



REPUBLIQUE ALGERIENNE
DEMOCRATIQUE EPOPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT
SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



Université KASDI-MERBAH Ouargla

Faculté des sciences appliquées
Département de Génie des Procédés

MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDES

Master Académique

Domaine : Science et Technologie

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie chimique

Thème :

*Mise au point d'une méthode d'extraction
d'un Edulcorant Bio 100%*

Réalisé par :

- Berber Amina
- Hamada Hasna

Proposé par :

Pr Ladjel Segni

Mme.Zighmi souad	MCA	U.K.M.OUARGLA	Présidente
Mr.OUAR Adil	MAA	U.K.M.OUARGLA	Examineur
Mr.Ladjel Segni	Pr	U.K.M.OUARGLA	Encadreur

Année Universitaire : 2024_2025





Remerciement

Nous exprimons notre profonde gratitude à Allah, le Tout-Puissant, pour nous avoir accordé la volonté, la force et la patience nécessaires à la réalisation de ce travail.

Nos remerciements les plus sincères vont au professeur Ladjel Segni, notre encadrant, pour sa bienveillance, ses précieux conseils et son accompagnement tout au long de ce travail.

Nous adressons également nos remerciements aux membres du jury, qui nous ont fait l'honneur d'évaluer notre travail.

Ce mémoire a été réalisé au sein du Laboratoire de Génie des Procédés du Centre de Recherche Scientifique de l'Université de Ouargla. Nous remercions chaleureusement tous les membres du laboratoire pour leur soutien constant et leurs encouragements.

Enfin, nous tenons à exprimer notre reconnaissance à toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la concrétisation de ce travail



Dédicace 01

Dédie ce travail à ma famille, pour son amour inestimable et son soutien indéfectible tout au long de ce parcours.

A mon professeur Ladjel Segni.

À mes parents, pour leur patience, leurs sacrifices et leurs encouragements constants.

À ma sœur Asma, dont la présence, les mots doux et les attentions ont été une véritable source de réconfort et de motivation. Merci pour ton amour, ton écoute et ta force silencieuse.

À mes deux frères, pour leur présence, leur force tranquille et leur manière unique de m'encourager, même en silence

À mes amis, pour les moments partagés, les rires, les conseils et leur soutien moral. Et à toutes celles et ceux qui, de près ou de loin, m'ont aidé à aller au bout de cette aventure.

Merci du fond du cœur

Amina Berber





Dédicace 02

Je rends grâce à Allah et dédie ce modeste travail à ceux qui ont toujours cru en moi :

À mon professeur Ladjel Segni pour sa disponibilité, ses conseils avisés.

À mes parents, source de mon inspiration et piliers de ma réussite, pour leur encouragement constant et leur présence bienveillante.

À mon frère Ilyes et ma sœur Ines, et ma famille pour leur soutien sans faille et leur amour inestimable,

À mes amis fidèles, pour leur présence, leur écoute et les moments de répit partagés durant ce long voyage académique.

À mes enseignants, pour leur savoir partagé et leurs conseils précieux.

Merci à tous

Hasna Hamada



المخلص :

الهدف من هذه الدراسة هو تطوير طريقة فعالة لاستخلاص مُحلي عضوي 100% من أوراق نبات الستيفيا. والهدف من هذا الاستخلاص هو الحصول على منتج نقي ومستقر مع قوة تحلية عالية، مع الحفاظ على خصائصه الطبيعية. كما تهدف الدراسة أيضًا إلى تحسين إنتاجية العملية وضمان الحصول على بديل صحي وطبيعي للسكر التقليدي، وبالتالي تلبية احتياجات صناعة الأغذية والقضاء على المخاوف الصحية.

الكلمات المفتاحية: نبتة الستيفيا، الاستخلاص، المحليات الحيوية، الخصائص

Abstract:

The objective of this extraction is to obtain a pure and stable product with high sweetening power, while preserving its natural properties. The study also aims to improve the yield of the process and ensure the production of a healthy and natural alternative to traditional sugar, thereby meeting the needs of the food industry and addressing health concerns.

Keywords: Stevia plant, extraction, bio-sweeteners, properties

Résumé :

L'objectif de cette étude est de développer une méthode efficace pour extraire un édulcorant 100 % biologique à partir des feuilles de stévia. Le but de cette extraction est d'obtenir un produit pur et stable avec un fort pouvoir sucrant, tout en préservant ses propriétés naturelles. L'étude vise également à améliorer le rendement du processus et à garantir la production d'une alternative saine et naturelle au sucre traditionnel, répondant ainsi aux besoins de l'industrie agroalimentaire et aux préoccupations sanitaires.

