualité[8].

Cet ouvrage constitue un état de l'art sur les nouvelles technologies aussi bien sur le plan des procédés innovants que sur le plan des solvants alternatifs utilisables en industrie et en recherche. Il aborde de manière détaillée

- l'amélioration des procédés existants
- le détournement d'appareils non dédiés
- l'innovation par des ruptures technologiques

Dans ce contexte, notre étude s'est concentrée sur l'extraction des colorants de manière environnementale et l'utilisation de solvants qui se décomposent dans la nature, contrairement aux solvants qui polluent l'environnement et ont des effets graves et toxiques.

II.2. Généralité sur les pigments et colorants alimentaire

II.2.1 Historique des colorants

La première utilisation de colorants remonte à la préhistoire. A cette époque, les gens utilisaient dans les grottes des pigments minéraux tels que l'ocre, l'oxyde de manganèse ou l'oxyde de fer (encore utilisés pour colorer les médicaments aujourd'hui) pour représenter le monde dans lequel ils vivaient à travers des images.

Dès 1500 ans avant notre ère, les Égyptiens fabriquaient des teintures à partir de colorants naturels d'origine végétale ou animale. Cependant, l'utilisation de ces colorants est limitée et réservée aux plus aisés en raison d'une extraction difficile, longue et coûteuse. La racine de garance (rouge), les feuilles des plantes indigo comme le pastel (bleu), la teinture du

carthame (appelé aussi safran) (jaune) ou le kermès est une cochenille (également utilisée en médecine) et est la plus utilisée des larges gammes de colorants naturels[14].

Jusqu'au milieu du XIXe siècle, les colorants utilisés en médecine, en cosmétique ou en alimentation provenaient uniquement d'animaux, de plantes ou de minéraux[15]. Ce n'est qu'en 1856 que William Henry Perkin (chimiste britannique) découvre le premier colorant artificiel, le fuchsia (ou violet d'aniline), obtenu par oxydation de dérivés du pétrole : l'alcène propyl toluidine[14].

Deux ans plus tard, le chimiste français François-Emmanuel Derguini découvre le magenta (magenta) et dépose officiellement un brevet le 8 avril 1859 [14].

En 1880, Adolf Von Baeyer (chimiste allemand) a synthétisé chimiquement l'indigo, jusqu'alors obtenu à partir de plantes.

II.2.2. Définitions d'un colorant, d'un pigment

Un colorant ou un pigment est un composé qui absorbe sélectivement l'énergie électromagnétique dans la région visible ou proche de l'ultraviolet du spectre[1]

Les atomes qui se retrouvent dans un état excité retournent à leur état fondamental en réémettant de la lumière ou par dissipation d'énergie thermique ou chimique.

Les pigments naturels des systèmes biologiques sont synthétisés et accumulés dans les cellules vivantes, ou excrétés par les cellules vivantes.[16]

Les pigments naturels proviennent de diverses sources, telles que les animaux, les plantes ou les minéraux. Ils peuvent être utilisés comme colorants. Pour les obtenir, des méthodes d'extraction (extraction par solvant, distillation, chromatographie, etc.) doivent être utilisées. De plus, les pigments peuvent également être produits par synthèse chimique. Aujourd'hui, les colorants sont très courants dans les aliments, en particulier dans les boissons et les confiseries.

Dans le domaine des colorants, il existe une distinction entre les colorants et les pigments. Selon Jacquot et al (2011), un colorant est une substance qui modifie la couleur d'un milieu dans lequel le colorant est introduit et qui est soluble, alors que le pigment est généralement insoluble. Cependant, le terme "pigments caroténoïdes" est souvent utilisés car ils se dissolvent dans les huiles et donnent de la couleur. Cette définition technique est différente de la définition biologique selon laquelle les anthocyanes, la chlorophylle, les flavanols, etc. sont aussi des pigments[10].

II.3. Types de colorants alimentaires

3.1. Les colorants de synthèses

Ces colorants ont été développés à partir de la seconde moitié du 19ème siècle. Les colorants alimentaires synthétiques sont créés industriellement par l'homme, ils sont soit des copies conformes de colorants naturels, soit n'existent pas dans la nature. Leur stratégie de fabrication repose sur deux principes simples [17]

Leur stratégie de fabrication repose sur deux principes simples :

- La conjugaison des doubles liaisons qui doit être aussi large que possible, c'est à dire concerner autant de liaisons doubles (ou de cycles aromatiques) que faire se peut. C'est la seule méthode existant pour permettre aux transitions énergétiques les plus probables de se situer dans un domaine optique appartenant au visible, et non à l'ultraviolet.

- La solubilité dans l'eau est très souvent un paramètre important. A priori difficile à atteindre, dans la mesure où la recherche de fortes conjugaisons irait plutôt dans le sens de la production d'une molécule lipophile, mais c'est résolu par adjonction de groupements ionisés sur la molécule.

II.3.2. Les colorants minéraux

Ces colorants très spécifiques sont utilisés à la coloration des surfaces ou à certains aliments particuliers[18]

Tableau I.1: Les colorants minéraux

Code CEE	Substances
E 170	Carbonate de calcium Ca CO_3
E171	Dioxy de Titane Ti O_2
E172	Oxyde, hydroxyl de fer Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , $\text{Fe}(\text{OH})_3$
E173	Aluminium
E174	Argent
E175	Or
E180	Pigment rubis

II.3.3. Les colorants naturels

Les colorants naturels sont ceux issus de la nature elle-même (végétaux, animaux, etc.), à l'exception des cochenilles (isolées du corps séché de la femelle *Coccus Cacti*). Ils sont extraits d'aliments comme les betteraves, le paprika, les carottes, etc. Ce sont généralement des colorants liposolubles, ils sont stockés dans la graisse donc ils sont moins faciles à éliminer que les colorants artificiels autorisés, ils sont tous hydrosolubles[17]

II.4. Classification des différents colorants

Contrairement aux usages établis en chimie organique, la terminologie utilisée dans le domaine des colorants n'obéit à aucune règle absolue. Il existe de grandes difficultés dans la classification rationnelle des pigments organiques. Certains auteurs regroupent ces colorants selon leur composition chimique, en tenant compte de la nature des chromophores qui les composent : azoïque, anthraquinone, triarylméthane, et phtalocyanine[19], D'autres les regroupent selon la variété de la technologie appliquée : colorants anioniques (acides, mordants acides, colorants directs, colorants réactifs, colorants de cuve, colorants soufrés) ou cationiques (basiques)[20]. Le nom commercial rappelle la teinte, l'usage principal ou le nom de l'inventeur. Parfois, les chiffres et les lettres après le nom indiquent la teinte ou certaines propriétés, telles que la résistance à la lumière ou à divers agents. Le tableau ci-dessous montre d'où proviennent les différentes couleurs de teinture [21]

Tableau II.2: Classification des colorants

Couleurs	Colorant	Origine	Code UE	Boulangerie	Glaces Crèmes glacées
Jaune	Curcumine	Naturelle	E 100	Qs	150mg/Kg
	Riboflavine	Naturelle ou Synthèse	E101	Qs	Qs
	Tartrazine	Synthèse	E102	200mg/Kg	150mg/Kg
	Jaune de quinoleine	Synthèse	E104	200mg/Kg	150mg/Kg
Rouge	Cochénille	Naturelle	E120	200mg/Kg	150mg/Kg
	Azorubine	Synthèse	E122	50mg/Kg	50mg/Kg
	Ponceau	Synthèse	E124	50mg/Kg	50mg/Kg
Bleu	Bieu patente v	Synthèse	E131	200mg/Kg	150mg/Kg
	Indigotine		E132	200mg/Kg	150mg/Kg
Vert	Chlorophylles et chlorophylines	Naturelle	E140	Qs	Qs
	leurs complexes cuivriques	Naturelle	E141	Qs	Qs
	vert s	Synthèse	E142	200mg/Kg	150mg/Kg
Brun	Caramel	Naturelle avec étape chimique	E 150 c	Qs	Qs
	Ammoniacal Caramel sulfite Ammoniacal	Naturelle avec étape chimique	E 150 d	Qs	Qs
Noir	Carbone végétal Médicinal	naturelle	E 153	Qs	Qs
Blanc	Oxyde de titane		E 171	Qs	Qs

II.5. Les Doses Journalières Admissibles (DJA)

DJA (Dose Journalière Acceptable) Le Comité d'Experts sur les Additifs Alimentaires (JECFA) a fixé une Dose Journalière Acceptable (DJA) pour chaque colorant alimentaire[22], Elle correspond à la dose maximale d'une substance (colorant alimentaire) à laquelle une personne peut être exposée de manière répétée au cours de sa vie sans risquer sa santé. Il s'agit d'une valeur sûre exprimée en milligrammes par kilogramme de poids corporel par jour (mg/kg pc/j). Elle peut être calculée à partir de la dose à effet observable (ESD) recueillie après des études de toxicologie chez l'animal, le plus souvent chez le rat de laboratoire. Elle accepte ou non les colorants et détermine la teneur maximale autorisée dans les aliments.[23].

L'Institut international des sciences de la vie (ILSI) propose une DJA pour les colorants alimentaires établie pour les enfants à haut risque par rapport aux adultes[22]

II.6. Analyse qualitative et quantitative

II.6.1. Méthode Chromatographique

La chromatographie est une méthode de séparation physique qui permet l'identification et la quantification de différents composés dans des mélanges en fonction des différences d'affinité des analytes pour deux phases (une phase stationnaire ou une phase stationnaire), entre autres motivations. Selon la technique chromatographique utilisée, la séparation des composants entraînés par la phase mobile est soit due à leur adsorption et désorption séquentielle sur la phase stationnaire, soit à leur solubilité différente dans chaque phase[24].

On distingue quatre types de phénomènes:

- chromatographie d'adsorption
- chromatographie de partage
- chromatographie ionique
- chromatographie d'exclusion

II.6.2. Spectroscopie UV visible

La spectroscopie est une technique qui mesure l'interaction de molécules avec un rayonnement électromagnétique. Lumière dans le gamme proche ultraviolet (UV) et visible (vis) du spectre électromagnétique a une énergie d'environ 150–400 kJ mol⁻¹. L'énergie de la lumière est utilisée pour favoriser électrons de l'état fondamental à un état excité. Un spectre est obtenu lorsque l'absorption de la lumière est mesurée en fonction de sa fréquence ou de sa longueur d'onde.

Molécules à électrons dans les systèmes aromatiques délocalisés absorbent souvent la lumière dans le proche UV (150–400 nm) ou région visible (400–800 nm). La spectroscopie d'absorption est généralement réalisée avec molécules dissoutes dans un solvant transparent, comme dans tampons aqueux.

L'absorbance d'un soluté dépend linéairement sur sa concentration et donc son absorption la spectroscopie est parfaitement adaptée aux mesures quantitatives. La longueur d'onde d'absorption et la force de l'absorbance d'une molécule ne dépend pas seulement de la substance chimique nature mais aussi sur l'environnement moléculaire de ses chromophores.

La spectroscopie d'absorption est donc une excellente technique pour suivre les réactions de liaison des ligands, catalyse enzymatique et transitions conformationnelles dans les protéines et les acides nucléiques. Les mesures spectroscopiques sont très sensibles et non destructives, et ne nécessitent que de petites quantités de matière à analyser.

Les spectrophotomètres sont des équipements de laboratoire standard. Ils contiennent généralement deux sources lumineuses : une lampe au deutérium, qui émet de la lumière dans la région UV et une lampe tungstène-halogène pour la région visible. Après être passé par un monochromateur (ou à travers des filtres optiques) la lumière est focalisée dans la cuvette et la quantité de lumière qui passe à travers l'échantillon est détectée par un photomultiplicateur ou une photodiode.

Dans les instruments à double faisceau, une cuvette avec tampon est placée dans le faisceau de référence, et son absorbance est soustraite de l'absorbance mesurée pour l'échantillon.

Un spectre est obtenu lorsque la longueur d'onde de la lumière incidente est modifiée en permanence. En barrette de diodes spectrophotomètres l'échantillon est éclairé par la pleine lumière de la lampe. Après passage dans la cuvette, la lumière transmise est décomposée spectralement par un prisme en ses composants individuels et quantifiés par un tableau de diodes, souvent à des intervalles de 2 nm. Dans les spectrophotomètres à barrette de diodes, le spectre entier est enregistré au même temps et non par un balayage dépendant du temps comme dans les instruments. Ainsi, les changements spectraux peuvent être suivis simultanément dans une large gamme de longueurs d'onde.[25]

II.7. Les colorants naturels

Il existe plusieurs façons de classer les colorants. Nous pouvons le faire en fonction de leur propriété principale, qui est la couleur. Cela peut également se faire en fonction de leurs propriétés chimiques, de sorte qu'un rapprochement puisse être fait entre plusieurs colorants (colorants azotés, non azotés). Enfin, la classification selon la source est également reconnue dans la littérature : pigments synthétiques, pigments artificiels et pigments naturels. Colorants naturels : ces colorants sont dérivés de produits naturels, minéraux, végétaux ou animaux. Le marché des additifs alimentaires a une variété de colorants naturels tels que la chlorophylle qui produit du vert (E140), le charbon médicinal botanique qui produit du noir (E153), la poudre de piment qui produit de l'orange (E160c), la riboflavine qui produit du jaune orange (E101)[10]

II.7.1 Les caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des molécules hydrophobes appartenant à la famille des terpènes. Ce sont des composés à structure hydrocarbonée, dérivés de tétraterpènes, contenant généralement 40 atomes de carbone avec un squelette carboné constitué de huit unités isoprène. Les caroténoïdes sont divisés en 2 groupes : les hydrocarbures caroténoïdes sont appelés caroténoïdes et dérivés contenant des fonctions oxydatives (le plus souvent des groupes hydroxyle, céto, époxy, méthoxy ou acide carboxylique). C'est ce qu'on appelle la lutéine (Figure 1). En général, les caroténoïdes sont pratiquement insolubles dans l'eau, mais bien solubles dans les lipides.[26]

Aujourd'hui, plus de 600 caroténoïdes ont été isolés à partir de produits naturels, mais seulement une vingtaine environ peuvent être détectés dans les tissus ou le sérum humain. Le terme caroténoïdes recouvre deux classes de composés apparentés, les hydrocarbures non oxydés, les carotènes, d'une part, et leurs dérivés oxydés, la lutéine, d'autre part.[27]

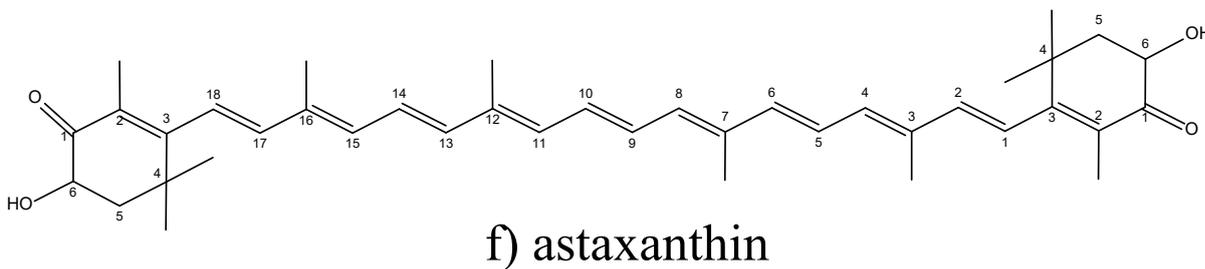
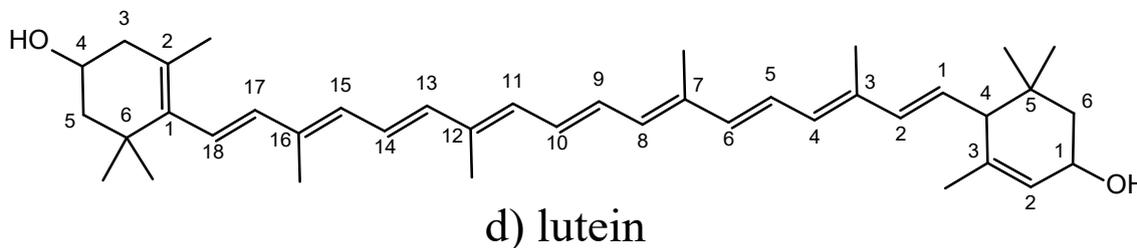
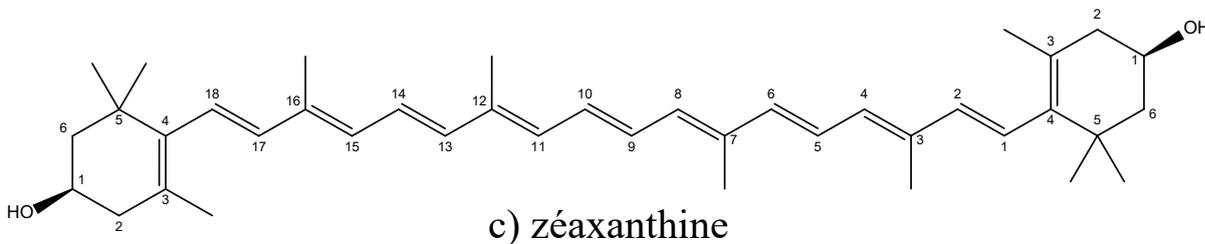
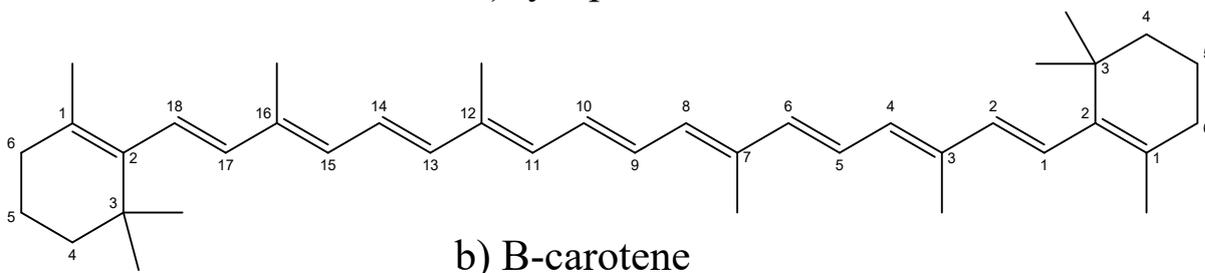
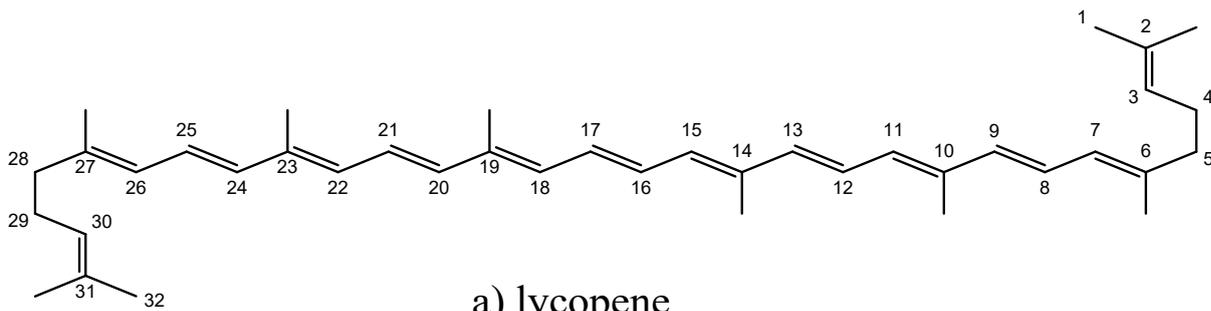


Figure II.1 : Structure chimique de quelques carotènes (a, b)
et xanthophylles (c, d, f)

II.7.1.1. Structure chimique

Les caroténoïdes constituent une classe de composés chimiques comprenant les carotènes et les xanthophylles. Ils font partie d'une grande classe de composés caractérisés par la présence d'un enchaînement de 8 unités isopréniques (C₅H₈) qui forment ainsi la structure de base C₄₀H₅₆, représentée dans la figure I.2. Les différents caroténoïdes dérivent de cette structure acyclique par hydrogénation, déshydrogénation, cyclisation, oxydation ou tout autre combinaison de ces réactions [28]

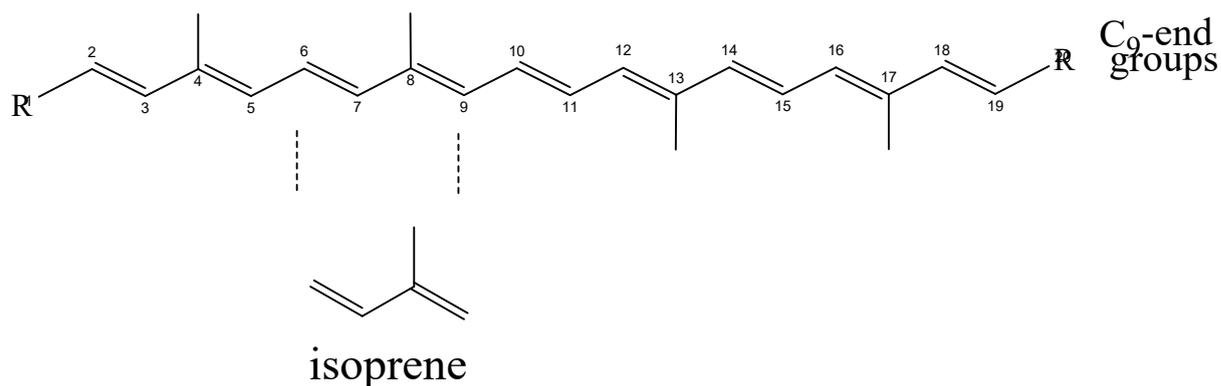


Figure II.2: Structure chimique générale des caroténoïdes.