Mots-clés : plante stévia, extraction, édulcorants biologiques, propriétés

Liste Des Figures :

Figure 1: Structure chimique des édulcorants intenses.....	9
Figure 2: Exemples d'édulcorants non nutritifs (NNS) obtenus artificiellement et naturellement.....	10
Figure 3: Feuilles et fleurs de stévia (<i>Stevia rebaudiana</i> Bertoni)	18
Figure 4: Schéma d'extraction liquide-liquide	23
Figure 5 : Les différents types d'ampoule à décanter.....	24
Figure 6: Représentation schématique de L'extraction solide-liquide.....	26
Figure 7: l'appareil d'Hydrodistillation.	27
Figure 8: méthodes de Macération pour l'extraction.	28
Figure 9: l'appareil de Soxhlet.	28
Figure 10: Le montage d'extraction par micro-ondes.....	29
Figure 11: Principe De filtration	34
Figure 12: Montage de distillation simple	36
Figure 13: Lyophilisateur pilote SMH 45 USIFROID (Lagep).....	37
Figure 14: différents étapes d'extraction (Photos originale)	43
Figure 15: broyage des feuilles.....	44
Figure 16: Extraction (labo LGP-Univ-Ouargla).....	45
Figure 17: Photos Filtration sous vide (LGP-Univ-Ouargla)	45
Figure 18: Photo Evaporateur rotatif (LGP-Univ-Ouargla)	46
Figure 19: Lyophilisateur (LGP-Univ-Ouargla)	47
Figure 20: Diagramme de phase de l'eau.....	47
Figure 21: Sucre de stévia	50
Figure 22: Détermination du pH.....	51
Figure 23: structure chimique de stévio glucoside	51
Figure 24: Identification de la pureté de l'échantillon sous lampe UV	52
Figure 25: L'appareil de chromatographie	53
Figure 26: Appareil à point de fusion de banc koffler.....	53

Liste De Tableaux :

Tableau 1: Evènement clés dans l’histoire des édulcorants.	6
Tableau 2: Les édulcorants de charge	8
Tableau 3: Carte d’identité des édulcorants intenses autorisés (DJA)	10
Tableau 4: Les édulcorants intenses chimiques (synthétiques)	14
Tableau 5: Domaines d’application de l’extraction Liquide-Liquide	24
Tableau 6 : Type de séparation en fonction de la taille des particules	35
Tableau 7: Matériels et produits	42
Tableau 8 : les résultats obtenus	54

Liste des abréviations :

OMS : l'Organisation Mondiale de la Santé

FDA: Food and Drug Administration

EFSA: The European Food Safety Authority

ACE-K: Acésulfame de potassium

UE: European Union

DJA : Dose Journalière Admissible

NNS : non-nutritive sweeteners

DT2 : diabète de type 2

GPL1 : glucagon-like peptide-1

IMC : Indice de Masse Corporelle

EAM : l'extraction assistée par Micro-ondes

CCM : chromatographie sur couche mince

CC : chromatographie sur colonne

PH: Potentielle Hydrogène

R: Rendement

Sommaire

Remerciement	I
Dédicace 01	II
Dédicace 02	III
Résumé :	IV
Liste Des Figures :	V
Liste De Tableaux :	VI
Liste des abréviations :	VII
Introduction Générale :	2
CHAPITRE I :	4
I.1 Introduction :	5
I.2 Historique :	6
I.3 Définition d'Édulcorant :	7
I.4 Classification des édulcorants :	7
I.4.1 Les édulcorants nutritifs :	7
I.4.2 Les édulcorants intense :	8
I.4.2.1 Les édulcorants intenses d'origine naturelle :	10
I.4.2.1.1 Édulcorants de nature glucidique :	10
I.4.2.2 Les édulcorants intenses d'origine Chimique (Synthétique) : .	11
I.4.2.2.1 La saccharine :	12
I.4.2.2.2 L'acésulfame de potassium :	12
I.4.2.2.3 l'aspartame :	13
I.4.2.2.4 Cyclamate :	13
I.5 Les Utilisations des édulcorants :	14
I.6 Les avantages et Les inconvénients des édulcorants :	15
I.6.1 Les avantages :	15
I.6.2 Les inconvénients des édulcorants :	16
I.7 L'impact des édulcorants sur la santé métabolique :	16
I.7.1 Rôle des édulcorants dans la gestion du poids et la prévention de l'obésité	16

I.7.2 Le rôle des édulcorants dans la prévention de l'hypoglycémie réactive chez les personnes atteintes de DT2 :.....	17
I.7.3 Le rôle des édulcorants dans l'amélioration de la saveur :.....	17
I.8 Stévia rebaudiana (plante étudiée) :	18
I.8.1 Définition :.....	18
I.8.2 Dose de stévia par jour :.....	19
I.8.3 Utilisations :	19
I.8.3.1 Utilisation médicinale :	19
I.8.3.1.1 Effet sur l'hypertension et le système cardiovasculaire :...	19
I.8.3.1.2 Effet sur le diabète sucré :	19
I.8.3.1.3 Effet antimicrobial:.....	19
I.8.3.1.4 Activité anticancéreuse :.....	20
I.8.3.2 Application dans l'alimentation :	20
Chapitre II :	21
II.1 Introduction:	22
II.2 définition d'extraction :	22
II.3 Techniques d'extraction couramment utilisées :.....	23
II.3.1 Extraction liquide – liquide :	23
II.3.1.1 Domaines d'application du procédé d'extraction liquide-liquide :.....	24
II.3.1.2 Les avantages de l'extraction liquide-liquide:	25
II.3.1.3 Inconvénients de l'extraction liquide-liquide :	25
II.3.2 Extraction solide – liquide :	25
II.3.2.1 Choix de la phase solide :	26
II.3.3 Hydrodistillation :	26
II.3.4 Extraction par macération :	27
II.3.5 Extraction par solvants organique (soxhlet) :.....	28
II.4 Techniques d'extraction modernes :	29
II.4.1 Extraction par micro-ondes :.....	29
II.4.2 Extraction par le CO2 supercritiques :	29
II.4.3 Extraction par ultrasons :	30

II.5 Facteurs influençant l'efficacité de l'extraction :	30
II.5.1 La température :	30
II.5.2 Temps d'extraction :	31
II.5.3 Concentration résiduaire du soluté :	31
II.5.4 Humidité :	31
II.5.5 La nature du solvant :	31
II.5.6 L'agitation :	32
II.6 Mécanismes de l'extraction :	32
II.6.1 Séparation par adsorption :	32
II.6.2 Séparation par échange d'ions :	32
II.6.3 séparation par Chélation :	33
II.7 Technique de Purification :	33
II.7.1 Purification de l'eau :	34
II.7.1.1 Filtration :	34
II.7.1.2 Distillation :	35
II.7.1.3 Chloration :	36
II.7.2 Purification chimique	37
II.7.2.1 Lyophilisation :	37
II.7.2.1.1 Principes de la lyophilisation :	37
II.7.2.1.2 Les étapes de la lyophilisation :	38
II.7.2.1.3 Les avantages de lyophilisation :	38
II.7.2.2 Chromatographie :	38
II.7.2.2.1 Chromatographie sur Couche Mince (CCM) :	39
II.7.2.2.2 Chromatographie sur colonne C. C :	39
II.7.2.2.3 La chromatographie sur papier Wattman :	39
II.7.2.3 Sublimation :	40
II.7.3 Facteurs influençant le choix de la méthode	40
Chapitre III :	41
Listes matérielles	42
1. Matériels :	42
2. L'objectif :	42

3. Matériels et produits chimiques utilisés :	42
4. Plan d'extraction	43
5. Protocole expérimentale :	44
5.1 Séchage :	44
5.2 Broyage des feuilles de stévia :	44
5.3 Extraction :	44
5.3.1 Avantages de l'extraction liquide-solide :	44
5.4 Filtration (séparation de l'eau et de la poudre de <i>stévia</i>) :	45
5.5 Traitement :	46
5.6Evaporation :	46
5.7 Lyophilisation :	46
5.7.1 Explication du diagramme de phase :	47
Résultats et Discussions	49
Caractérisation :	50
1. Propriétés organoleptiques :	50
2. Le rendement :	50
3. pH :	51
4. Structure Chimique :	51
5. L'aspect physique :	51
6. La Détection sur CCM :	52
6.1 lampe UV :	52
6.2 Spectre UV visible :	52
7. Le point de fusion :	53
Tableau Récapitulatif les Résultats obtenus :	54
Conclusion Générale :	56
Références Bibliographiques	57

INTRODUCTION GENERALE

Introduction Générale :

Ce travail de mémoire de fin d'étude traite un sujet de grande importance il s'agit là d'un problème de santé publique qui concerne les édulcorants.

Ces dernières années, la consommation excessive de sucre est devenue une question de santé publique majeure en raison de son lien avéré avec plusieurs maladies chroniques telles que l'obésité, le diabète et les maladies cardiovasculaires. Cette prise de conscience a poussé les organismes de santé, notamment **l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS)**, à recommander une réduction significative de la consommation de sucre, encourageant ainsi la recherche d'alternatives plus saines. Dans ce contexte, les **édulcorants** se sont imposés comme une solution permettant de conserver le goût sucré tout en limitant les effets métaboliques négatifs associés au sucre classique [1] [2].

Les édulcorants se divisent en plusieurs catégories : **les édulcorants naturels**, tels que la **stévia**, extraite de la plante *Stévia rebaudiana*, **les édulcorants artificiels**, comme **l'aspartame et la saccharine**, ainsi que **les polyols**, des sucres alcoolisés tels que le **xylitol et l'érythritol**. Chacun d'eux possède des propriétés spécifiques en termes de **pouvoir sucrant, stabilité thermique et impact sur la santé**. Toutefois, malgré leur large adoption dans l'industrie agroalimentaire, ces édulcorants font encore l'objet de nombreuses controverses. Certaines études suggèrent qu'ils pourraient influencer **la régulation de l'appétit, le métabolisme du glucose et la flore intestinale**, soulevant ainsi des interrogations sur leur innocuité à long terme [3].