II.7.1.2. Sources naturelles de caroténoïdes

Les caroténoïdes sont non seulement synthétisés par des organismes photosynthétiques comme des bactéries anoxygéniques, des cyanobactérie (procaryotes), des algues et par certaines plantes (eucaryotes) mais aussi par des organismes non photosynthétiques comme certaines bactéries et champignons [29]

Chez les plantes, les caroténoïdes sont clairement visibles par la couleur qu'ils donnent aux fruits (tomates), fleurs (marigold /rose d'Inde) et racines (carotte). Ils sont également présents dans les tissus verts de certaines feuilles mais leur couleur est masquée par celle de la chlorophylle dont la dégradation en automne dévoile l'existence des pigments de caroténoïdes[30]

Chez les animaux, les caroténoïdes ne peuvent pas être synthétisés. Leur rôle dans la coloration de certains crustacés, insectes, poissons et oiseaux résulte de l'absorption alimentaire[29]

Certaines plantes originaires d'Asie du Sud-Est sont riches en caroténoïdes. Selon l'Institut de nutrition du Vietnam, le Gac est le fruit le plus riche en bêta-carotène et en

lycopène, et les feuilles de "bongot" sont les plus intéressantes des feuilles riches en caroténoïdes, qui comprennent également "tia to", "den com", corète de légumes et "kinhgioi" De plus, certaines études récentes ont montré que les caroténoïdes sont également présents dans plusieurs autres fruits et graines, comme le « ky tu » (*Lycium pallidum*)... ou "dieu des cheveux" (*BixaOrellana .L*)[31]

II.7.2. Les bétalaïnes

Les bétalaïnes sont des pigments végétaux dont la couleur varie du jaune foncé au violet foncé. Le nom "betalaine" vient du nom latin de la betterave à sucre (*Beta vulgaris*), qui a été extraite et caractérisée pour la première fois en 1958 par une équipe de l'Ecole polytechnique fédérale de Zurich.[32]

Les bétalaïnes sont des hétérosides, une partie de la molécule (chromophore) est attachée à un ose (sucre simple). Le chromophore dérive de l'acide aminé tyrosine par une synthèse complexe faisant intervenir comme intermédiaire la dihydroxyphénylalanine (DOPA).

Il existe 2 catégories de bétalaïne :

- Les bétacyanines, pigments de couleur rouge à violet (bétanine).
- Les bétaxanthines, pigments de couleur jaune à orange (indicaxanthine)[33] .

La couleur et la stabilité des bétalaïnes dépendent du pH. La plus étudiés des bétalaïnes est la bétanine (ou bétacyanine) aussi nommé rouge betterave car elle peut être isolée à partir de la betterave. Elle est commercialisée comme un colorant naturel pour colorer les aliments. Cependant le monde de l'agroalimentaire s'y intéresse pour ses propriétés antioxydantes[34] avec l'ensemble des bénéfices positifs pour la santé[33].

Les autres bétalaïnes connues sont l'amaranthine et l'isoamaranthine, l'ensemble des deux isolées de plantes dès les familles des *Amaranthus*

II.7.2.1. Structure chimique

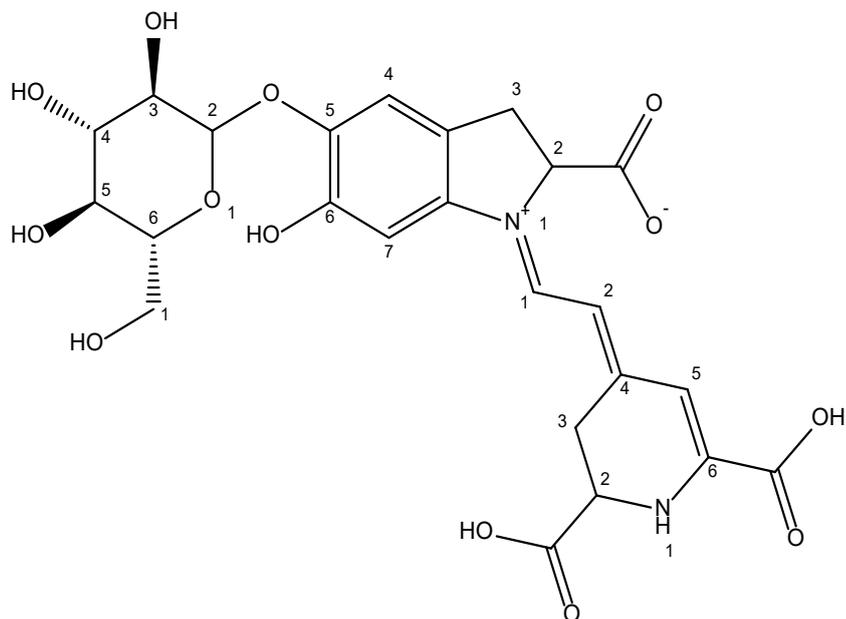


Figure II.3 : Structure chimique de bétalaïne

II.7.2.2. Sources naturelles de bétalaïne

La bétalaïne est caractéristique de la plupart des familles de plantes appartenant à l'ordre Dianthus. L'exemple le plus connu de ces plantes est la betterave (*Beta vulgaris*, parfois appelée à tort carotte rouge), mais des plantes telles que la noctilucente (*mirabilis*), les cactées (*pitahaya*[35], *Figuier de Barbarie*[33]), les bougainvilliers, les pourpiers [36] (pourpier) est colorée par ces pigments. Certains champignons, comme l'*Amanita* (dont le flycide *Amanita. Amanitamuscaria*) et les *Hygrocybes* doivent leur couleur jaune ou rouge à la bétalaïne.

II.7.3. Les flavonoïdes

La recherche sur la chimie des flavonoïdes, comme pour la plupart des produits naturels, Recherche de nouveaux composés aux propriétés physiologiques utiles. Les efforts de semi-synthèse pour les oligoflavonoïdes sont principalement limités à ceux Modèles alternatifs présentés par les produits naturels monomères Quantité suffisante pour la préparation. Pour supprimer ces limitations, Plusieurs projets portent sur la synthèse de monomères flavonoïdes énantiomériquement purs a été effectuée. Cependant, l'énantiomère recherché est synthétisé en optique La forme pure reste un objectif redoutable et se limite à quelques types composés de. Époxyde de Chalcone, Alpha- et Bêta-Hydroxydihydrochalcone,

Flavonol, flavan-3-ols, flavan-3,4-diols, isoflavans, isoflavones et ptérocarpanes Jusqu'à présent, il a été synthétisé avec un rendement et une pureté raisonnables[37].

II.7.3.1. Structure chimique

Le terme « flavonoïde » est souvent utilisé pour décrire de grandes quantités de Les produits incluent des cadres en fibre de carbone C6-C3-C6, ou plus précisément Groupe fonctionnel phénylbenzopyrane. Selon la position de la tringlerie Le cycle aromatique de la fraction chromano, un groupe de produits naturels Se divisent en trois catégories : les flavonoïdes (2-phénylbenzopyranes) 1, Isoflavone (3-benzopyrane) 2 et néoflavonoïde (4-benzopyrane) 3 Ces groupes partagent souvent un précurseur commun de la chalcone et sont donc biologiquement et structurellement liés[37].

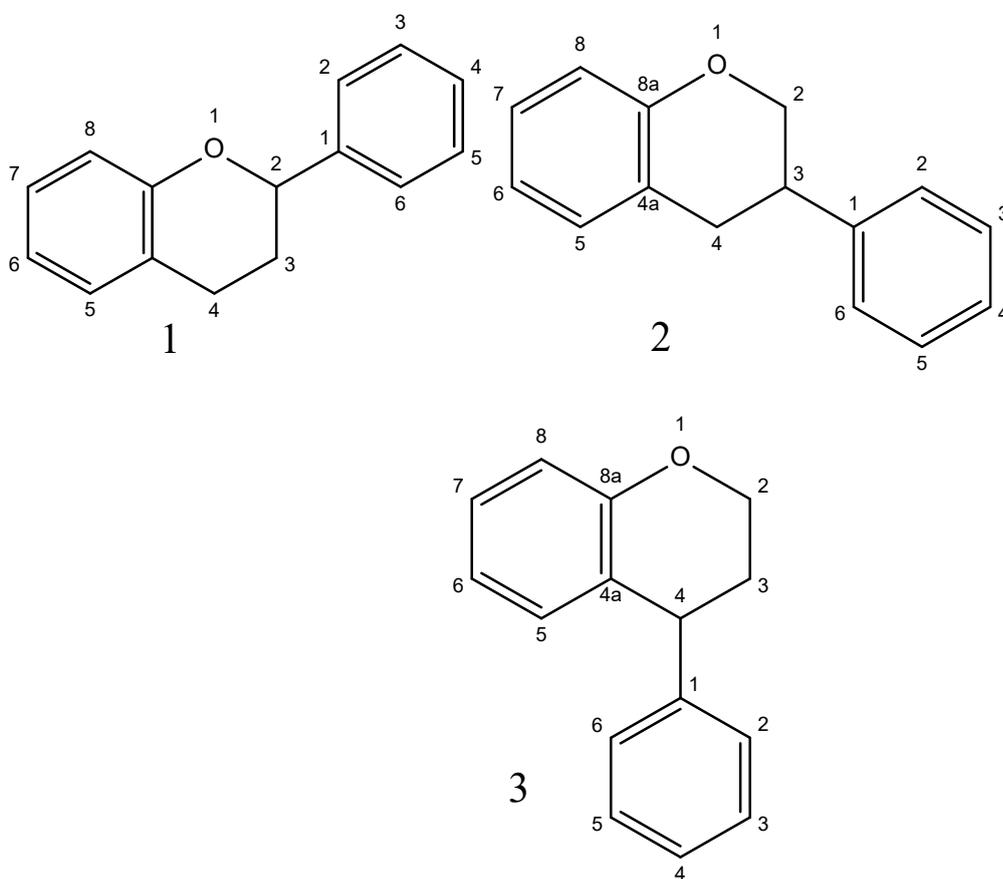
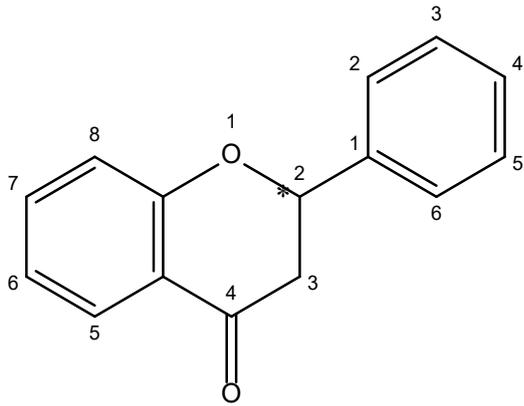
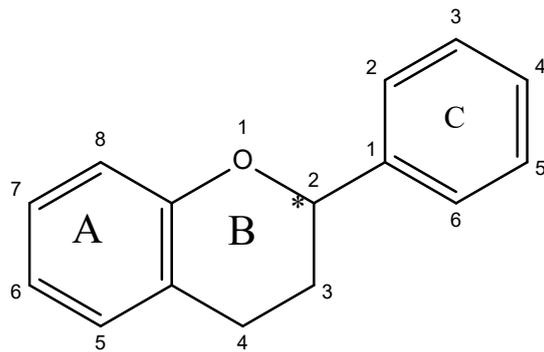


Figure II.4: Phénylbenzopyranes (Squelette C6-C3-C6)

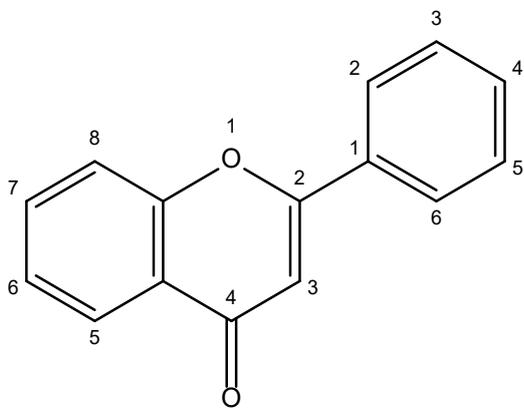
Sur la base du degré d'oxydation et de saturation présent dans le cycle C hétérocyclique, Les flavonoïdes peuvent être répartis dans les groupes suivants :



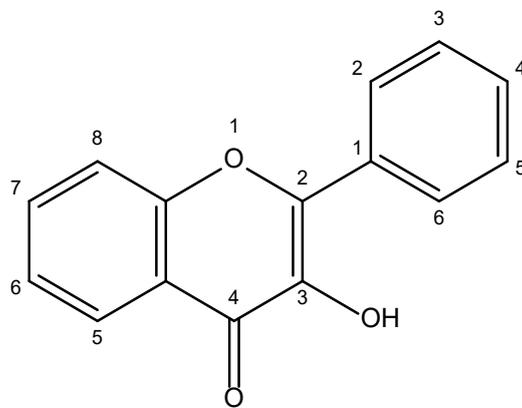
flavanone



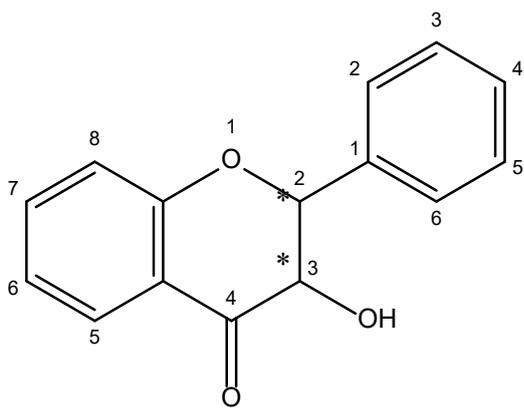
flavan



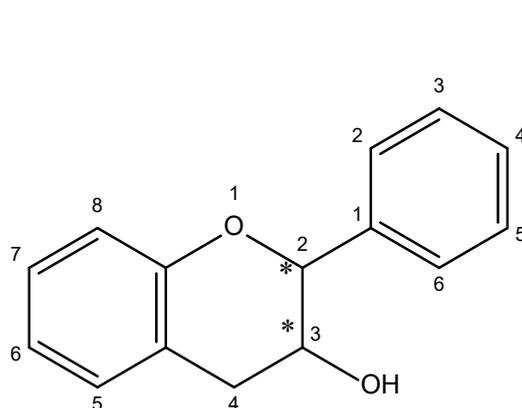
flavone



flavonol



dihydroflavonol



flavan-3-ol

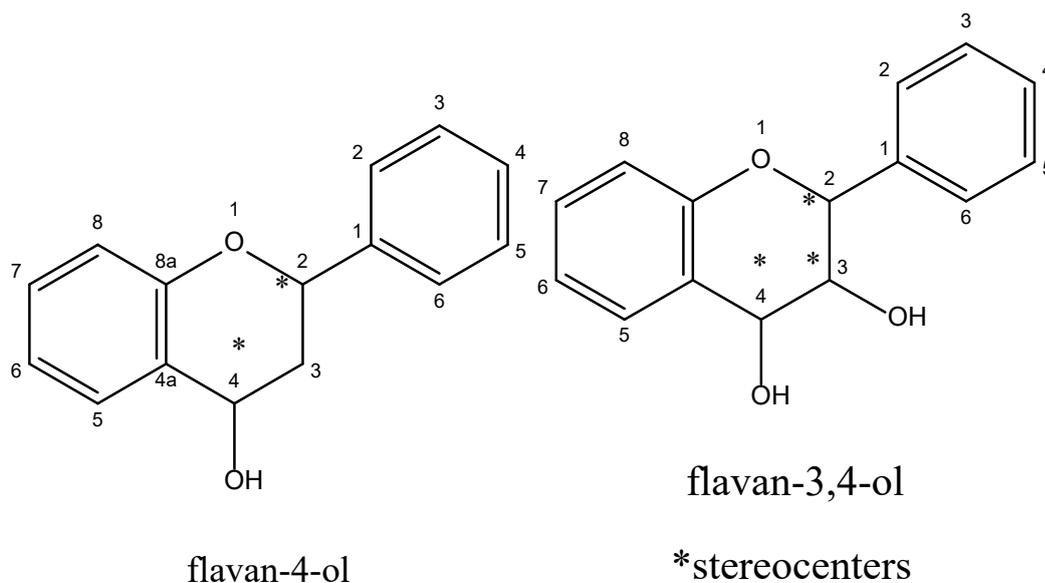


Figure II.5: Groupes des flavonoïdes

Les anthocyanidines

anthocyanidols sont une sous-classe des flavonoïdes au sens large. Ce sont des pigments naturels, basés sur la structure de l'ion flavylum (ion 2-phénylchroménylium). Leurs dérivés hétérosides sont appelés anthocyanes, anthocyanosides ou encore anthocyanines[38]

Les anthocyanidols forment un grand groupe de colorants polyméthines.

Le contre-anion du flavylum est la plupart du temps l'ion chlorure. De par cette charge positive, les anthocyanidols diffèrent des autres flavonoïdes.

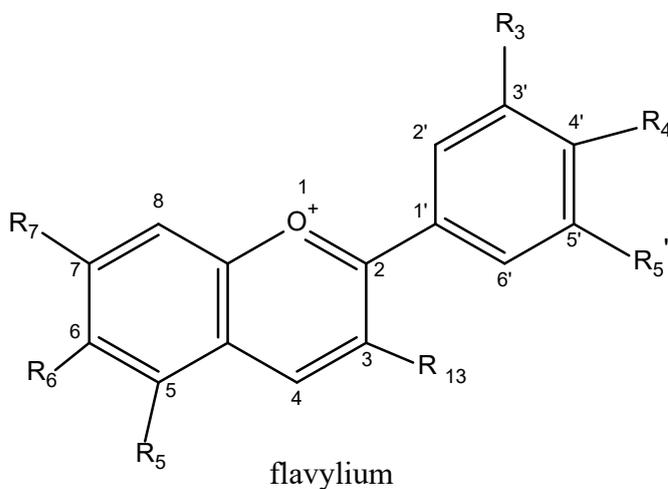


Figure II.6 : Structure chimique de les anthocyanidines

Les flavonoïdes sont les pigments responsables de la coloration des fleurs et des fruits. Ils couvrent une large gamme de couleurs allant du rouge à l'ultraviolet en passant par le jaune. Leur couleur dépend de leur structure, mais aussi de l'acidité (pH) du milieu. La gamme de couleurs allant de l'ivoire aux pigments crème provient des flavonoïdes et des flavonols. Jaune à orange de la chalcone, de l'ororone ; rouge et violet des anthocyanes ; bleus des flavonoïdes de pigments auxiliaires - anthocyanes. L'absorption UV crée des motifs visibles pour les insectes qui peuvent les guider vers le nectar[39].