Par ailleurs, la production des édulcorants repose sur des procédés d'extraction et de purification sophistiqués. Des méthodes traditionnelles comme **l'extraction par solvants et l'Hydrodistillation** coexistent aujourd'hui avec des techniques plus modernes, telles que **la cristallisation par la lyophilisation et l'extraction au dioxyde de carbone supercritique**. Ces innovations permettent d'obtenir des édulcorants de haute qualité, répondant aux normes sanitaires et aux attentes des consommateurs en quête d'aliments plus sains.

Dans ce mémoire, nous explorerons les édulcorants sous plusieurs angles, en abordant leur classification, leurs propriétés physico-chimiques, leurs effets sur la santé, ainsi que les différentes techniques utilisées pour leur extraction et leur purification. Nous analyserons également leurs avantages et inconvénients, la réglementation en vigueur, À travers cette

Introduction Générale

étude, notre objectif est d'apporter un éclairage approfondi sur le rôle des édulcorants dans l'alimentation moderne et d'évaluer leur potentiel en tant qu'alternative durable au sucre traditionnel

Ce mémoire comporte 03 chapitres :

- Le premier chapitre présente les généralités sur les édulcorants
- Le deuxième chapitre est réservé aux techniques d'extraction et de purifications
- Le troisième chapitre traite la Partie expérimentale (protocoles et méthodes)
- Résultats, discussions et interprétations

Enfin une conclusion générale et des recommandations pour une éventuelle amélioration et continuation du travail.

CHAPITRE I :

GENERALITE SUR LES EDULCORANTS

I.1 Introduction :

Cette dernière décennie a été marquée par une prise de conscience importante des effets secondaires d'une consommation excessive de sucres. Des avis et recommandations pour limiter la consommation de sucres ajoutés et de sucres libres, provenant de diverses denrées alimentaires, ont été établis par les autorités de santé nationales et l'Organisation mondiale de la santé (OMS). En 2015, l'OMS recommandait ainsi de réduire l'apport en sucres libres à moins de 10 % et, si possible, à 5 % de la ration énergétique totale. Ces mesures reflètent l'émergence de preuves qui établissent un lien entre consommation de sucres et toute une série de conséquences pour la santé, notamment sur le plan cardiovasculaire et métabolique (diabète, obésité...) [4].

Les édulcorants alimentaires sont de plus en plus utilisés comme alternatives aux sucres dans l'industrie alimentaire. Cependant, des inquiétudes subsistent quant à leur sécurité et à leur potentiel de toxicité, il existe différents types d'édulcorants, tels que les édulcorants naturels, les édulcorants artificiels et les polyols, Chacun de ces édulcorants a été soumis à des évaluations de sécurité réglementaires et a des limites d'apport journalier acceptables régité par des organismes tels que la Food and Drug Administration (FDA) et l'Autorité européenne de sécurité des aliments (EFSA) [5].

L'utilisation de faux sucres, autrement dit édulcorants, ainsi que la place des sucres dans l'alimentation et leur problématique liée à la santé sont des thèmes souvent abordés en consultation diététique et médicale. Communément, lorsque nous parlons de sucre, nous faisons référence au saccharose, un disaccharide composé de glucose et de fructose.

Edulcorer signifie sucrer ou adoucir ; un édulcorant est une substance possédant une saveur sucrée utilisée pour son action sucrante [6].

La recherche d'édulcorants puissants se poursuit continuellement dans le but de promouvoir des alternatives au « sucre » dans des situations spécifiques telles que l'obésité ou le diabète. Cette recherche perpétuelle est stimulée par la demande d'aliments allégés et de boissons faible ment caloriques [7].

I.2 Historique :

Depuis la mise en évidence du pouvoir sucrant de la saccharine en 1879, les chimistes ont découvert, bien souvent par hasard, le goût sucré de substances naturelles ou de synthèse, dont certaines sont devenues des édulcorants commercialisés, comme cela a été le cas pour la saccharine (1894), les cyclamates (1937), l'aspartame (1965), l'isoglucose (1967), l'acésulfame (1971) [8].

Les édulcorants font partie de l'histoire complexe du sucre, marquée par des retournements et des découvertes fortuites. Nombre d'édulcorants ont été trouvés par sérendipité. Bien avant que les Européens ne découvrent le « miel de roseau » et que la culture de la betterave à sucre ne provoque l'essor du sucre bon marché à l'échelle mondiale, la recherche de la saveur sucrée était déjà très présente. Dans les cuisines anciennes, on utilisait fréquemment le miel, les fruits secs (dattes, abricots, raisins, pruneaux) ou confits, ainsi que des jus, notamment de groseille ou de raisin. Étant donné le coût élevé du miel, la recherche d'alternatives sucrées existait déjà [9].

On peut citer par exemple le **Sapa** qui est un sirop sucré de la Rome antique provenant d'un vin cuit fermenté. En Italie, il sert à la fabrication du vinaigre balsamique et, en Bourgogne, il est connu sous le nom de raisiné. Il peut être considéré comme l'ancêtre des édulcorants naturels [10].

Le tableau ci-dessous présente un récapitulatif de plusieurs dates importantes dans l'histoire des édulcorants

Tableau 1: Evènement clés dans l'histoire des édulcorants. [11]

Année	Evènement
1783	Obtention du glycérol par Wilhelm Schele à partir d'huile d'olive et d'oxyde de plomb
1879	Découvert de la saccharine par Remsen et Fahlberg
1932	Mise sur le marché du premier édulcorant
1937	Découvert du cyclamate par Sveda
1965	Découvert de l'aspartame par Schlatter
1967	Découvert de l'acésulfame potassium par Hoechst
1976	Découvert de la sucralose

I.3 Définition d'Edulcorant :

Le mot « édulcorant » vient du latin *edulcorare*, donner du doux. Un édulcorant est une substance d'origine naturelle ou de synthèse possédant une saveur sucrée, mais autre que le sucre, utilisée pour son action sucrante dont le but généralement est d'améliorer le goût ou d'un médicament en lui conférant une saveur sucrée.

Cependant, les édulcorants ne répondent à aucun besoin de notre organisme. Ils sont surtout utilisés par les diabétiques pour que la consommation de sucre pur doit être la plus faible possible, [6] [10].

Les édulcorants sont des substances n'appartenant pas au groupe des hydrates de carbone et qui ont un pouvoir sucrant, parfois important par rapport à celui du sucre, mais qui, par rapport à leur pouvoir édulcorant, n'ont aucune valeur nutritive (ou parfois très faible). Ils sont utilisés pour communiquer une saveur sucrée aux produits alimentaires et sont utiles dans les aliments allégés ou diététique, comme pour les diabétiques [12].

Les édulcorants sont utilisés pour :

- Garder le plaisir du goût sucré
- Diminuer la charge énergétique
- Remoduler l'index glycémique
- Remplacer le saccharose
- Proposer des préparations culinaires appréciables (effet gustative)
- Une meilleure conformité au régime à long terme [13].

I.4 Classification des édulcorants :

Les édulcorants sont habituellement classés en deux catégories, en fonction de leur pouvoir sucrant celui du saccharose, pris pour référence est égal à 1 [14].

I.4.1 Les édulcorants nutritifs :

Les édulcorants nutritifs peuvent également être nommés édulcorants de charge, de masse ou polyols. Ils ont l'avantage de ne pas avoir d'effet cariogène, raison pour laquelle ils sont essentiellement utilisés en confiserie dans les bonbons et les chewing-gums sans sucre [6].

Parmi ces édulcorants, on trouve des polyols tels que le sorbitol, le mannitol, le xylitol, l'isomalt, etc. Les édulcorants dits de « charge » sont tous autorisés dans l'Union Européenne

(UE) et ne disposent pas de DJA (Dose Journalière Admissible) spécifique. Leur utilisation est considérée comme sans danger pour les consommateurs, ne présentant aucun risque toxicologique [15]. Le sorbitol, le xylitol et le mannitol sont produits par hydrogénation des glucides. Le pouvoir sucrant des polyols est proche de celui du saccharose. Entrant dans la fabrication de produits light (ou sans sucre) [16].

Les polyols sont considérés comme des additifs alimentaires et numérotés comme tels. Ce sont des édulcorants à faible valeur calorique [17].

Les polyols (sucre-alcool) sont autorisés en édulcorants de charge :

Tableau 2: Les édulcorants de charge [18].

N°CE	Dénomination	Pouvoir sucrant
E 420	sorbitol	0,5-0,6
E 421	Mannitol	0,5-0,6
E 953	Isomalt	0,5-0,6
E 965	Maltitol	0,8-0,9
E 966	Lactitol	0,3-0,4
E 967	Xylitol	0,4-0,7
E 968	Erythritol	0,7

I.4.2 Les édulcorants intense :

Les édulcorants intenses se caractérisent par un pouvoir sucrant très élevé, allant de 30 à 500 fois celui du saccharose, ce qui permet de les utiliser en très petites quantités pour obtenir une forte intensité sucrée. Leur apport calorique est également très faible, voire quasi inexistant [19].