Les pigments colorés des fleurs aident à attirer les insectes pollinisateurs. Ils jouent également un rôle dans la protection des plantes contre les dommages causés par les UV, ainsi que dans les défenses contre les agents pathogènes et les ravageurs. Ces pigments se trouvent dans les pommes et les poires rouges, les baies de genévrier, le miel, le raisin et le vin. Les formes hétérosides des flavonoïdes sont solubles dans l'eau et s'accumulent dans les vacuoles.

II.7.2.1. Sources naturelles de flavonoïdes

Les flavonoïdes constituent un groupe de plus de 6 000 composés naturels qui sont quasiment universels chez les plantes vasculaires[40]. Ils constituent des pigments responsables des colorations jaune, orange et rouge de différents organes végétaux[41]. Les flavonoïdes sont rencontrés dans les fruits (notamment du genre Citrus où ils représentent jusqu'à 1 % des fruits frais) et les légumes . Des boissons telles que le vin rouge, le thé, le café et la bière en contiennent également des quantités importantes. Les flavonoïdes sont retrouvés également dans plusieurs plantes médicinales. Des remèdes à base de plantes renfermant des flavonoïdes ont été (et sont) utilisés en médecine traditionnelle de par le monde[42]

II.8. Antioxydantes

II.8.1. Définitions

Un antioxydant est défini comme une substance qui, ajoutée à faible dose à un produit naturellement oxydable à l'air, est capable de ralentir ou d'inhiber le phénomène d'oxydation. Cette définition peut être élargie et le terme "antioxydant" englobe ainsi toutes les substances qui protègent les systèmes biologiques contre les effets délétères potentiels des processus ou réactions qui engendrent une oxydation excessive [43]. Ils agissent en formant des produits finis non radicaux, d'autres en interrompant la réaction en chaîne de peroxydation, en réagissant rapidement avec un radical d'acide gras avant que celui-ci ne puisse réagir avec un

nouvel acide gras, tandis que d'autres antioxydants absorbent l'énergie excédentaire de l'oxygène singlet pour la transformer en chaleur. En même temps, les anti oxydants arrêtent la réaction, la plupart du temps parce que la structure des antioxydants est relativement stable [44]

II.8.2. Antioxydantes naturels

Plusieurs substances peuvent agir en tant qu'antioxydants in vivo ont été proposé. Elles incluent le bêta carotène, l'albumine, l'acide urique, les œstrogènes, les polyamines, les flavonoïdes, l'acide ascorbique, les composés phénoliques, la vitamine E...etc.[45]. Elles peuvent stabiliser les membranes en diminuant leur perméabilité et elles ont également une capacité de lier les acides gras libres. La vitamine E est un antioxydant important qui protège les cellules contre les dommages associés aux radicaux libres et par conséquent, prolonge la vie cellulaire tout en ralentissant le processus de vieillissement et la diminution de l'athérosclérose.

La vitamine E joue un rôle important dans l'agrégation de la β -amyloïde (A β), d'ailleurs, les données cliniques ont prouvé que les patients d'Alzheimer obtiennent des avantages remarquables au traitement par la vitamine E. Il a été déterminé que la vitamine E naturelle, semble être deux fois plus bio-disponible que la vitamine E synthétique [46]. L'acide alphasébacique fut identifié comme vitamine E. Il a depuis été reclassé comme antioxydant et peut piéger les radicaux libres aux niveaux intracellulaire et extracellulaire. Du fait qu'il est aussi bien liposoluble qu'hydrosoluble, il peut accéder à toutes les parties de nos cellules. L'acide sébacique réduit la glycation et favorise le transfert du glucose sanguin aux cellules en stimulant l'activité insulinaire. Les composés phénoliques leur prise a été largement rapportée pour protéger contre le développement de maladies coronariennes. De nombreuses preuves existent montrant que les composés phénoliques peuvent prévenir l'oxydation des LDL. Les sources alimentaires de ces antioxydants naturels sont présentées dans le tableau (Tableau II.3)

Tableau II.3:Principaux antioxydants non enzymatiques et sources alimentaires associées[45]

Principaux nutriments Antioxydantes	Sources alimentaires
Vitamine C	Agrume, melon, brocoli, fraise, kiwi, chou, poivron
VitamineE	Huile de tournesol, de soja, de maïs, beurre, œufs, noix
β-carotène	Légumes et fruits orangés, et vert foncés
Sélénium	Poisson, œufs viandes, céréales, volaille
Zinc	Viande, paincompl et légumes verts, huîtres, produits laitiers
Flavonoïdes	Fruits, legumes , thé vert
Acides phénoliques	Céréales complètes, baies, cerises
Tanins	Lentilles ,thé ,raisins ,vin
Metabolism decystéine , glutathione	Caséine, Lactalbumine (petit-lait), produits laitiers Brocoli ,chou Œufs, poissons, viandes

II.9. Les solvants organiques

II.9.1. Définitions

Le solvant est le milieu dans lequel s'effectue la réaction, mais il n'intervient pas dans celle-ci. Le solvant a la capacité de dissoudre d'autres substances sans les modifier chimiquement et sans se modifier lui-même. Chaque solvant a des caractéristiques différentes qui sont les conséquences de sa structure moléculaire. Un solvant se caractérise par[47]

- sa miscibilité à l'eau
- sa constante d'acidité (pKa, ou l'aptitude à créer des liaisons hydrogène)
- sa constante diélectrique (le caractère dissociant du solvant)
- son moment dipolaire ou son caractère polaire
- sa densité et sa volatilité
- sa toxicité

II.9.2. Propriétés physico-chimiques

Ces dernières années, de nombreuses nouvelles réglementations ont été publiées concernant les solvants moléculaires organiques utilisés dans l'industrie et les laboratoires. Leur objectif est de réduire les risques que ces produits peuvent présenter pour la santé

humaine et l'environnement. En effet, certains solvants (solvants chlorés, CFC, éther de glycol) ont été supprimés ou restreints d'utilisation afin de maîtriser ces risques[44].

Les solvants sont souvent des liquides transparents avec une odeur caractéristique. Certains solvants organiques se dissolvent dans l'eau. D'autres ne se mélangent pas, mais plutôt qu'ils forment une couche séparée avec une limite visible entre deux. Certains des solvants organiques sont présentés dans le tableau ci-dessous

Tableau II.4 : Propriétés physico-chimiques des solvants organiques

Solvant	Formule chimique	T d'ébullition	Masse volumique	
Eau	H-O-H	100 °C	1,000g·ml ⁻¹	Solvants protiques polaires
<i>n</i> -Butanol	CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -OH	118 °C	0,810g·ml ⁻¹	Solvants protiques polaires
Éthanol	CH ₃ -CH ₂ -OH	79 °C	0,789g·ml ⁻¹	Solvants protiques polaires
Méthanol	CH ₃ -OH	65 °C	0,791g·ml ⁻¹	Solvants protiques polaires
d'éthyle éther	CH ₃ -CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₃	35 °C	0,713g·ml ⁻¹	Solvants aprotiques apolaires
Chloroforme	CHCl ₃	61 °C	1,498g·ml ⁻¹	Solvants aprotiques apolaires

II.9.3. Toxicité des solvants

Tous les solvants organiques sont des substances chimiques classées dans les inventaires internationaux ou européens. La numérotation la plus répandue est celle du (Chemical Abstract) Service (n° CAS) [48]. Tout solvant possède des caractéristiques propres de danger qui sont la toxicité, l'inflammabilité et l'écotoxicité, le risque d'incendie ou d'explosion et la réactivité. Le risque est généré par l'utilisation directe du solvant ou par une exposition passive [49]. Il est donc important de protéger le personnel par le port de gants et de lunettes de protection et de manipuler des produits sous une hotte. Les déchets seront acheminés par circuit particulier. Tous les solvants organiques ont été reconnus comme susceptibles de provoquer des maladies professionnelles et apparaissent au tableau 84 des maladies professionnelles du régime général[47]

Par conséquent il est utile de prendre connaissance des dangers liés à ces produits par la lecture des étiquettes du flaconnage ainsi que de la fiche de sécurité qui l'accompagne,

fournie par le distributeur. Ces fiches sont aussi consultables auprès des interlocuteurs privilégiés comme le médecin du travail, les membres du comité d'hygiène de sécurité et des conditions du travail (CHSCT) ou les responsables sécurité.

II.10. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté un groupe de titres, en commençant par une généralité sur les pigments et colorants, nous avons aussi donné types et sont classification de colorants alimentaires et aussi les méthodes d'analyses des colorants, et nous avons aussi présenté les différents colorants naturels. Nous avons aussi donné une définition pour les solvants organique et sont Propriétés.

CHAPITRE III

Matériel & Méthode

III.1.Introduction

L'objectif de notre travail réalisé au sein de laboratoire de département de sciences de la matière est d'extraire les colorants et optimiser la procédure d'extraction et faire une étude technoéconomique d'unité de production des colorants. Pour cela, notre étude est réalisée comme suite:

- 1- Préparation d'un bio solvant par fermentation
- 2- Préparation des extraits aqueux et organiques à partir des plantes ;
- 3- Analyses quantitatif et qualitatif, analyse par spectrophotométrie et chromatographie en couche mince (CCM) sur l'extraits préparés.

Contrairement au solvant synthétique, le bioéthanol n'est pas une ressource minière, mais il est issu de la dégradation de végétaux. Cependant, l'éthanol possède l'avantage d'être un solvant renouvelable. En effet, les sucres contenus dans les plantes peuvent être transformés par des micro-organismes en différents composés comme l'acide lactique, le dioxyde de carbone ou encore de l'éthanol. Aujourd'hui le micro-organisme le plus utilisé est *Saccharomyces cerevisiae*, pour ses performances fermentaires.

Ici nous présentons uniquement la production d'éthanol du point de vue des matières premières, des procédés de production (en résumé) et des volumes d'éthanol produits. Le détail de l'étape de fermentation est décrit et la partie de la production de bioéthanol par voie fermentaire.

III.2. Production des Bio-solvants

III.2.1. Fermentation

La fermentation est un processus métabolique qui convertit le sucre en acides, en gaz ou en alcool. Selon le produit final, il existe différents types de fermentation, des processus cataboliques d'oxydation incomplète, qui ne nécessitent pas d'oxygène et le produit final est un composé organique[50].

III.2.2. Fermentation semi-aérobie

III.2.2.1. Production de bioéthanol par voix fermentaire

Les espèces microbiennes actuellement utilisées au niveau industriel pour la production d'éthanol sont *les Saccharomyces cerevisiae* et *l'Zymomonas mobilis* [51]. Cette dernière

donne un meilleur rendement en éthanol et une meilleure productivité parce que moins de biomasse est produite et le métabolisme est plus intensif. Cependant, *Zymomonasmobilis* est plus sensible à la contamination des milieux[52], et la biomasse produite n'est pas utilisable en alimentation animale [53]. Pour ces raisons, le micro-organisme le plus utilisé dans l'industrie et en particulier dans la fabrication d'éthanol est aujourd'hui *Saccharomyces cerevisiae*. Cette levure est utilisée depuis plus de 8000 ans pour produire de la bière en Egypte. Aujourd'hui elle est utilisée dans les agro-industries pour la fabrication de produits panifiés, de boissons alcoolisées, de produits lactés ou encore d'éthanol carburant. La valorisation de la biomasse produite pendant la fermentation est une véritable plus-value car elle peut être valorisée dans l'alimentation animale mais aussi humaine tant que complément alimentaire ou de probiotique[54].

Saccharomyces cerevisiae possède un métabolisme très particulier. En effet, généralement les levures ont en présence d'oxygène un métabolisme oxydatif et en absence d'oxygène un métabolisme fermentaire. Cependant, cette levure cultivée en présence de concentrations élevées en glucose possède un métabolisme oxydo-réductif et ce quel que soit la quantité d'oxygène dans le milieu. Ce changement métabolique est appelé effet Crabtree

III.3. Matériels

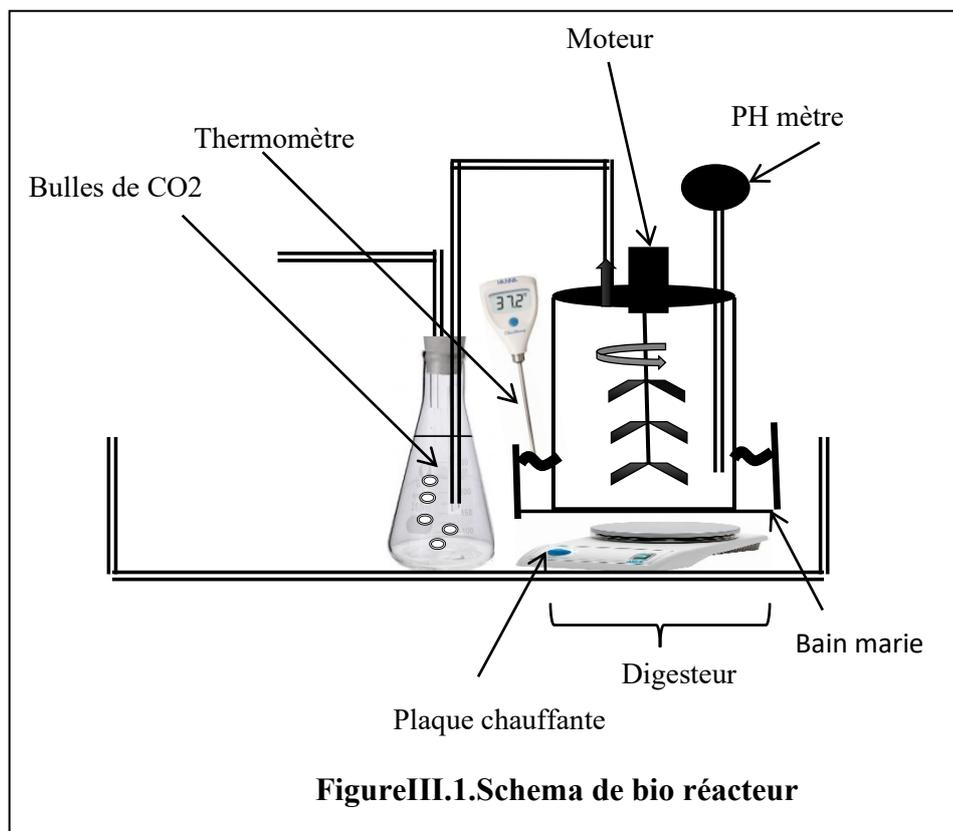
- Bioréacteur
- pH-mètre
- thermomètre
- mélangeur électrique
- entonnoir filtrant
- bain marie

III.4. Produits chimiques

- eau distillée
- sucre
- groupe de sels minéraux

III.5. Méthode Fermentation semi-aérobie

Pour préparer un bio solvant, nous avons utilisé un appareil de fermentation appelé réacteur semi-aérobie (voir la figure III.1)



D'une capacité de 25 litres et équipé d'un pH-mètre pour mesurer l'acidité du milieu de fermentation, ainsi que d'un thermomètre pour surveiller la température pendant la période de

fermentation. Dans lequel nous avons mélangé 5 kg de sucre et 17,5 litres d'eau distillée et ajouté des champignons de raisin contenant dans sa peau. Ces champignons sont multipliés par la suite dans le bioréacteur, aussi nous avons ajouté des additifs nécessaires pour le développement des champignons, plusieurs nutriments représentés par un groupe de sels minéraux, qui sont les suivants

Tableau III.1: groupe des nutriments de sels minéraux

Sels minéraux	Poids
$K_2 HPO_3$	500 mg/l
$FeSO_4$	100 mg/l
KI	100 mg/l
Co	20 mg/l
Ni	20 mg/l
NaCl	2 g/l

Nous continuons à mélanger avec un mélangeur électrique deux fois par jour, et ce processus se poursuit pendant 21 jours, nous avons assuré la stabilité du pH entre 6.5 et 7.5 et la température entre 30 et 35 degrés Celsius, et nous ouvrons le couvercle du bioréacteur deux fois chaque jour pendant 2 minutes pour assurer une digestion semi-aérobie après ce processus, le solvant biologique est formé et nous extrayons ce solvant en le filtrant puis il est distillé à une température de 50°C et de cette façon le bio-solvant qui a été utilisé dans nos recherches est extrait.

III.6. Extraction des colorants par macération

III.6.1. Matériels

- Thermomètre
- Cristalliseur
- PH mètre
- Buchner
- Fiole à vide
- Ballon à fond rond
- Vert de montre
- La centrifugeuse
- Étuve
- Des ampoules à décanté
- Evaporateur rotatoire
- Une éprouvette (50 ml)
- Des papiers filtres
- Bêchers (1000 ml, 500 ml) ;
- Erlenmeyers
- Entonnoirs
- Pipettes
- Une poire
- Un agitateur magnétique
- Barreaux magnétiques

III.6.2. Produits chimiques

- Butanol
- Ethanol
- Méthanol
- Chloroforme
- D'éthyle éther
- Eau distillée
- Na OH
- Bio Solvant

III.7. Matériels végétaux

Des échantillons de matériel végétal ont été prélevés, notamment des échantillons d'olives. Quant aux épluchures d'oignons, elles proviennent de résidus d'oignons. Betterave (Beta Vulgaris), olive noire et pelure d'oignon. La récolte des échantillons des plantes a été effectuée dans la région entre la commune de safsaf elouasra et malabiad de la wilaya de Tébessa

III.7.1. La betterave (Beta Vulgaris)

La betterave, Beta Vulgaris .vulgaris, est une sous-espèce de plantes de la famille des Amarantacée, cultivées pour leurs racines charnues, et utilisées pour la production du sucre, comme légume dans l'alimentation humaine, comme plantes fourragères, et plus récemment comme carburant avec le bioéthanol.

Nom scientifique : Beta vulgaris L. Famille des Chénopodiacées (selon la classification classique) ou famille des Amarantacées (selon la classification phylogénétique).

La betterave ($2n = 18$ chromosomes) est une espèce bisannuelle et allogame à pollinisation principalement anémophile[55]



Figure III.2: Photo de betterave

III.7.2. Olive

L'olivier (nom scientifique : (*Olea europaea*) est un type d'arbre appartenant à la famille des oliviers, et c'est une plante oléagineuse à feuilles persistantes.

Les olives utilisées pour les expériences de laboratoire ont été récoltées en novembre. Ils contiennent des composés bénéfiques pour le corps humain, notamment des vitamines, des minéraux et des polyphénols

Les antioxydants peuvent aider à réduire le risque de neurodégénérescence et de cancer, mais davantage de recherches et d'études sont nécessaires.

Nous nous concentrons dans notre travail de laboratoire sur l'extraction des pigments des olives



Figure III.3: Photo d'olive

III.7.3. Pelure d'oignon

Une pelure d'oignon est une fine membrane ou pellicule, située entre les couches externes du bulbe d'un oignon.

Le terme renvoie souvent à l'aspect d'un objet : Couleur

la couleur de la peau extérieure de la variété la plus ordinaire de l'oignon, nom de couleur utilisé d'abord en teinture, attesté en 1669[56], pour désigner des orangés clairs légèrement grisâtres [57]

Une teinture alimentaire, de la même couleur, obtenue par décoction de la pelure extérieure de l'oignon, servant notamment à différencier les œufs durs des œufs crus (on ajoute une pelure d'oignon dans l'eau pour teindre la coquille) ;

Un vin de cette couleur, notamment un vin de table rosé vendu sous ce nom ; pelure d'oignon est un des noms de couleur retenus pour décrire l'apparence des vins rosés de Provence[58]

Un coquillage bivalve du genre *Anomia*, dont la coque offre un aspect qui rappelle la peau de l'oignon.



Figure III.4: Photo Pelure d'oignon

III.8. Extraction

Les extraits utilisés au cours de notre étude sont préparés selon un seul mode d'extraction : en macération.

- Les extraits préparés sont: extrait aqueux; extrait hydro-alcoolique (eaux acétone, eaux méthanol) et l'extrait organique n-butanol et d'éthyle éther.

III.8.1. Préparation du matériel végétal (sec et frais)

III.8.1.1. Lavage du matériel végétal (sec et frais)

Nous avons la matière végétale dont nous avons besoin de la nettoyer donc une étape du lavage avec de l'eau pour éliminer les impuretés et la saleté.

III.8.1.2. Préparation des matières sèches

III.8.1.2.A. Pesage

A la fin de l'étape du coupage des plantes en morceaux, Nous les divisons en lots pour les préparer à la prochaine étape.

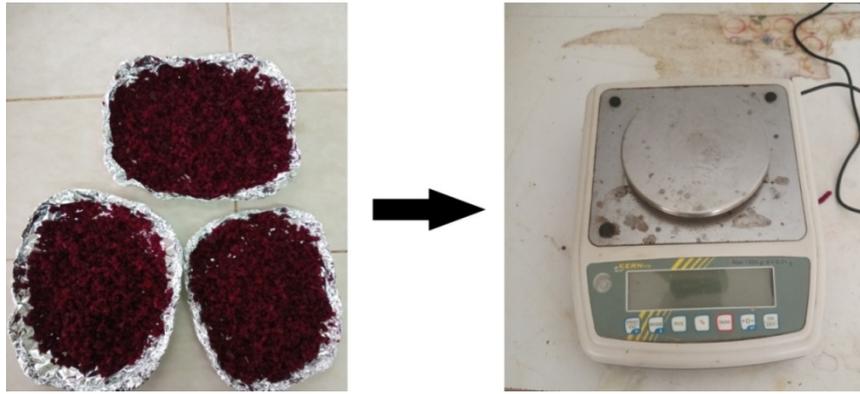


Figure III.5: Pesage des matières végétales

III.8.1.2. Préparation de la poudre

III.8.1.2.A. Séchage

Après avoir bien nettoyé les plantes, elles sont coupées en morceaux et séchées (Figure III.5) à l'ombre pendant 7 jours, puis elles sont placées à l'étuve à 40°C pendant 48h, afin de l'opération



Figure III.6 : matières végétales coupées en morceaux

III.8.1.2.B. Séchage à l'étuve

Dans cette étape, l'air chaud entre en contact avec la matière végétale fraîche pour faciliter le transfert de chaleur par convection. Il est nécessaire de déterminer la température du four, le temps de séjour et le volume de l'échantillon à tester. Le choix de ces deux paramètres (volume et temps de séjour) doit être adapté au rapport surface/volume (voir la figure III.7). Pour éliminer l'humidité du matériel végétal sur lequel nous travaillons, nous avons fixé la température d'étuve à 40°C pendant 72 heures (temps de séjour).



Figure III.7: Séchage de matières végétales à l'étuve

III.8.1.2.C. Broyage et tamisage

Une fois séchée, la plante a été broyée à l'aide d'un broyeur électrique, jusqu'à l'obtention d'une poudre fine (voir la Figure III.7). Il suit d'un tamisage pour avoir une poudre homogène, de granulométrie inférieure à 500 μm , qui par la suite, sera conservée dans des flacons opaques en verre, fermés et mis à l'abri de la lumière pour empêcher l'oxydation jusqu'au moment d'utilisation.

III.8.2. Expériences préliminaires

Dans une démarche d'optimisation des conditions d'extraction des colorants, une série de paramètres a été étudiée, notamment :

- La nature du solvant.
- La concentration du solvant.
- La nature des plantes (fraîches ou sèches)
- La quantité de poudre ou de plante fraîche.
- La durée d'agitation pour l'extraction.

Pour chaque essai, nous avons fait varier un paramètre et nous avons fixé tous les autres paramètres qui restent pour que l'on puisse à la fin avoir des paramètres optimaux et qui nous donnent le meilleur rendement d'extraction.

III.8.3. Expériences de référence

Dans les expériences de base qui ont été menées, nous avons pris les matières végétales que nous avons précédemment identifiées, à savoir la betterave, les pelures d'oignon et les olives noires, certaines sèches et d'autres fraîches, et nous avons utilisé dans un premier temps de l'eau comme solvant de référence. 10 g de poudre est mis en macération à

température ambiante avec 100 ml d'eau distillée pendant 24h ,L'extraction est réalisée par percolation 3 fois. Après extraction l'extrait est filtré; le filtrat récupéré est séché à sec.

III.8.4. Procédés d'extraction des colorants

Notre objectif est d'augmenter le rendement d'extraction, réduire l'utilisation de solvant synthétiques, réduisant ainsi les risques de pollution, réduisant les coûts d'extraction et réduisant la consommation d'énergie. Cependant, presque toutes les techniques d'extraction de colorant suivent la même voie de libération des pigments de la matrice par destruction tissulaire, suivi de l'élimination des composés indésirables et enfin de l'extraction liquide solide.

Améliorer l'extraction des pigments naturels par extraction écologique au bio-solvant dans ce qui suit, nous allons détailler la technique d'extraction utilisée dans cette étude puis nous aborderons les différentes techniques de purifications et enfin la méthodologie des plans d'expérience.

III.8.4.1. Protocole d'extraction des colorants par Solvant

III.8.4.1.A. Macération avec agitation (matières végétales séchés)

Dans notre laboratoire de département, la première étape dans la préparation d'extraits des colorants est le broyage de matière végétale, sous cette forme broyée, la poudre présentera une plus grande surface de contact avec les solvants extracteurs, permettant ainsi d'améliorer le rendement des extractions. La méthode d'extraction que nous employons est la macération par quatre solvants à polarité croissante (Ether de pétrole → dichlorométhane → de l'acétate d'éthyle → n-butanol) et par bio solvant. L'extraction par l'éther de pétrole a pour but d'entraîner les graisses ainsi que les substances lipophiles. La deuxième extraction par le dichlorométhane a été faite pour obtenir un extrait riche en composés moyennement polaires. La troisième extraction grâce l'acétate d'éthyle a été faite pour obtenir un extrait riche en composés polaires. La quatrième extraction par n-butanol a été faite pour obtenir un extrait riche en composés très polaire .La dernière extraction a été faite par le bio solvant et l'eau qui extrait les composés franchement polaires.

Le protocole de la macération des cette plantes est le suivant (**Figure III.8**) :

- Peser 10 gramme de la matière végétale ;
- Chauffer le solvant choisi dans un bécher de 1000 ml jusqu'à une température de 45°C

- Mettre la matière végétale (10 g sèche ou 266g fraîches) sur le solvant chauffé;
- Agiter pendant 60 minutes de temps;
- Laisser macérer pendant 24 h, ensuite filtrer sur un papier filtre Wathman (n°:1) ;
- Récupérer le filtrat dans un flacon ;
- Evaporer le filtrat par un rota vapeur
- Répéter la procédure trois fois



Figure III.8: Macération Avec Agitation matières végétales sec

III.8.4.1.B. Filtration

L'image ci-dessous montre le processus de filtration

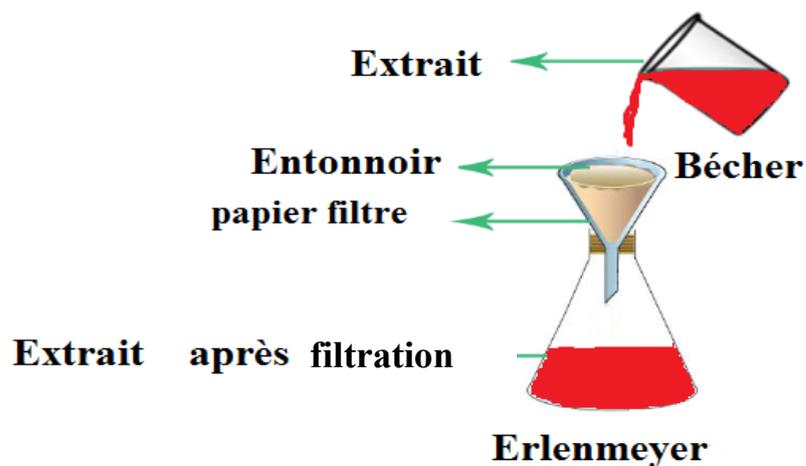


Figure III.9: Schéma de filtration des extraits des matières végétales sec

III.8.4.1.C. Evaporation (Extrait matières végétales séchés)

Les solutions obtenues ont été évaporés à l'aide d'un évaporateur rotatif, ou rotavap (Figure III.10)

Le protocole d'évaporation est le suivant :

- Placer le macérât à évaporer dans le ballon d'évaporation ;
- Mettre ensuite le ballon d'évaporation sous rotation ;
- Ouvrir le robinet d'eau froide relié au réfrigérant ;
- Fermer ensuite la vanne reliant le montage à la pression extérieure (vanne de fermeture) et faire le vide à l'intérieur de l'appareillage à l'aide d'une trompe à eau ;

Si l'évaporation n'est pas assez rapide, plonger le ballon d'évaporation contenant le macérât à évaporer dans le bain marie d'eau chaude ;

- Procéder à l'évaporation jusqu'à disparition complète du solvant ($T_o = 45$ à 65 °C et vitesse de rotation de 5 à 10);
- Ouvrir la vanne de fermeture pour remettre la pression atmosphérique à l'intérieur du dispositif ;
- Enfin, couper l'eau du réfrigérant et de la pompe à eau.
- Retirer le ballon du rotavap et attendre qu'il soit froid ;
- Peser le ballon afin de calculer le rendement d'extraction ;
- Recueillir l'extrait dans de l'eau chaude de (KOH 0.01%) (100 ml) (l'intérêt de l'utilisation de l'eau distillée bouillante c'est pour assurer la récupération des composés restés accolés à la paroi du ballon d'évaporation) ;
- Ajouter 100 ml d'eau distillée en plusieurs quantités ;
- Laisser le tout à décanter pendant 24 h à température ambiante.
- Sur un papier filtre Wathman N°1, filtrer l'extrait aqueux (résidu + eau) pour éliminer les boues (graisse et résine).

L'image suivante montre le processus d'évaporation



Figure III.10 : Evaporation de l'extrait des matières végétales sec

III.8.4.1. Saponification et Séchage à l'étuve (Extrait sec et frais)

Il y a des extraits qui passent directement à l'étuve selon les conditions (Température de 45 degrés) Le solvant est évaporé (l'eau et un bio-solvant) pendant une durée de 4 à 5 jours. Il existe également des extraits qui sont passés par l'étape de saponification, Puis à la filtration et enfin à l'étuve dans les conditions évoquées ci-dessus.

III.8.4.2. Procédure de saponification

Le but du processus de saponification est de se débarrasser des résidus d'huile qui ne se sont pas séparés pendant le processus de coulée.

Dans ce processus, nous avons ajouté 3 gouttes toutes les 15 minutes de la solution d'hydroxyde de sodium pré-préparée, et ce mélange se compose de 10 grammes d'hydroxyde de sodium dissous dans 90 ml d'eau, dans le but de stabiliser le facteur pH. Lorsque le pH est stabilisé, nous arrêtons le processus, puis filtrons l'extrait que nous avons versé et le préparons pour le processus d'évaporation à une température de 50 à travers l'évaporateur rotatoire .une fois terminé, nous renvoyons immédiatement l'extrait final à l'étuve à une température de 45 degrés

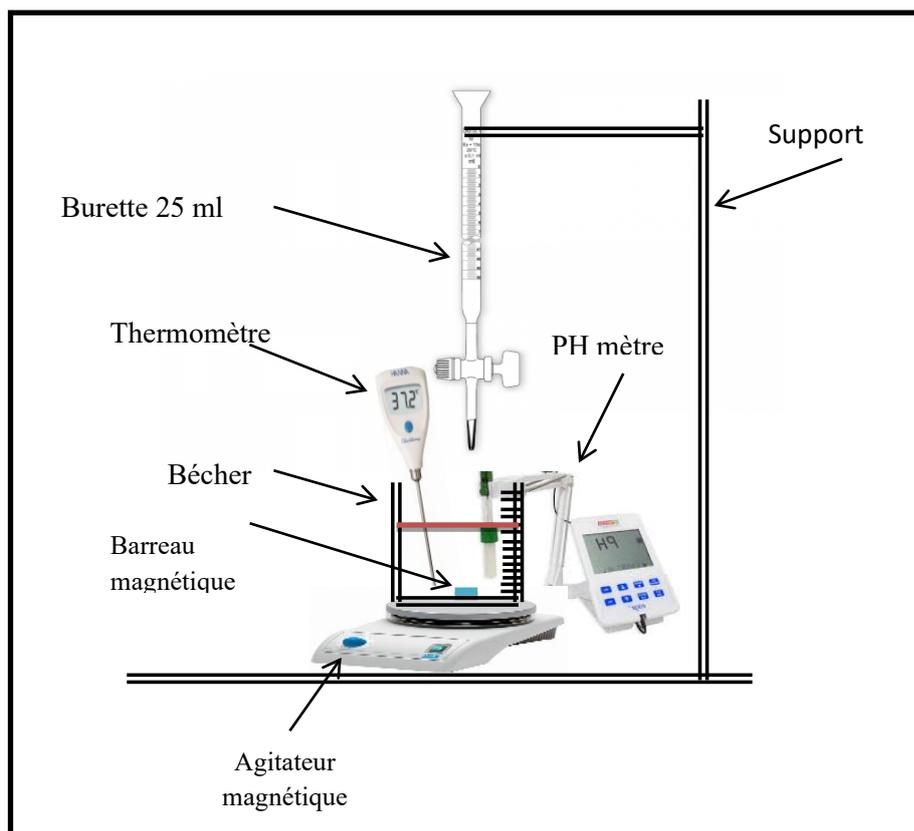


Figure III.1: Schéma de matériels et procédure de saponification

III.8.5. Calcul le rendement

Le pourcentage en extrait brut sec a été calculé par la formule suivante [2]:

$$R(\%) = (M / M_0) \times 100 \quad R(\%) :$$

rendement exprimé en %.

M: Masse en gramme de l'extrait sec résultant.

M₀ : Masse en gramme du matériel végétal à traité.

III.8.6. Détermination de la teneur en eau

La détermination de la matière sèche a été réalisée juste à l'arrivée des échantillons au laboratoire. La dessiccation été réalisée par évaporation de 5g de matière végétale à 105 ± 2 C° dans une étuve isotherme ventilée à la pression atmosphérique, jusqu' à ce que le poids devient pratiquement constant. La teneur en eau est définie comme étant la perte de poids subi lors de la dessiccation.

La détermination de teneur en eau se fait par le calcul de la différence de poids avant et après la dessiccation selon la formule suivante :

$$H\% = \frac{M_1 - M_2}{M_1} * 100$$

H% : Teneur en eau (taux d'humidité).

M_1 : masse en g de l'échantillon avant étuvage (plante fraîche).

M_2 : masse en g avant de l'échantillon après étuvage (plante séché)

Pour Betterave (*Beta Vulgaris*) $H\% = 15\%$ c'est à dire le pourcentage de la matier seche est égale à 85%

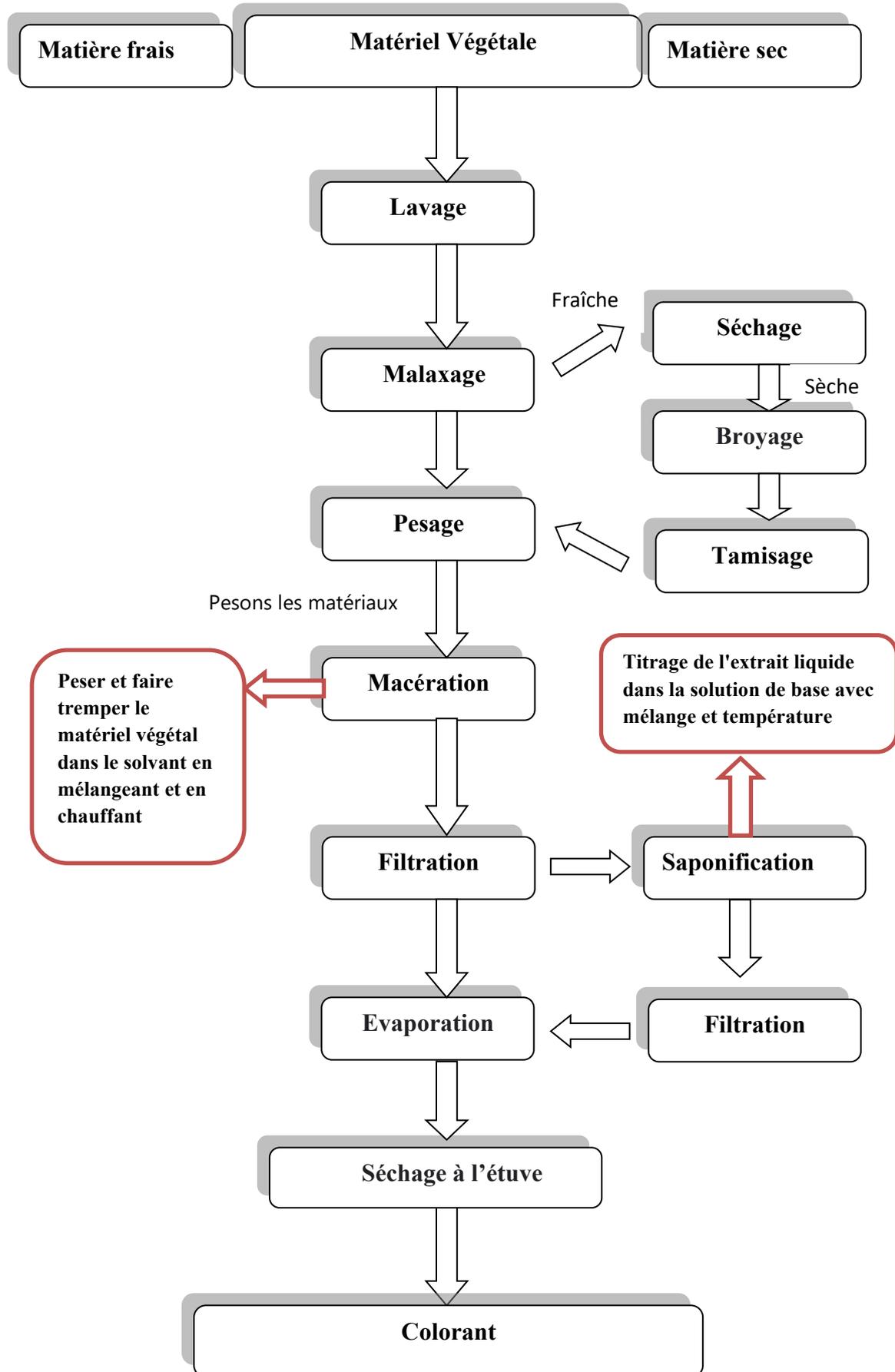


Figure III.12: Le principe du processus Eco-Extraction par bio-solvant

III.9. Analyse qualitative par chromatographie sur couche mince (C.C.M)

Une analyse qualitative est faite pour les colorants par chromatographie sur couche mince, le principe consiste à précipiter et adsorber les colorants sur une plaque chromatographique de gel de silice puis à séparer les différents composants chimiques à l'aide d'un solvant. Ceux-ci migrent alors sous forme de taches.