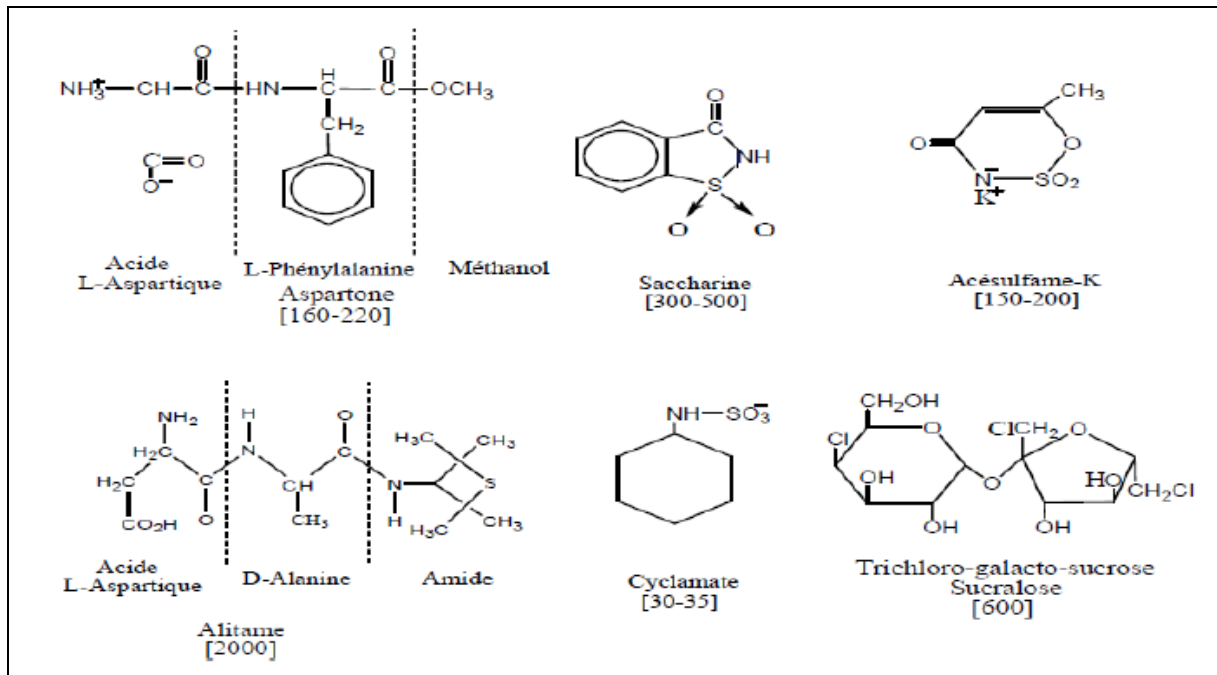


Figure 1: Structure chimique des édulcorants intenses [20].

Il existe deux types d'édulcorants intenses : les édulcorants naturels d'origine végétale et les édulcorants artificiels ou synthétiques. Parmi les édulcorants naturels pouvant être utilisés commercialement, on trouve le périlladéhyde, le stéviolside, le rabadioside, la glycyrrhizine, l'oslidine, les thaumatines et la monelline. Le composé miraculin, bien qu'il ne soit pas lui-même sucré, a la particularité de transformer le goût des aliments acides en une saveur agréablement sucrée. [21].

Les édulcorants intenses artificiels sont des substances de synthèse chimique, caractérisées par un pouvoir sucrant beaucoup plus élevé que celui du saccharose, allant de plusieurs dizaines à plusieurs milliers de fois plus sucré, tout en apportant peu ou pas de calories. Parmi les édulcorants intenses artificiels les plus couramment utilisés, on trouve l'aspartame, l'acésulfame de potassium (acésulfame-K) et le sucralose [22].

Tableau 3: Carte d'identité des édulcorants intenses autorisés (DJA) [23].

Nom	Pouvoir sucrant	DJA mg/kg	Emploi	Code
Thaumatine	1500-3000	///////	Dessert, Confiseries Préparations Diététiques Compléments	E 957
Rébaudioside A	300	0-1,6	Idem	E 300

I.4.2.1 Les édulcorants intenses d'origine naturelle :

Ils n'apportent aucune calorie. Parmi ces édulcorants le sucralose (Splenda) et le Rébaudioside A (Stévia), le Stévia est commercialisé depuis environ deux ans aux États-Unis et vient d'obtenir son autorisation de mise sur le marché en France en 2009 [24].

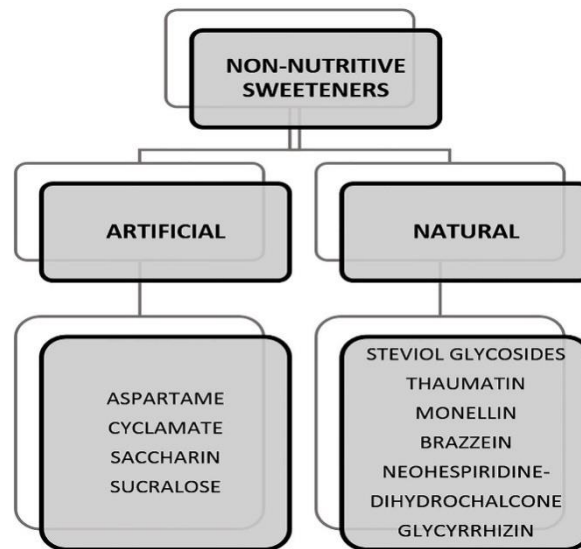


Figure 2: Exemples d'édulcorants non nutritifs (NNS) obtenus artificiellement et naturellement [19].