L'extrait obtenu par saponification après filtration contient diverses particules, l'analyse sommaire de ce mélange peut être réalisée par chromatographie sur couche mince (CCM) en utilisant de bio-solvant, éthanol pur et hexane comme éluant.

Prendre une plaque chromatographique en couche mince (plaque d'aluminium ou de plastique recouverte d'une fine couche de gel de silice).

Découper la surface nécessaire (environ 6 cm pour 4 ou 8 échantillons).
Tracer une ligne de base à environ 1cm du bord inférieur et marquer d'une croix, au crayon de bois, les points au niveau desquels vont être déposés les extraits à analyser sans abîmer la couche de silice.

Dissoudre l'extrait précédemment obtenu dans un solvant au fur et à mesure que nous obtenons des échantillons

- 1- extrait aqueux
- 2-extrait bio-solvant
- 3- extrait aqueux traité
- 4-extrait bio-Solvant traité

Tremper la pointe d'un capillaire ou d'une fine pipette propre dans la solution diluée et déposer une microgoutte de solution sur la croix. Laisser sécher et renouveler le dépôt trois ou plusieurs fois afin de concentrer la tâche et donc augmenter l'intensité des couleurs après chromatographie.

Disposer l'éluant dans une cuve chromatographique sur une hauteur d'environ 0,5 cm, puis fermer la cuve avec son couvercle afin de la saturer en vapeur d'éluant avant la chromatographie pendant 15min.

Déposer soigneusement la plaque CCM dans la cuve et laisser le solvant monter par capillarité jusqu'à environ 1cm du bord supérieur. Il est important de ne pas bouger le flacon

jusqu'à la fin de l'éluion. Le développement est assuré par migration du solvant par capillarité.

On sort la plaque et on marque le front de solvant à l'aide d'un trait au crayon de papier (endroit où s'est arrêté le solvant).

Le protocole de cette manipulation et le suivant:

- Introduire le système solvant choisi dans la cuve à chromatographie,
- Fermer la cuve (la cuve doit être saturée de vapeur de solvant);
- Tracer la ligne de dépôt à environ 1 cm du bord de la plaque ;
- A l'aide d'une micropipette, déposer environ 0,5µl de chaque échantillon, le diamètre de la tache environ 2mm. Effectuer plusieurs dépôts au même point, en séchant rapidement après chaque dépôt;
- Placer la plaque dans la cuve à chromatographie contenant le système solvant ;
- Recouvrir la cuve et suivre le développement du chromatogramme;
- Arrêter la chromatographie, lorsque le front du solvant se trouve à environ 1 cm de l'extrémité supérieur ;
- Sécher le chromatogramme à l'air libre ;

Révélation et calcul du rapport frontal (Rf)

Après séchage à l'air libre, les plaques ont été révélés par deux méthodes :

- 1 ère méthode (révélation chimique) : Révélation des taches à l'aide d'un révélateur chimique, solution d'acide sulfurique (20 : 80 ; v : v).
- 2 ème méthode (révélation physique) : Révélation des taches sous une lampe UV (254 nm). Dans tous les cas, les positions des taches (spots) colorées doivent être notées en les cerclant juste à la fin de la chromatographie car certains produits disparaissent avec le temps.

Enfin calculer le rapport frontal (Rf) pour chaque spot par la relation suivante :

$$Rf = \frac{\text{distance parcourue par le centre de la tache de la substance}(dx)}{\text{distance parcourue par le front de solvant}(ds)}$$

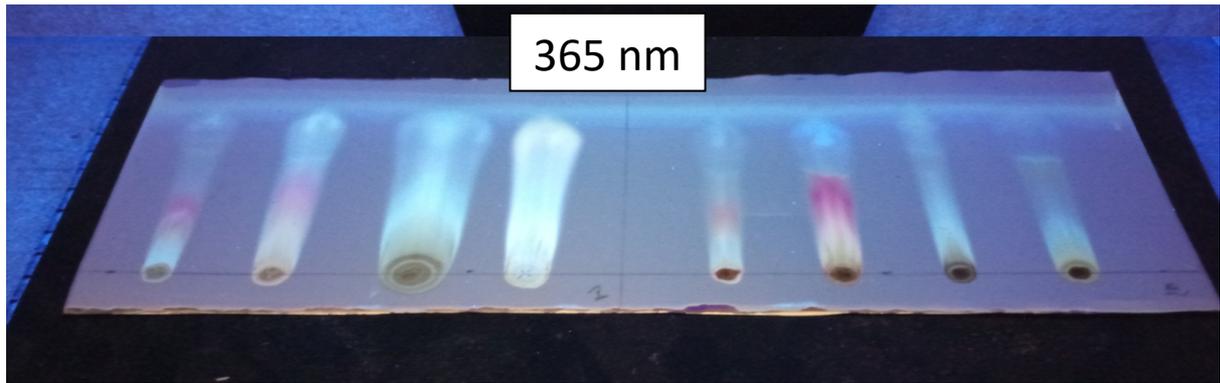


Figure III.13: Migration des échantillons dans la plaque CCM

On observe les différentes taches sur la plaque CCM puis on mesure les distances frontales de chaque substance puis on en déduit leur rapport frontal R_f .

Nous avons des longueurs et des largeurs dimensions des plaques :

- Largeur : 6 cm à la 8 Largeur
- Longueur : 8 cm à la longueur 20 cm

Solvants d'élution : Hexane et bio-solvant, éthanol.

III.10. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté un groupe de titres, en commençant par matériel et méthode de production des Bio-solvants (Matériels, Produits chimiques) en suit méthode fermentation semi-aérobie, dans cette partie, nous avons présenté un groupe de plantes utilisées dans la recherche (pelures d'oignon de betterave et olives vertes). nous avons suivi le protocole expérimental que nous avons présenté en titre : Procédés d'extraction des colorants, Et à la fin de ce chapitre, nous avons présenté l'analyse qualitative par chromatographie sur couche mince (C.C.M).

CHAPITRE IV

Résultats & Discussion

IV.1. Expériences préliminaires

IV.1.1. Résultats et Discussion

Détermination du rendement dans cette étude, le rendement (l'extrait sec, obtenu après évaporation et purification, contenant les colorants) a été déterminé par rapport à 10 g de la matière végétale sèches et par rapport à 266 g de matière fraîche. Le poids de l'extrait sec est déterminé par la différence entre le poids du ballon plein (après évaporation) et le poids du ballon vide (avant évaporation). Les résultats de cette manipulation sont représentés dans les tableaux (**Tableau IV.1, Tableau IV.2, Tableau IV.3, Tableau IV.4**)

Le poids de l'extrait sec est déterminé par la différence entre le poids du ballon plein (après évaporation) et le poids du ballon vide (avant évaporation).

$$\text{Le rendement est égale à } R\% = \frac{\text{Masse de l'extrait sec}}{\text{Masse de la matière végétale}} * 100$$

VI.1.1.1. Résultats d'extraction du Betterave

Le premier paramètre entamé dans cette étude est l'extraction des colorants de la poudre de la betterave par l'utilisation de : chloroforme à 99% (index de polarité « PI » : 1,2), d'éthyle éther à 80% (index de polarité : 2,6) l'éthanol à 99% (index de polarité : 5,2), butanol à 99% (PI : 5,4), le méthanol à 99% (PI : 6,6), et l'eau distillée (PI : 9). Voir le tableau IV.1

Il apparait clairement que le rendement d'extraction obtenu avec l'eau est le plus élevé avec 4470.34 ± 62.454 mg de poudre du colorants vs toutes les solvants synthétiques avec un rendement très faible et des fois nul non significative ($R < 0,001$). De plus l'analyse statistique montre que toutes les différences sont non significatives entre les 5 solvants synthétiques utilisés, le moins efficace étant le chloroforme ($R\%=0\%$.)

Tableau IV.1: Poids de l'extrait sec de la poudre de Betterave rouge (Beta Vulgaris)

Les Solvants	Volume de solvant	Poids Avant Séchage	Poids après séchage	Poids final	Pourcentage %
Eau	150 ml	66.66 g	10 g	4.47 g	6.7 %
Ethanol	100 ml	66.66 g	10 g	ns	/
Méthanol	100 ml	66.66 g	10 g	ns	/
Butanol	100 ml	66.66 g	10 g	ns	/
chloroforme	100 ml	66.66 g	10 g	ns	/
d'éthyle éther	100 ml	66.66 g	10 g	ns	/

ns : Non significative

Tableau IV.2: Poids de l'extrait sec de Betterave (Beta Vulgaris) Frais

Les Solvants	Volume de solvant	Poids de la plante fraîche	Poids final	Pourcentage %
Eau	150 ml	66.77 g	6.09 g	9.12 %
Ethanol	100 ml	33.33 g	2.20 g	6.6 %
Méthanol	60 ml	10 g	0.95 g	9.5 %
Butanol	150 ml	10 g	0.23 g	2.3 %
Chloroforme	100 ml	10 g	ns	/
d'éthyle éther	50 ml	10 g	ns	/

Pour l'extraction des colorants à partir de la betterave fraîche, le méthanol a donné le meilleur résultat en matière de rendement d'extraction avec une moyenne de 9.5%. Le rendement d'extraction par l'eau distillée est proche à celui de méthanol avec une moyenne de 9.12. Le éthanol avec une moyenne de 6.6% et butanol 2.3% est le moins efficace. L'analyse statistique montre que les différences sont significatives entre l'eau distillée et butanol) et entre le méthanol et l'éthanol. Les rendements d'extraction par chloroforme et par éthyle éther sont presque nuls.

A partir des deux tests d'extraction (fraîche est sèche), il apparaît que le meilleur solvant d'extraction des colorants pour Betterave est l'eau puis Méthanol.

VI.1.1.2. Résultats d'extraction d'Olive

Il apparaît clairement que le rendement d'extraction obtenu avec l'eau distillée est le plus élevé avec un rendement de 37.4 % vs l'éthanol 32% qui est le solvant le plus proche, avec une différence non significative ($p < 0,04$). (voir le tableau IV.3) Tous les autres solvants synthétiques avec un rendement faible et des fois nulles non significatives ($R < 0,001$), le moins efficace étant le chloroforme ($R\%=0\%$.)

Tableau IV.3: Poids final d'extraction d'Olive par solvants synthétique

Les Solvants	Volume de solvant	Poids d'olive sèche	Poids final	Pourcentage % Par rapport poids de matière fraîche
Eau	150 ml	10 g	3.74 g	8.4 %
Ethanol	100 ml	10 g	3.20 g	8.1 %
Méthanol	150 ml	10 g	1.37 g	3.7 %
Butanol	100 ml	10 g	0.71 g	1.8 %
Chloroforme	100 ml	10 g	ns	/
D'éthyle éther	100 ml	10 g	ns	/

VI.1.1.3. Résultats d'extraction Pelure d'oignon

Tableau IV.4: Poids final d'extraction Pelure d'oignon par solvants synthétique

Les Solvants	Volume de solvant	Poids de Pelure d'oignon	Poids final	Pourcentage %
Eau	200 ml	10 g	1.02 g	10.2 %
Ethanol	125 ml	10 g	0.29 g	2.9 %
Méthanol	150 ml	10 g	1.14 g	11.9 %
Butanol	125 ml	10 g	0.22 g	2.2 %
chloroforme	100 ml	10 g	ns	/
d'éthyle éther	100ml	5 g	0.01 g	0.2 %

IV.2. Expériences principales : extraction par bio-solvant

IV.2.1. Résultats et Discussion

VI.2.1.1. Résultats d'extraction de Betterave par bio-solvant

Tableau IV.5: Poids final d'extraction Betterave rouge (Beta Vulgaris) sec et Frais par bio-solvant

Matériel Végétale	Solvant	Volume	Poids Avant Séchage	Poids après séchage	Produits final après filtration	Filtra	Pourcentage %
Betterave sec	Eau	500 ml	266.66 g	40 g	26.28 g	/	9.85%
	Bio-Solvant	500 ml	266.66 g	40 g	19.74 g	/	7.40%
	Eau +Saponification	500 ml	266.66 g	40 g	23.65 g	1.33 g	8.87%
	Solvant bio +Saponification	500 ml	246.33 g	36.95 g	20.03 g	1.53 g	08.12%
Betterave frais	Eau	500 ml	266.66 g	/	19.96 g	/	7.48%
	Bio-Solvant	500 ml	266.66 g	/	29.92 g	/	11.22%
	Eau+ Saponification	500 ml	266.66 g	/	7 g	1.09 g	2.62%
	Solvant bio +Saponification	500 ml	266.66 g	/	15.9 g	0.81 g	5.96%

VI.2.1.2. Résultats d'extraction de Pelure d'oignon par bio-solvant

Tableau IV.6: Poids final d'extraction de Pelure d'oignon par bio-solvant

Les Solvants	Volume de solvant	Poids sec	Poids final	filtra	Pourcentage %
Eau	600 ml	20 g	2.37 g	/	11.85 %
Bio-Solvant	600 ml	20 g	3.07 g	/	15.35 %
Eau+ Saponification	600 ml	20 g	2.24 g	0.08 g	11.2 %
Bio-Solvant + Saponification	600 ml	20 g	2.36 g	0.06 g	11.8 %

Il apparait clairement que le rendement d'extraction obtenu de Pelure d'oignon avec le bio-solvant est le plus élevé avec 2370 ± 30 mg de poudre du colorants vs l'eau distillé. Voir le tableau IV.6

- on note dans le cas de la saponification du premier extrait dans lequel on a utilisé le solvant (l'eau) la valeur du rendement a diminué légèrement d'environ à 0.65% et dans le cas de la saponification du deuxième extrait dans lequel on a utilisé le solvant (bio-solvant) la valeur du rendement a diminué d'environ à 4.55 %

VI.2.1.3. Résultats d'extraction olive par bio-solvant

Tableau IV.7: poids final d'extraction olive par bio-solvant

Les solvants	Volume solvant	Poids friche	Poids final	filtra	Pourcentage %
Eau	600 ml	150 g	25.53 g		17.02 %
Bio-Solvant	600 ml	200 g	25.20 g		12.6 %
Eau + Saponification	600 ml	150 g	23.83 g	3.24 g	15.88 %
Bio-Solvant + Saponification	600 ml	200 g	23.19 g	3.18 g	11.59 %

Pour l'extraction avec deux solvants (bio-solvant et l'eau) on note dans le cas de l'utilisation d'Olive avec bio-solvant le rendement et peut élever par apport à l'utilisation d'Olive avec l'eau Il y a une légère différence dans le rendement égale 0.33 g

- On note dans le cas de la saponification du premier cas(Eau+saponification) dans lequel on a utilisé le solvant (l'eau) la valeur du rendement a diminué légèrement d'environ à 1.7 g

- On note dans le cas de la saponification du deuxième cas (Bio-Solvant +saponification) dans lequel on a utilisé le solvant (bio-solvant) la valeur du rendement Une légère augmentation de la valeur diminué légèrement d'environ à 2.01 g

Discussion

Dans la recherche d'une optimisation efficace de l'extraction des colorants à partir de plantes choix du solvant d'extraction joue un rôle très important dans l'extraction des colorants et leurs qualités aussi l'impacte sur la santé.

Afin d'étudier l'effet de la nature du solvant d'extraction, les colorants ont été extraits en utilisant comme solvants : l'eau distillée, bio-solvant issu de la fermentation de la matière organique, le méthanol, l'éthanol, chloroforme et éthyle éther.

Les résultats montrent que le solvant qui donne le plus fort rendement en colorants est le bio-solvant puis l'eau distillé puis l'éthanol. , tandis que le chloroforme et éthyle éther sont celle qui présente le plus faible résultat en matière de pouvoir d'extraction avec un rendement presque nul. Ces résultats peuvent être expliqués par le fait que le bio-solvant renferme des molécules ayant une polarité plus forte et aussi potentiel d'extraction plus fort que les autres solvants d'extraction utilisés.

Plusieurs auteurs indiquent que l'éthanol est meilleur que le méthanol dans l'extraction des colorants. Nous avons montrés que bio-solvant soit issu de la fermentation ou l'eau distille sont préférables car ils ont l'avantage d'être non polluants, moins chers et non toxiques par rapport à d'autres solvants comme le méthanol et le butanol ou éthyle éther.

Le mélange solvant-eau distillée semble très efficace pour l'extraction des colorants par les solvants synthétique, car l'eau en combinaison avec le solvant contribue à la création d'un solvant modérément polaire qui assure à la fois l'extraction des composés et la préservation de leur activité antioxydante. Le choix du solvant sera alors conditionné par le caractère polaire des composés présents dans la matrice étudiée.

Le volume du solvant, ou rapport masse de poudre/volume du solvant, est un facteur influençant l'extraction des colorants. Afin d'étudier l'effet du rapport solide-liquide, l'extraction des colorants de betterave et d'olive noir a été effectuée en utilisant de la poudre

de la plantes et comme solvant d'extraction le bio-solvant, l'eau distillé et l'éthanol et en faisant varier la relation échantillon/solvant dans les rapports : 1/10 ; 1/20 ; 1/30 à 1/50 (g/ml). D'après les résultats d'absorbance obtenus, les rapports 1/10 et 1 /20 (g/ml) ont été hors gamme.

Le rendement en colorants le plus élevée a été trouvée en appliquant le rapport 01 g/50 (voir le tableau IV.5).

Dans le but de choisir les paramètres optimaux, nous avons pris en compte de minimiser au maximum la quantité de poudre avec l'obtention d'un meilleur rendement.

L'objectif de l'étape d'extraction des colorants à partir des végétaux est de libérer ces composés des vacuoles où ils se trouvent. L'extraction solide-liquide met en jeu des mécanismes moins bien connus. En effet, le solvant doit franchir la barrière solide- liquide, dissoudre le principe actif à l'intérieur du solide et le soluté doit ressortir du solide. L'entrée du solvant se fait par mécanisme osmotique et la sortie du soluté par diffusion. L'extraction s'effectue par transport des particules réduites en utilisant un homogénéisateur où la substance à traiter est interposée au solvant qui servira à l'extraction.

L'influence de la durée d'agitation sur l'extraction des colorants a été réalisée en utilisant quatre durées croissantes : 15mn ; 30mn ; 60 mn 90 mn, en utilisant comme solvant d'extraction le bio-solvant et l'éthanol avec un rapport de 1/50 g/ml.

Les résultats de notre travail ont montré que la durée d'extraction a un effet non significatif ($P < 0,05$) sur le rendement en colorants et que la macération n'influencer pas sur l'extraction.

IV.3. Chromatographie sur couche mince

Échantillons de betterave sec et frais : l'éluant utilisé: bio-solvant volume $v=50$ ml

H=4.5 cm

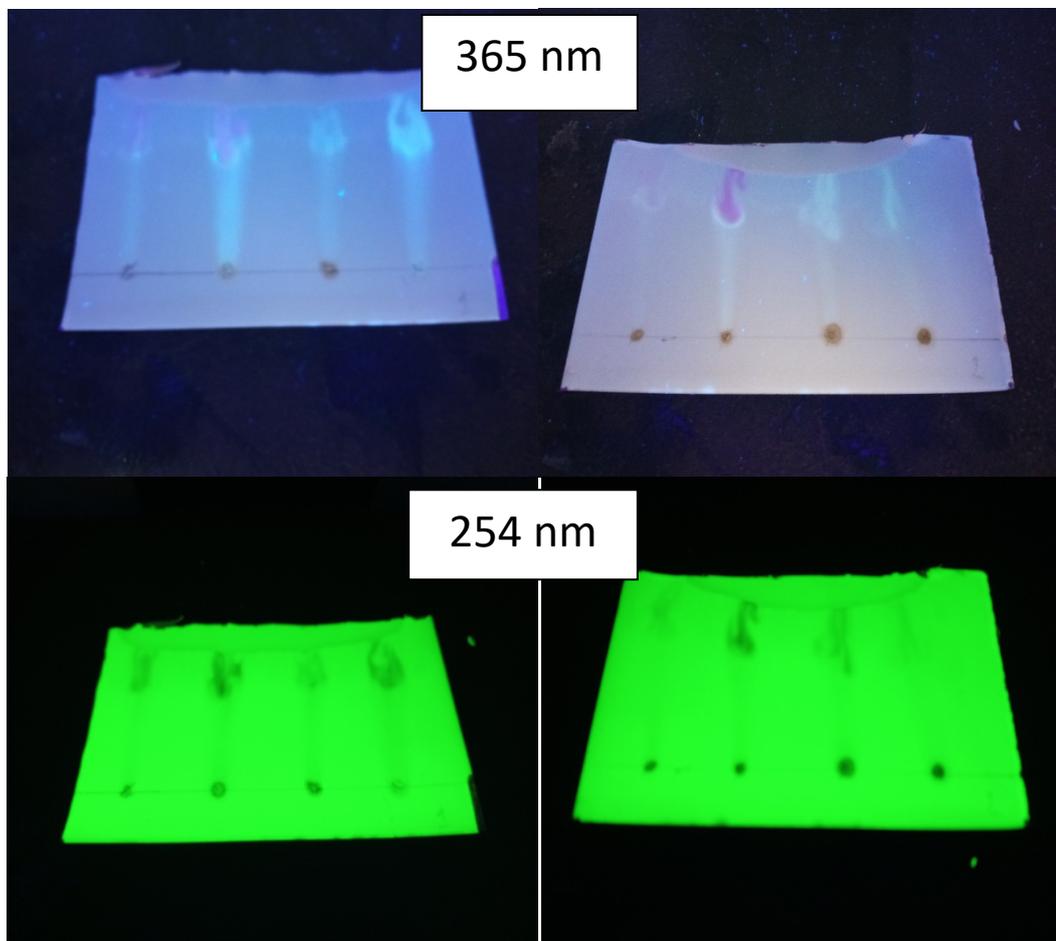


Figure IV.1 : Photo de plaque (CCM) (l'éluant utiliser bio-solvant) échantillons betterave sec et friche

Tableau IV.8: les échantillons betterave sec et friche Rapport frontal (Rf) (l'éluant utiliser bio-solvant)

les échantillons betterave sec	Rapport frontal Rf
Spots extrait aqueux	0.95
Spots extrait bio-solvant	0.91
Spots extrait aqueux traité	0.84
Spots extrait bio-Solvant traité	0.88
les échantillons betterave frais	Rapport frontal Rf
Spots extrait aqueux	0.91
Spots extrait bio-solvant	0.93
Spots extrait aqueux traité	0.84
Spots extrait bio-Solvant traité	0.93

On remarque les échantillons issus de la betterave sec et la betterave frais contient presque les mêmes particules quelques soit le solvant d'extraction.

Échantillons betterave sec et frais :L'éluant utilisé: hexane volume $v=50$ ml

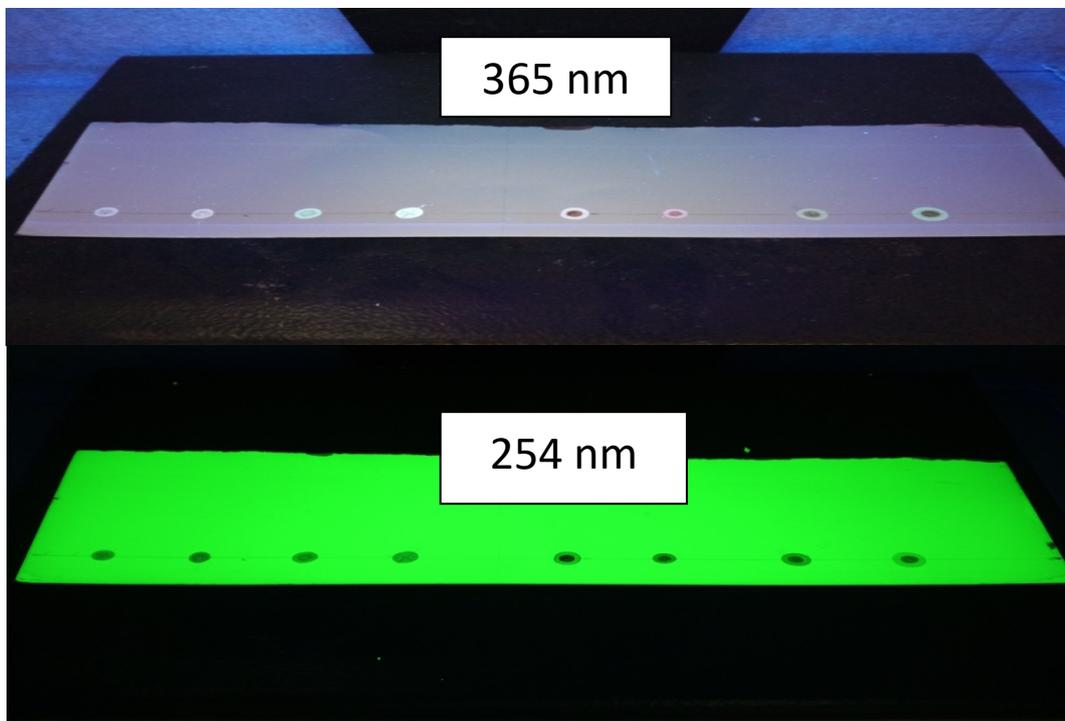


Figure IV.2 : Photo de plaque (CCM) (l'éluant utilisé hexane)échantillons betterave sec et friche

Échantillons betterave sec et frais L'éluant utiliser: éthanol pur volume $v= 50$ ml

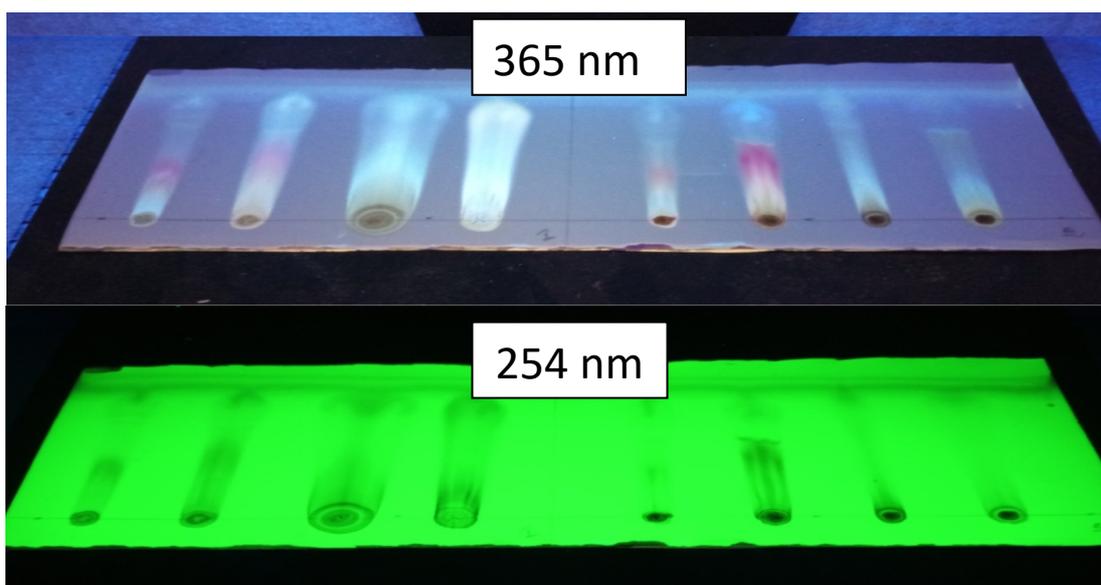


Figure IV.3 : Photo de plaque (CCM) (l'éluant utiliser éthanol)échantillons betterave sec et friche.

Les différents extraits obtenus à partir de betterave ont été analysés par chromatographie sur couche mince afin d'identifier dans un premier temps les composés présents dans la plante. l'éluant utiliser est l'éthanol.

Tableau IV.9: les échantillons betterave sec et friche Rapport frontal de la 1ère tache et du 2iem tache (l'éluant utiliser éthanol)

les échantillons betterave sec	Rapport frontal Rf (1 ^{er} tache)	Rapport frontal Rf (2 ^{em} tache)
Spots extrait aqueux	0.33	0.91
Spots extrait bio-solvant	0.45	0.86
Spots extrait aqueux traité	0.33	0.88
Spots extrait bio-Solvant traité	0.33	0.85
Les échantillons betterave frais	Rapport frontal Rf (1 ^{er} tache)	Rapport frontal Rf (2 ^{em} tache)
Spots extrait aqueux	0.36	0.91
Spots extrait bio-solvant	0.5	0.91
Spots extrait aqueux traité	/	0.91
Spots extrait bio-Solvant traité	/	0.96

On observe qu'aux taches qui ont des rapports frontaux compris entre 0.91 et 0.96 correspondent toujours les colorants souhaités après la révélation sous UV 365 et 254

Échantillons Pelure d'oignon l'éluant utilisé bio-solvant volume $v= 50$ ml

H=5

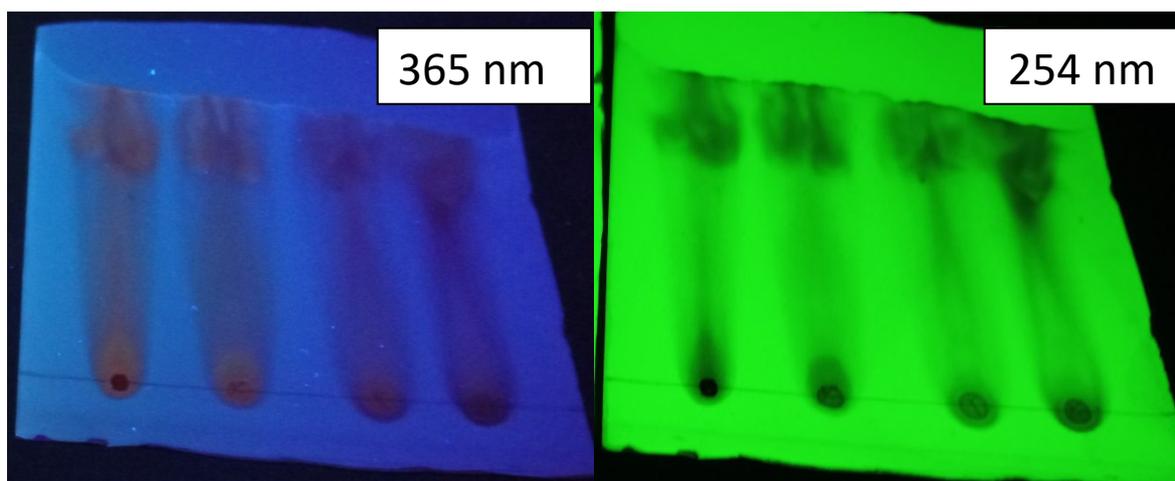


Figure IV.4 : Photo de plaque (CCM) (l'éluant utiliser bio-solvant) échantillons Pelure d'oignon.

Tableau IV.10: les échantillons de pelure d'oignon rapport frontal Rf (l'éluant utilisé bio-solvant)

les échantillons Pelure d'oignon	Rapport frontal Rf
Spots extrait aqueux	0.96
Spots extrait bio-solvant	0.94
Spots extrait aqueux traité	0.92
Spots extrait bio-Solvant traité	0.98

On remarque les échantillons issus de Pelure d'oignon contient presque les mêmes particules quelques soit le solvant d'extraction

Échantillons Pelure d'oignon : l'éluant utiliser Ethanol pur volume $v=30$ ml

H=5

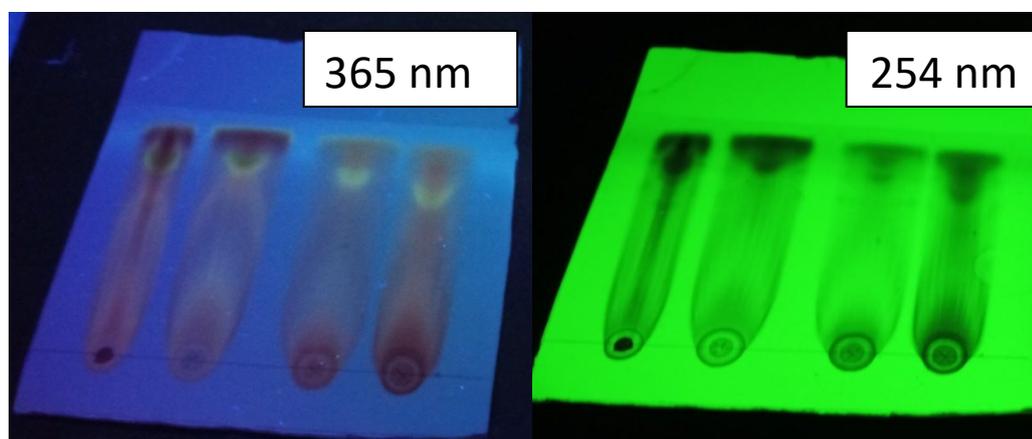


Figure IV.5 : Photo de plaque (CCM) l'éluant utiliser éthanol échantillons Pelure d'oignon

Les différents extraits obtenus à partir de Pelure d'oignon ont été analysés par chromatographie sur couche mince afin d'identifier dans un premier temps les composés présents dans la plante.

Tableau IV.11:les échantillons Pelure d'oignon Rapport frontal(Rf)l'éluant utiliser éthanol)

les échantillons Pelure d'oignon	Rapport frontal = Rf (1 ^{er} tache)	Rapport frontal Rf (2 ^{em} tache)
Spots extrait aqueux	0.9	0.3
Spots extrait bio-solvant	0.94	0.38
Spots extrait aqueux traité	0.9	/
Spots extrait bio-Solvant traité	0.88	/

On remarque que les taches qui ont des rapports frontaux compris entre 0.88 et 0.94 correspondent toujours les colorants souhaités après la révélation sous UV 365 et 254

Échantillons d'Olive : l'éluant utiliser Bio-Solvant volume $v= 50$ ml

H=5

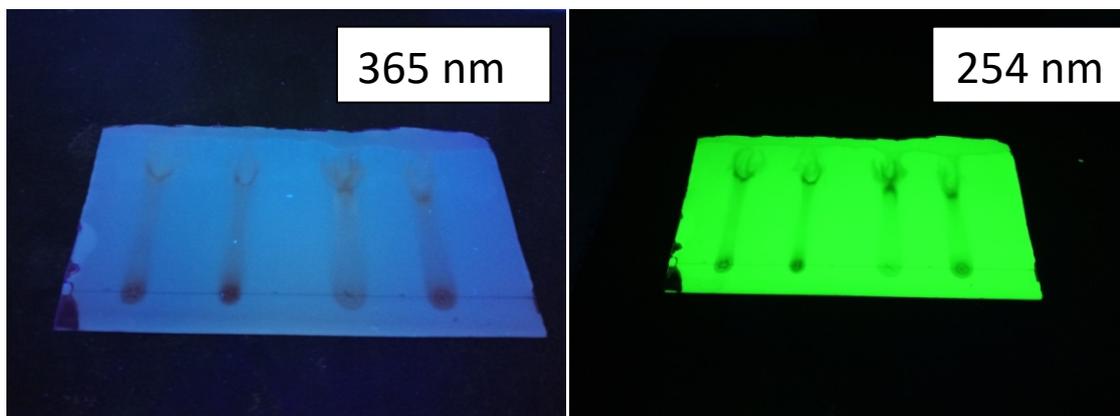


Figure IV.6 : Photo de plaque (CCM) (l'éluant utiliser Bio-Solvant) échantillons d'Olive

Tableau IV.12: les échantillons d'Olive Rapport frontal Rf (l'éluant utiliser bio-solvant)

les échantillons d'Olive	Rapport frontal = Rf
Spots extrait aqueux	0.92
Spots extrait bio-solvant	0.9
Spots extrait aqueux traité	0.92
Spots extrait bio-Solvant traité	0.82

On remarque les échantillons issus d'Olive contient presque les mêmes particules quelques soit le solvant d'extraction

Échantillons d'Olive : L'éluant utiliser Ethanol pur volume $v= 30$ ml

H=3.5

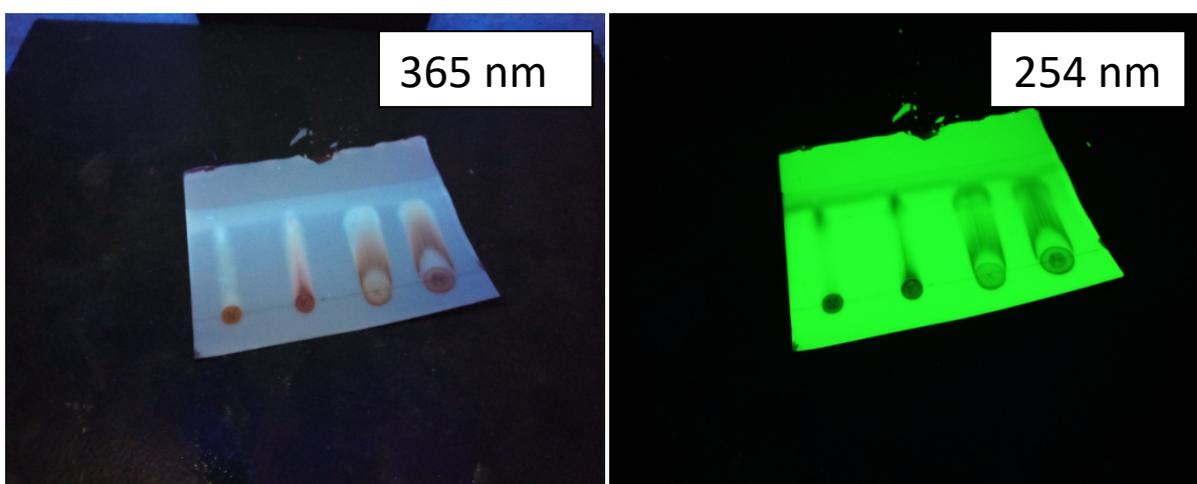


Figure IV.7 : Photo de plaque (CCM) (l'éluant utiliser éthanol) échantillons d'Olive

Les différents extraits obtenus à partir d'olive ont été analysés par chromatographie sur couche mince afin d'identifier dans un premier temps les composés présents dans la plante.