I.4.2.1.1 Édulcorants de nature glucidique :

Le sucralose est un édulcorant sans calories, dérivé du sucre. En 1999, la FDA (Food and Drug Administration) a approuvé son utilisation en tant qu'édulcorant général après avoir examiné plus de 110 études sur des humains et des animaux, concluant qu'il ne présentait

aucun risque de cancer, de troubles reproductifs ou neurologiques pour l'organisme humain [25].

Le sucralose est particulièrement stable, tant sous forme liquide que solide lorsqu'il est associé à de la maltodextrine. Il est environ 600 fois plus sucré que le saccharose et ne contient aucune calorie. Depuis 2004, son utilisation est autorisée dans l'Union Européenne pour divers produits, tels que les boissons, les desserts, les produits laitiers, les confiseries et même la moutarde. [26].

Le stévioloside est un édulcorant naturel extrait des feuilles de *Stevia rebaudiana* (Bertoni) [27]. Le stévioloside a un pouvoir sucrant 200 à 300 fois supérieur à celui du saccharose. Lorsqu'il est pur à 93–95 %, il présente un arrière-goût persistant, avec une certaine astringence et une légère amertume. En revanche, à une pureté de 50 %, cet arrière-goût est atténué.

La qualité de son pouvoir édulcorant est jugée :

- plus agréable que celle de la glycyrrhizine ou du saccharinate de sodium ;
- comparable, voire supérieure, à celle de l'aspartame ou du cyclamate de sodium.

Sur le plan de la stabilité, la molécule de stévioloside reste stable entre les pH 3 et 9 lorsqu'elle est chauffée à 100 °C pendant une heure. Toutefois, au-delà d'un pH de 9, une dégradation rapide se produit dans les mêmes conditions. Elle résiste à des températures élevées (jusqu'à 180 °C) dans les denrées alimentaires, mais subit une décomposition notable en cas de stockage prolongé à haute température [28].

I.4.2.2 Les édulcorants intenses d'origine Chimique (Synthétique) :

Les édulcorants intenses (du latin *dulcor*, signifiant douceur) sont de plus en plus utilisés en raison de leur fort pouvoir sucrant combiné à un apport calorique très faible, voire nul. Ils sont ainsi intégrés dans de nombreuses préparations alimentaires réglementées, telles que certaines boissons « light » (0,05 g/dm³), les conserves de fruits (0,05 g/kg) et de légumes (0,2 g/kg), la moutarde (0,3 g/kg), les confiseries (0,1 g/kg), ainsi que dans divers plats préparés à base de poissons et de mollusques. On les retrouve également dans la formulation de certains médicaments destinés aux personnes diabétiques [29].

Les édulcorants intenses ont été développés pour remplacer les sucres dans l'alimentation et favoriser ainsi le contrôle du poids [30].

Depuis 2002, sont autorisés deux nouveaux édulcorants : le sucralose qui est fabriqué à partir de sucre ordinaire et de chlore, le second, qui est un mélange de deux édulcorants déjà autorisés [31].

Les principaux édulcorants intenses sont la saccharine, les cyclamates, l'acésulfame K et l'aspartame. En France, la réglementation autorise l'utilisation de l'aspartame, de la saccharine et de l'acésulfame K dans les denrées alimentaires. Les cyclamates, quant à eux, sont uniquement disponibles en pharmacie, leur incorporation dans les aliments étant interdite. La thaumatine, de son côté, est autorisée à titre expérimental pour une durée de trois ans [20].

I.4.2.2.1 La saccharine :

La saccharine a un pouvoir sucrant 300 à 400 fois supérieur à celui du sucre, mais elle présente un arrière-goût métallique ou amer souvent jugé désagréable. Pour atténuer cet inconvénient, elle est fréquemment associée à d'autres édulcorants. Dans les pays où son usage est autorisé avec le cyclamate, une proportion courante de 10 pour 1 (cyclamate/saccharine) est utilisée pour équilibrer le goût [9]. La saccharine se trouve généralement sous forme acide, de sodium, de calcium. Toutes ces formes sont des solides blancs. La saccharine est considérée comme un acide fort avec un pKa de 2,32 [32]. La saccharine, tout comme l'aspartame, l'acésulfame K et les cyclamates, fait partie des édulcorants intenses. Environ 300 fois plus sucrée que le saccharose, elle est couramment utilisée dans une grande variété d'aliments, notamment les boissons gazeuses, les produits de boulangerie, les confitures, les fruits en conserve, les bonbons, les vinaigrettes et les desserts. Sa large utilisation s'explique par sa popularité auprès de nombreux consommateurs [33], dose quotidienne maximale recommandée est égale à 5 mg/kg de poids corporel. [34].