Tableau IV.13: les échantillons d'Olive Rapport frontal = Rf (L'éluant utiliser est l'éthanol)

les échantillons olive	Rapport frontal = Rf
Spots extrait aqueux	0.82
Spots extrait bio-solvant	0.85
Spots extrait aqueux traité	0.8
Spots extrait bio-Solvant traité	0.77

On remarque que les taches qui ont des rapports frontaux compris entre 0.77 et 0.85 correspondent toujours les colorants souhaités après la révélation sous UV «365 et 254

IV.4. Analyses Spectroscopie UV visible

Betterave sèche

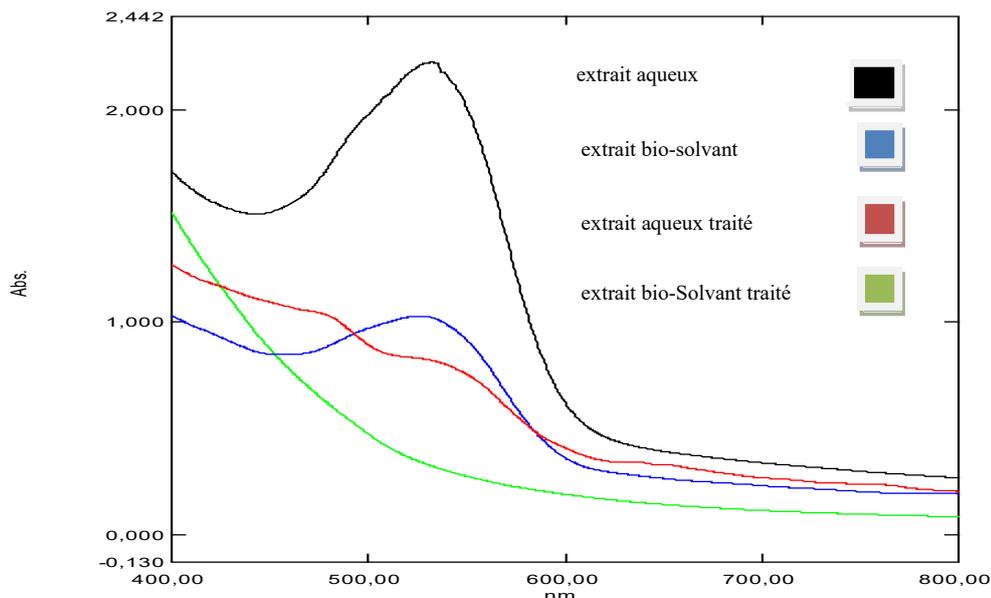


Figure IV.8: Courbe graphique d'Absorption des échantillons de Betterave sec de Betterave friche

On remarque dans les courbes graphiques d'absorption les échantillons Betterave sec on observe présence de band la premier valeur d'absorption à 540 nm la valeur d'absorption la plus élevée ,la courbe en noir (extrait aqueux).la deuxième valeur d'absorption à 540 nm avec moins valeur d'absorption ,courbe en bleu (extrait bio-solvant) alors contient la même valeur d'absorption du couleur vert avec une différence de clarté. Mais il n'y a pas d'adsorption pour les enchantions qui ont subi le processus de saponification

Betterave fraiche

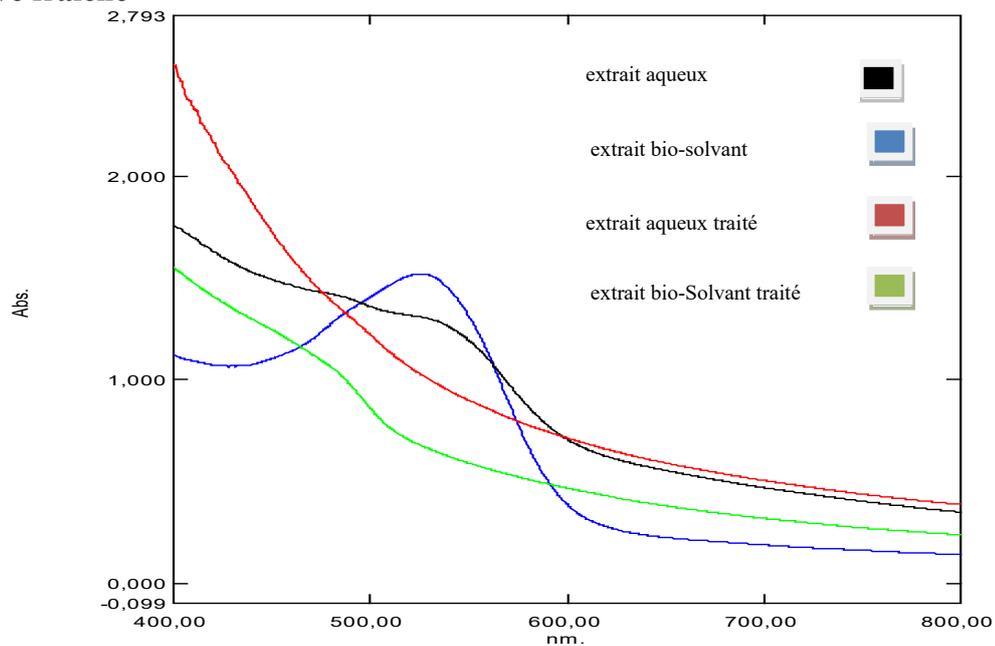


Figure IV.9: Courbe graphique cinétique d’Absorption des échantillons Betterave fraiche

On remarque dans les courbes graphiques d’absorption les échantillons de Betterave fraiche on observe la présence d’une seule band d’absorption à 540 nm ,la courbe en bleu (extrait bio-solvant) contient la valeur d’absorption du couleur vert. Mais il n’y a pas d’adsorption pour les autres échantions.

Pelure d’oignon

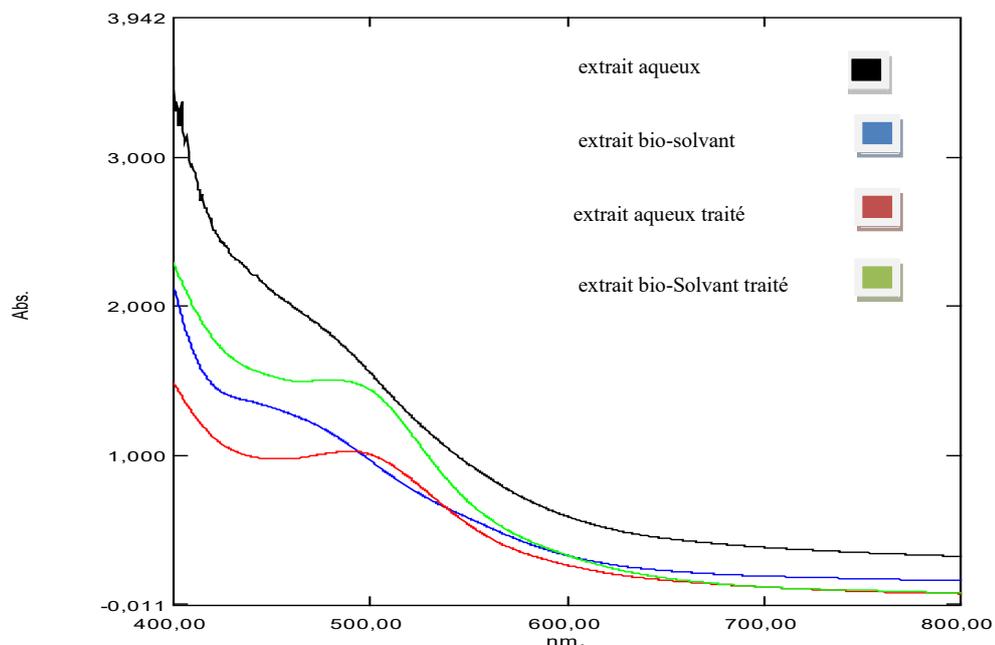


Figure IV.10: Courbe graphique cinétique d’Absorption des échantillons Pelure d’oignon

On remarque dans les courbes graphiques d'absorption de les échantillons de Pelure d'oignon on observe il n'y a pas d'adsorption pour tous les enchantions

.Olive

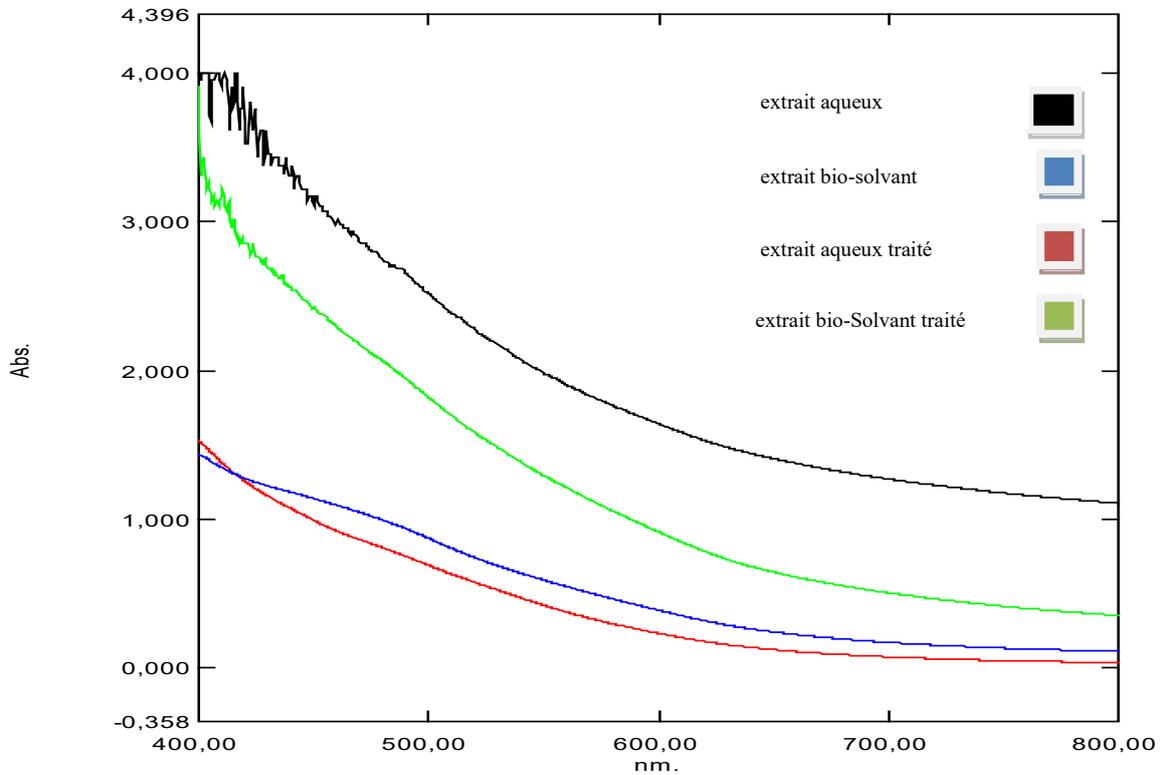


Figure IV.11: Courbe graphique cinétique d'Absorption des échantillons olive

On remarque dans les courbes graphiques d'absorption les échantillons d'Olive on observe qu'il n'y a pas adsorption pour tous les enchantions.

IV.5. Les Produits Finale



Figure IV.12: Colorant de Betterave Sec et Frais



Figure IV.13: Colorant d'Olive



Figure IV.14: Colorant de pelures d'oignon

IV.6. Les molécules responsables des couleurs obtenus

Tableau IV.14: Les molécules responsables des couleurs

	Couleur	Molécule responsable
Betterave	rouge-violet	bétabaïne
Pelure d'oignon	Marron Claire	anthocyanidols
Olive	Mauve Claire	Non identifier

IV.7. Applications

Essai sur un produit salé : pâte

Voici la pâte obtenue:

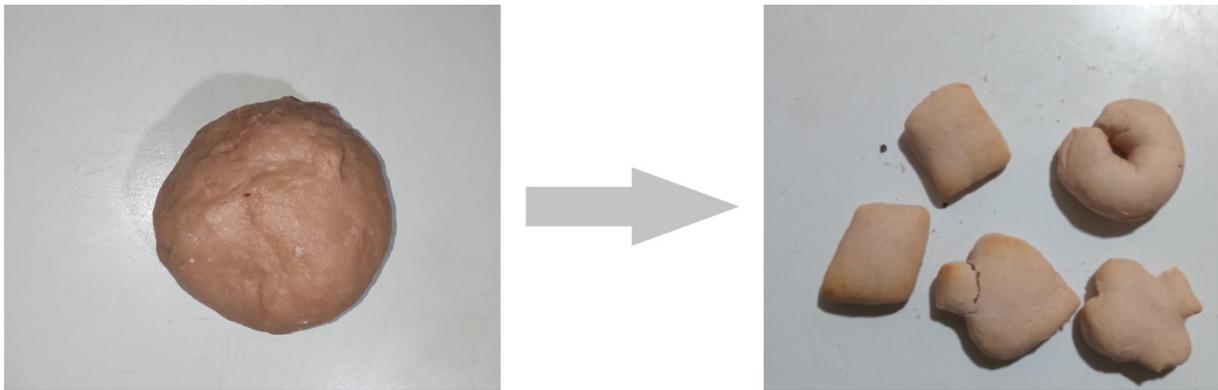


Figure IV.15: Photo des pâtes colorées

Bien qu'ils soient frais ils collent entre eux et après cuisson au four ils ne gardent pas leur couleur.

Essai sur un produit sucré :

Bonbon gélatine

Voici les bonbons obtenus:



Figure IV.16: Photo des bonbons colorés obtenus

Bien qu'ils soient frais ils ne collent pas entre eux et après cuisson dans le conservateur le coloré extrait avec le bio-solvant.

IV.8. Conclusion

Pour une extraction efficace et optimale des colorants et l'évaluation de leur qualité, l'extraction solide-liquide a été utilisée. Quatre facteurs ont été optimisés, à savoir le type de solvant (solvant synthétique ou bio-solvant et eau), les plantes sèches ou fraîches, le rapport solide/liquide (1/ 10 ; 1/20 ; 1/30 ; 1/50), ainsi que le temps d'extraction (15min, 30min, 60min, 90min,).

D'après notre essai d'optimisation, certaines conclusions s'imposent. D'abord, le protocole d'extraction utilisé pour l'optimisation a permis d'obtenir les meilleurs rendements en colorants avec le bio-solvant comme meilleur solvant. Les résultats de la présente étude ont révélé que les extraits de plantes ont un rendement en colorants qui varie toujours en fonction de la nature du solvant, la nature de la plante (fraîche ou sèche) ,le rapport solide / liquide et le temps d'extraction.

CHAPITRE V

Etude techno-économique d'une unité
de production des colorants des
oxydants par extraction écologique

V.1. Introduction

La couleur des aliments est un sujet d'intérêt qui s'est manifesté de longue date autant chez les producteurs que chez les consommateurs. Il existe de nombreuses méthodes de produire et d'extraire des colorants alimentaires et les oxydants dans notre travail, nous avons utilisé une méthode d'extraction écologique. Après le travail en laboratoire pour produire un groupe de colorants, nous réaliserons une étude de faisabilité pour calculer le coût de la production locale.

Dans le but de diminuer cette importation et aussi pour éviter la perte de Produits végétaux pendant la saison de récolte, nous envisageons de réaliser une étude techno-économique d'une unité pilote de production de carotènes selon le procédé d'extraction par solvant volatile à partir de betterave, olives et tomates, suivi d'étapes de purification par voie chimique.

Dans notre estimation économique, nous suggérons de monter une usine pilote à capacité de traitement de 7 tonnes de pelure d'oignon et 9 tonnes de betterave et 8 d'olive et de 1 tonne permettant la production annuelle de kg de colorant.

La production de colorant par la méthode d'extraction par solvant volatil nécessite les opérations unitaires suivantes :

- Broyage
- Macération (avec agitation)
- Essorage (filtration sous vide) ou centrifugation
- Distillation (récupération de solvant).

Ainsi, pour la réalisation de ce projet, notre unité de production doit nécessairement

Disposer des matériels cités ci-dessous :

- Pompe à vide
- Balance
- Cuve de stockage
- Broyeur
- Cuve de macération avec système d'agitation mécanique
- Unité de filtration à centrifugation

Chapitre V : Etude techno-économique d'une unité de production des colorants des oxydants par extraction écologique

- Unité de récupération de solvant (distillation)
- Armoire réfrigérateur.

V. 2. Les couts d'investissement :

V. 3. Les coûts des appareillages :

Tableau V.1: Coût des appareillages.

Désignation	Nombre	PU (DZD)	PT (DZD)	Caractéristiques
Broyeur [63]	1	55000	55000	Puissance : 1,8 CV Charge : 400kg/h
Cuve de macération Avec système D'agitation mécanique[64]	1	1110000	110000	Capacité : 650 L Charge : 600 L Moteur de puissance:2CV
Unité de filtration à Centrifugation [65]	5	92000	640000	Capacité : 40 L Charge : 30 L/15mn Moteur de puissance: 2CV
Unité de récupération De solvant [66]	1	2200000	2200000	Capacité : 500 L Charge : 500 L Débit de vapeur : 100 L / h
Armoire réfrigérateur [67]	1	130000	13000	Capacité : 500 L
Pompe à vide [68]	1	20000	20000	
Balance : - à peser de portée 50 kg - de précision [69]	1	15000	15000	Portée max : 60 Kg Portée max : 500 g Ordre de précision : 10 ⁻³ g
	1	11000	11000	
Cuve de stockage	6	12000	72000	Capacité : 2 m ³
bio réacteur (fermenteur)	3	723496	2170488	Capacité : 5000 L

TOTAL = 3326488 DZD

Chapitre V : Etude techno-économique d'une unité de production des colorants des oxydants par extraction écologique

Divers accessoires et verrerie :

- Verrerie de purification : 200000 DZD
- Thermomètre : 500 DZD

-Utiliser à la distillation de portée de – 10°C à 150°C : 1300 DZD

-à salle, de portée de – 10°C à 110°C : 1200 DZD

- Climatiseur de portée de 200 m3: 240000 DZD
- Extincteur, de poids P = 5 kg : 4500 DZD

➤ TOTAL = 447000 DZD

- Coûts de construction d'atelier et magasin de stockage des matières premières:

Tableau V.2: Coût de construction d'atelier et magasin de stockage.

Designations	Unite	Quantité	P.U. (DZD)	Total (DZD)
Terrain	m ²	150	10000	1500000
Construction	-	-	-	6000000
TOTAL				7500000

V. 4. Coût total d'inv estissement en matériel principal

Coût total d'investissement en matériel principal est la somme de coût de construction et coût des appareillages : $I1 = 3326488 + 447000 + 7500000$

$I1 = 11273488$ DZD

V.5. Coût de transport et d'installation : I2

Oued-Souf est la première région de production de tomates en Algérie, donc pour réduire les coûts de transport, nous prévoyons d'implanter notre unité de production car les coûts de transport s'élèvent à 200 000 DZD par ans.

$I2 = 200000$ DZD

V. 6. Frais d'ingénierie

Ce frais d'ingénierie est de 10 % des investissements en limite des unités de fabrication:

$$I3 = 0,1 \times (I1+I2) = 0,1 \times (11273488+200000)=11294349 \text{ DZD}$$

$$I3 = 11294349 \text{ DZD}$$

V. 7. Le Frais Opératoire

V. 7.1. Charge variable

V. 7.1.1. Matières premières

V.7.1.1.1. Consommation de matières premières

L'étude économique estimer ici est basé par l'obtention des colorant par voie d'extraction par bio solvant : et suivie par la méthode de purification par voie chimique. Durant cette opération, l'utilisation est comme le suivant :

Préparation de bio solvant :

Eau distillée : 3500L

Ces prix sont approuvés avec le marché mondial dans le tableau suivant.

Première pour produit 5000 L de bio solvant et la consommation annuel pour 17 fois par an.

Tableau V.3 : Consommation des matières des sels minéraux

Sels minéraux	la mass	P.U. (DZD)	Prix total (DZD)	Prix total annuel (P.17fois)
sucre	1000kg	28	28000	476000
k2 HPO3	0.05 kg	440	22	374
FeSO4	0.01 kg	10	01	17
KI	0.01 kg	2900	29	493
Co	0.002 kg	44000	88	1496
Ni	0.0002kg	440000	88	1496
NaCl	0.02 kg	250	05	85

Total=28233DZD

Total annuel= 479961DZD

Quantité de bio solvant produit au cours d'une seule étape :

Grâce à notre travail en laboratoire, nous avons obtenu les résultats suivants:

1L → 0.7L

3500L → X

$$X=350*0.7/1$$

$$X= 2450 L$$

Tableau IV.4: Consommation totale de bio-solvant

Designation	Quantité totale du bio solvant	P.U (DZD)	Valeur (DZD)
Bio solvant	235960.23	38.87	9171774.1401

Alors le prix de produit 2450L de bio solvant égale 9523.3DZD

$$\text{Le prix TOTAL annuel}=28233*17=479961\text{DZD}$$

V.7.1.1.2. Consommation annuelle des matières premières pour produire le colorant naturelle par betterave et olive et pelures d'oignon

On effectue 17 opérations dans une journée et 360 jours ouvrables par an.

Tableau V.5: Consommation annuel des matières premières

Designation	Quantity kg	P.U (DZD)	Valeur (DZD)
betterave	8913	60	534780
olive	7936.50	120	952380
peluresd'oignon	6514.65	5	32573.25

Finalement, nous pouvons donc calculer l'investissement dû aux charges initiales :

$$I_4 = 2169300.05\text{DZD}$$

V.7.2. Fourniture de bureau

350000 DZD

V.7.3. Utilités

L'utilité est la consommation en énergie utilisée pendant l'opération.

- Gaz oil pour la motopompe : elle consomme 60000 DZD par an.
- Electricité : la consommation d'électricité annuelle en dinars pour les différents appareils est citée ci-dessous
- Chaudière : 60000 DZD
- Broyeur : 15000 DZD.
- Moteur de l'agitation : 20000 DZD.
- Un appareil de filtration : 60000 DZD.
- Congélateur : 6500 DZD.

Chapitre V : Etude techno-économique d'une unité de production des colorants des oxydants par extraction écologique

- Climatiseur et éclairage : 25000 DZD.
- Consommation d'eau en dinars : 35000 DZD.
- bio réacteur : 90000 DZD

TOTAL = 371500 DZD

Donc, la somme de charge variable est :

CV = 2540800.05 DZD

V.7.4. Organisation et charge en personnel

Tableau V.6: Organisation et charge en personnel

Personnel	Salair mensuel (DZD)	Effectif	Salair annuel (DZD)
Gérant	150000	1	1800000
Chef d'Atelier	100000	1	1200000
Ouvriers	70000	6	5040000
Total			8040000
Charges patronales (sociale)= 18%			1447200
Masse salariale			9487200

V.8. FRAIS DE DEMARRAGE

Les frais de démarrage sont composés par les frais dus aux produits et réactifs utilisés pendant les premiers mois de la production, ceux dus aux utilités (eau, vapeur et électricité) consommés pendant cette période, ainsi que les salaires du personnel de production et de maintenance.

$$I5 = (\text{Charge variable} / 12) + (\text{main d'œuvre} / 12)$$

$$I5 = (371500 / 12) + (9487200 / 12) = 30959 + 790600 = 821559$$

$$I5 = 821559 \text{ DZD}$$

V.9. Montant Des Charges Fixes :

Valeur totale des charges fixes (CF) par an.

Tableau V.7: Montant de charge fixe

Désignation	Montant (DZD)
Rémunération des personnels(CF)	9487200
TOTAL (CF)	9487200

$$(CF) = 9487200$$

V.10. Cout Opérateur :

Le coût opératoire CO comprend les charges fixes, ainsi que l'ensemble des charges variables.

$$CO = CF + CV = 2540800.05 + 9487200 = 1202800.05$$

V.11. Chiffre d'affaires : (CA)

D'après l'étude bibliographique, nous avons relevé le prix de colorants alimentaires suivant sur le marché international : 1 g de colorant betterave coûte 0.25 Euro et 1 g de colorant d'olive coûte 0.66 Euro et 1 g de colorant pelures d'oignon coûte 0.1058 Euro. En convertissant en dinars, comme 1 Euro vaut environ 152.911 DZD, 1 g de colorantes betteraves coûte 35.03 DZD et 1 g de colorant d'olive coûte 100.45 DZD et 1 g de colorant pelures d'oignon coûte 16.74 DZD.

Le rendement d'extraction en de colorants alimentaires à partir de betterave 112.2 g par 1 kg et olive 126 g par 1 kg et pelures d'oignon est de 112 g par 1 kg. Pour atteindre la production annuelle de 1000 kg de colorants alimentaires, il faut 8913 kg de betterave et 7936.50 kg d'olive et 6514.65 kg de pelures d'oignon.

Nous proposons, à titre indicatif selon notre procédé de production, de vendre sur le marché local à 15.88 dinars pour 1 g de colorante betterave le gramme et 1 g de colorant d'olive coûte 16.28 DZD et 1 g de colorantes pelures d'oignon coûte 16.65 DZD.

D'où le chiffre d'affaires annuel récapitulé dans le tableau suivant : Chiffre d'affaires annuel

Tableau V.8: Chiffre d'affaires annuel

	Colorant betterave	Colorant d'olive	Pelures d'oignon
Prix de vente pour 1 g (DZD)	15.88	16.28	16.65
Chiffre d'affaire annuelle (DZD)	15880000	16280000	16650000
Chiffre d'affaires annuelle totale (DZD)	48810000		

V.12. Seuil De Rentabilité Et Le Délai Pour Atteindre Ce Seuil

Calcul de la marge sur coût variable (MCV) et le résultat d'exploitation

Tableau V.9: Résultat de l'exploitation

Rubriques	Montant (DZD)
Chiffred'affaire (CA)	48810000
Charges variables (CV)	2540800.05
Marge sur coût variable (MCV) MCV = CA – CV	46269199.95
Charge fixe (CF)	9487200
Résultat de l'exploitation (RN) RN = MCV – CF	36781999.95

Seuil de rentabilité (SR) : $SR = \frac{CA \times CF}{CV}$

$$SR = \frac{48810000 \times 9487200}{2540800.05} = 182253708.63 \text{DZD}$$

$$SR = 182253708.63 \text{ DZD}$$

V.13. Investissement Global

Il se détermine par la formule :

Investissement globale $I_0 =$ Immobilisation + Fonds de roulement interne (FRI). Le fonds de roulement interne est prévu pour assurer les dépenses pendant deux mois. Donc,

$$FRI = 2 \times I_5 = 2 \times 821559 \text{ DZD}$$

$$FRI = 1643118 \text{ DZD}$$

Nous obtenons ainsi de l'investissement global. Montant d'investissement global.

Tableau V.10: Montant d'investissement global

Désignation	Montant (DZD)
Immobilisation	21642396
Fond de roulement interne	1643118
TOTAL	23285514

V.14. Résultat Prévisionnel De La Premier Année De Fonctionnement

Tableau V.11: Résultat de la 1ère année d'extraction

Désignation	Valeurs (DZD)
Chiffred'affaire (CA)	48810000
Total des charges (Rémunération et charge variable)	2540800.05
Excédent brute d'exploitation (EBE) (CA – total des charges)	46269199.95

V.15. Récapitulation Générale :

$$\text{Rentabilité commerciale} = \frac{\text{resultat}(\text{excedent brute de exploitation})}{\text{chiffre d'affaire}}$$

$$\text{AN : rentabilité commerciale} = 0.9479$$

$$\text{Rentabilité commerciale} = 94.79 \%$$

V.15. Conclusion

Ce chapitre est une étude purement technico-économique, dans laquelle nous montrons un ensemble de coûts pour la mise en place d'une unité de production industriel des colorants naturels à partir de matières premières locales. Les résultats obtenus ont montré que le projet de production locale de teinture présente des avantages économiques.

Conclusion générale

Conclusion Générale

Les colorants naturels sont divers et ont différentes sources, comme les animaux, les plantes ou les minéraux. Pour l'obtenir, il faut utiliser des méthodes d'extraction (extraction par solvant, chromatographie, etc.).

Dans cette recherche, Nous avons d'abord commencé par une étude bibliographique pour recueillir des données sur Eco-Extraction et Techniques d'extraction des pigments naturels d'un point de vue historique et descriptif et nous avons parlé de plusieurs méthodes d'extraction

En plus Dans la deuxième partie nous avons parlé sur les colorants présents dans ce matériel végétal qu'ils ont des avantages car ces colorants ont plusieurs usages en dans la vie humaine

La troisième partie de la recherche est une application de la méthode Fermentation semi-aérobie Pour obtenir bio-solvant , qui est :simplement extrait de sources végétales, doit respecter les termes des solvants verts et les principes de la chimie verte(non-toxiques, biocompatibles, biodégradables, doivent provenir de ressources renouvelables).

macération puis une analyse qualitative par chromatographie d'adsorption sur une couche mince (C.C.M).

Les résultats de notre étude montrent que la meilleure procédure d'extraction par bio-solvant à une température de macération 45°C

Au final, nous avons incarné nos résultats dans un projet économique représenté par une start-up pour extraire les colorants naturels et le commercialiser localement et globalement.

En termes de perspectives et dans le but de compléter ce travail à l'avenir, il serait intéressant :

- D'élargir le cadre de l'optimisation des conditions d'extraction des colorants par l'utilisation d'autres méthodes d'extraction, avec l'étude de l'effet des autres paramètres comme: la variation du pH, la température et le temps d'extraction.
- De déterminer de nouvelles molécules de colorant naturelles ayant la capacité de répondre aux différents problèmes de santé et d'être l'alternative des colorants synthétiques.
- D'élargir les tests sur les colorants naturelles surtout les activités anti oxydantes et pourquoi pas d'autres tests biologiques : anti-cancéreuse, anti-inflammatoire et antimicrobiennes.
- De caractériser et isoler des principes actifs responsables de ces couleurs.

Bibliographie

- [1] M. Jacquot, P. Fagot, and A. Voilley, *La couleur des aliments: de la théorie à la pratique*. Lavoisier, 2011.
- [2] Y. Cao, J. Wu, J. Zhang, H. Li, Y. Zhang, and J. He, "Room temperature ionic liquids (RTILs): A new and versatile platform for cellulose processing and derivatization," *Chemical Engineering Journal*, vol. 147, no. 1, pp. 13-21, 2009.
- [3] H. Xie, S. Li, and S. Zhang, "Ionic liquids as novel solvents for the dissolution and blending of wool keratin fibers," *Green Chemistry*, vol. 7, no. 8, pp. 606-608, 2005.
- [4] E. Chaabani, "Eco-extraction and valorization of primary and secondary metabolites from different part of Tunisian Pistacia lentiscus
Eco-extraction et valorisation des métabolites primaires et secondaires des différentes parties de Pistacia lentiscus," Université d'Avignon
Université de Carthage (Tunisie), 2019. [Online]. Available: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-02519270>
- [5] A. Angoy, "Green extraction by microwaves and centrifugal force
Eco-extraction par micro-ondes couplée à un champ centrifuge," Université d'Avignon, 2019. [Online]. Available: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-02535589>
- [6] W. P.T. Anastas, John Charles, *Green chemistry: theory and practice*, Oxford University Press, Oxford [England]; New York, 1998., 1998.
- [7] J. B. Z. P.T. Anastas, Peer Reviewed, "Design Through the 12 Principles of Green Engineering," 2003.
- [8] F. Chemat, *Eco-extraction du végétal*. Dunod, 2011.
- [9] F. Chemat and M. K. Khan, "Applications of ultrasound in food technology: processing, preservation and extraction," *Ultrasonics sonochemistry*, vol. 18, no. 4, pp. 813-835, 2011.
- [10] T. T. Nguyen, "Éco-extraction et encapsulation de pigments caroténoïdes et anthocyanes à partir de plantes tropicales," Université Bourgogne Franche-Comté, 2018.
- [11] P. I. 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," 2010.

Bibliographie

- [12] B. Gélébart, X. DURET, and O. LALONDE, "Optimisation de l'extraction, en réacteur «batch», de biomasse énergétique à l'aide d'émulsions ultrasoniques de solvants verts," *Mémoire de maîtrise en génie chimique, Université de Sherbrooke (Québec, Canada)*, 2016.
- [13] F. Benamraoui, "Élimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture," 2018.
- [14] M. Guindo, "Contribution à la détermination des éléments de contrôle de qualité botanique et phytochimique de quatre plantes du Mali, sources de colorants utilisés dans les formulations médicamenteuses," USTTB, 2019.
- [15] L. Pérez-Ibarbia, T. Majdanski, S. Schubert, N. Windhab, and U. S. Schubert, "Safety and regulatory review of dyes commonly used as excipients in pharmaceutical and nutraceutical applications," *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, vol. 93, pp. 264-273, 2016.
- [16] N. F. Colorants, "FJ Francis, GAF Hendry, JD Houghton, Blackie Acad," *Prof., New York*, 1996.
- [17] *Journal officiel de l'Union Européenne*, vol. 2, no. 5, pp. 100-125, 31/12/2008.
- [18] D. R. Béatrice, *Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires (4e ed.)*. Lavoisier, 2009.
- [19] A. Seyewetz and P. Sisley, *Chimie des matières colorantes artificielles*. Masson, 1896.
- [20] H. Mansour, O. Boughzala, D. Barillier, L. Chekir-Ghedira, and R. Mosrati, "Les colorants textiles sources de contamination de l'eau: CRIBLAGE de la toxicité et des méthodes de traitement," *Revue des sciences de l'eau/Journal of Water Science*, vol. 24, no. 3, pp. 209-238, 2011.
- [21] C. Alimentarius, "codex Stan 192, 1995," *Norme générale Codex pour les additifs alimentaires*, 2015.
- [22] N. MEHEDI HOUDJEDJ, "Evaluation du risque toxicologique du colorant alimentaire tartrazine, à court terme chez la souris swiss," Université d'Oran1-Ahmed Ben Bella, 2011.
- [23] L. Adeinate, "L'impact des Colorants et des Conservateur de L'industrie Alimentaire sur notre santé " pp. P46, 47, 55,56. , 2018.
- [24] W. Skoog, Holler, Crouch, *Chimie Analytique*, 8ème édition Bruxelles, 2013, ed.

- [25] F. X. Schmid, "Biological macromolecules: UV-visible spectrophotometry," *e LS*, 2001.
- [26] L. Cao-Hoang, H. Phan-Thi, F. J. Osorio-Puentes, and Y. Waché, "Stability of carotenoid extracts of gấc (*Momordica cochinchinensis*) towards cooxidation—Protective effect of lycopene on β -carotene," *Food Research International*, vol. 44, no. 7, pp. 2252-2257, 2011.
- [27] A. R.-B. de Quirós and H. S. Costa, "Analysis of carotenoids in vegetable and plasma samples: A review," *Journal of Food Composition and Analysis*, vol. 19, no. 2-3, pp. 97-111, 2006.
- [28] C. Batistella, E. Moraes, and M. Maciel, "Molecular distillation process for recovering biodiesel and carotenoids from palm oil," in *Biotechnology for Fuels and Chemicals*: Springer, 2002, pp. 1149-1159.
- [29] T. Goodwin, "[15] Distribution of carotenoids," in *Methods in enzymology*, vol. 213: Elsevier, 1992, pp. 167-172.
- [30] L. Cao-Hoang and Y. Waché, "Carotene dispersion in liquid media," *Beta carotene: Dietary sources, cancer and cognition*, pp. 283-298, 2009.
- [31] D. Le-Anh, T. Dinh-Nga, and S. Phan-Thi, "The extraction red pigment of *Bixa orellana*. L from Vietnam," in *National conference organic chemistry*, 2008, vol. 2, pp. 264-268.
- [32] H. Wyler, G. Vincenti, M. Mercier, G. Sassu, and A. S. Dreiding, "Zur Konstitution des Randenfärbstoffes Betanin. 2.(vorläufige) Mitteilung," *Helvetica Chimica Acta*, vol. 42, no. 5, pp. 1696-1698, 1959.
- [33] L. Tesoriere, M. Allegra, D. Butera, and M. A. Livrea, "Absorption, excretion, and distribution of dietary antioxidant betalains in LDLs: potential health effects of betalains in humans," *The American journal of clinical nutrition*, vol. 80, no. 4, pp. 941-945, 2004.
- [34] J. Escribano, M. A. Pedreño, F. García-Carmona, and R. Muñoz, "Characterization of the antiradical activity of betalains from *Beta vulgaris* L. roots," *Phytochemical Analysis: An International Journal of Plant Chemical and Biochemical Techniques*, vol. 9, no. 3, pp. 124-127, 1998.
- [35] F. C. Stintzing, A. Schieber, and R. Carle, "Betacyanins in fruits from red-purple pitaya, *Hylocereus polyrhizus* (Weber) Britton & Rose," *Food Chemistry*, vol. 77, no. 1, pp. 101-106, 2002.

- [36] G. Trezzini and J.-P. Zryd, "Portulaca grandiflora: a model system for the study of the biochemistry and genetics of betalain synthesis," in *I International Symposium on In Vitro Culture and Horticultural Breeding* 280, 1989, pp. 581-585.
- [37] E. Grotewold. (2007) The Science Of Flavonoids. 274\274. Available: gen.lib.rus.ec/book/index.php?md5=231e44786d89b54bca731aeb212589e8
- [38] G. Moss, P. Smith, and D. Tavernier, "Glossary of class names of organic compounds and reactivity intermediates based on structure (IUPAC Recommendations 1995)," *Pure and applied chemistry*, vol. 67, no. 8-9, pp. 1307-1375, 1995.
- [39] G. Guillot, "La planète fleurs," no. Quae, p. 178, 2010.
- [40] I. Erlund, "Review of the flavonoids quercetin, hesperetin, and naringenin. Dietary sources, bioactivities, bioavailability, and epidemiology," *Nutrition research*, vol. 24, no. 10, pp. 851-874, 2004.
- [41] B. H. Havsteen, "The biochemistry and medical significance of the flavonoids," *Pharmacology & therapeutics*, vol. 96, no. 2-3, pp. 67-202, 2002.
- [42] G. Di Carlo, N. Mascolo, A. A. Izzo, and F. Capasso, "Flavonoids: old and new aspects of a class of natural therapeutic drugs," *Life sciences*, vol. 65, no. 4, pp. 337-353, 1999.
- [43] H. Shimizu *et al.*, "Relationship between plasma glutathione levels and cardiovascular disease in a defined population: the Hisayama study," *Stroke*, vol. 35, no. 9, pp. 2072-2077, 2004.
- [44] C. Haton, "Effets des rayonnements ionisants sur la structure et la fonction de la cellule épithéliale intestinale," *Physiologie Physiopathologie*, 2005.
- [45] C. Koechlin-Ramonatxo, "Oxygène, stress oxydant et suppléments antioxydantes ou un aspect différent de la nutrition dans les maladies respiratoires," *Nutrition clinique et métabolisme*, vol. 20, no. 4, pp. 165-177, 2006.
- [46] G. W. Burton and K. U. Ingold, "Vitamin E: application of the principles of physical organic chemistry to the exploration of its structure and function," *Accounts of chemical research*, vol. 19, no. 7, pp. 194-201, 1986.
- [47] E. Abe, S. G. Delyle, and J. C. Alvarez, "Extraction liquide-liquide: théorie, applications, difficultés," in *Annales de Toxicologie Analytique*, 2010, vol. 22, no. 2: EDP Sciences, pp. 51-59.
- [48] <http://www.cas.org/products/print/cassipr/index.html> (accessed).

Bibliographie

- [49] "Les solvants organiques." <https://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%204220>. (accessed.
- [50] P. N. NANCIB, "Cours de Biochimie Microbienne L3."
- [51] I. Didderen, J. Destain, and P. Thonart, *Le bioéthanol de seconde génération: la production d'éthanol à partir de biomasse lignocellulosique*. Presses agronomiques de Gembloux, 2008.
- [52] R. D. Schmid, *Atlas de poche de biotechnologie et de génie génétique*. Flammarion, 2005.
- [53] F. Bai, X. Ge, W. Anderson, and M. Moo-Young, "Parameter oscillation attenuation and mechanism exploration for continuous VHG ethanol fermentation," *Biotechnology and bioengineering*, vol. 102, no. 1, pp. 113-121, 2009.
- [54] C. Pennacchia, G. Blaiotta, O. Pepe, and F. Villani, "Isolation of *Saccharomyces cerevisiae* strains from different food matrices and their preliminary selection for a potential use as probiotics," *Journal of Applied Microbiology*, vol. 105, no. 6, pp. 1919-1928, 2008.
- [55] C. Doré and F. Varoquaux, *Histoire et amélioration de cinquante plantes cultivées*. Editions Quae, 2006.
- [56] *Règlements et statuts généraux pour les longueurs, largeurs & qualitez des draps, serges & autres étoffes de laine & de fil, et pour la jurisdiction des procez et différens concernans les manufactures*. 1669
- [57] "Moyen de nommer et de définir les couleurs , Mémoires de l'Académie des sciences de l'Institut de France," p. 117 1861.
- [58] centredurose.fr (accessed.