La saccharine est approuvée dans de nombreux pays à travers le monde. Elle est souvent recommandée comme l'une des meilleures options pour les personnes diabétiques ou suivant un régime. Sans apport calorique, son utilisation est considérée comme sûre et compatible avec un mode de vie sain [35].

I.4.2.2.2 L'acésulfame de potassium :

L'acésulfame potassium L'acésulfame K est le sel de potassium du 6-méthyl-1, 2,3-oxathiazin-4-on-2,2-dioxyde, aussi connu sous le nom d'acésulfame K, possède un pouvoir sucrant 100 à 200 fois plus élevé que le sucre et n'apporte aucune calorie [9].

L'acésulfame K présente une douceur comparable à celle de l'aspartame, environ quatre à cinq fois supérieure à celle du cyclamate de sodium, mais deux fois inférieure à celle de la polysaccharine de sodium. Son goût sucré est perçu rapidement, sans arrière-goût désagréable. Par rapport à d'autres édulcorants intenses comme l'aspartame ou l'alitame, l'acésulfame K se distingue par une apparition plus rapide de la sensation sucrée [36].

L'acésulfame K, comme la saccharine, possède un arrière-goût amer, notamment à forte concentration, c'est pourquoi il est souvent utilisé dans des mélanges [10]. L'Ace-K est également stable à haute température et supporte facilement les variations de pH. Il est ainsi largement retrouvé dans les préparations alimentaires telles que les boissons, les pâtisseries, les produits laitiers, les condiments ou encore dans les dentifrices et les produits pharmaceutiques [26].

I.4.2.2.3 l'aspartame :

L'aspartame est une poudre cristalline blanche dont le pouvoir sucrant est environ 160 à 220 fois supérieur à celui du saccharose. Il est composé de deux acides aminés, l'acide L aspartique et la L-phénylalanine [37].

Cependant, le goût de l'aspartame n'est pas identique à celui du sucre ordinaire : la saveur prend plus de temps à apparaître et a généralement un arrière-goût. Selon la FDA, la dose journalière acceptable d'aspartame pour les humains est de 40 mg/kg de poids corporel en Europe et de 50 mg/kg de poids corporel aux États-Unis pour les adultes et les enfants [38].

L'aspartame compte parmi les édulcorants intenses les plus largement utilisés actuellement. Il est autorisé dans plus de 90 pays pour de nombreuses applications, notamment les édulcorants de table, les boissons gazeuses, les desserts glacés, le café, ainsi que les garnitures et fourrages [37].

Parmi les édulcorants non calorique, l'aspartame conserve une position privilégiée. Il est environ 200 fois plus sucré que le saccharose, sans laisser d'arrière-goût amer ou métallique. Son apport en calories est négligeable, il est bien toléré et reconnu comme sûr. [39].

I.4.2.2.4 Cyclamate :

Le cyclamate de sodium est environ 30 à 40 fois plus sucré que le sucre, ce qui en fait l'un des édulcorants artificiels les moins sucrants. Il présente un arrière-goût moins prononcé, ce qui explique son utilisation fréquente en combinaison avec d'autres édulcorants, notamment la

saccharine. De plus, il est généralement plus économique que la plupart des autres édulcorants [09].

Les trois formes, à savoir l'acide cyclamique (cyclamate), le cyclamate de sodium et le cyclamate de calcium, se présentent toutes sous forme de poudres cristallines blanches. Le cyclamate de sodium et le cyclamate de calcium peuvent aussi être obtenus sous forme de cristaux blancs. Les cyclamates se dissolvent aisément dans l'eau, formant ainsi une solution claire [37].

Les cyclamates sont autorisés dans plus de 50 pays pour une utilisation dans divers produits, tels que les édulcorants de table, les boissons, les fruits transformés, les chewing-gums, les bonbons, ainsi que dans de nombreux autres aliments [37]. Son nom commercial est « Sugar Twin ». Bien qu'il soit interdit d'être utilisé par les industries dans les aliments et boissons au Canada, il peut néanmoins être vendu en tant qu'édulcorant de table [40]. Ils entrent dans la composition de dentifrices, de bains de bouche et de médicaments pédiatriques [41].

Tableau 4: Les édulcorants intenses chimiques (synthétiques) [42].

Nom	N° CE	Pouvoir sucrant(*)	Observations
Acesulfame K	E 950	150	DJA: 9 mg/kg/j
Aspartame	E 951	160	DJA: 40 mg/kg/j
Cyclamate de sodium	E 952	40	Toxicité
Saccharine	E 954	300	DJA: 2.5 mg/kg/j Arrière-gout amer / Toxicité

I.5 Les Utilisations des édulcorants :

Les édulcorants sont utilisés comme substituts du sucre pour diverses raisons. Les polyols, par exemple, sont souvent choisis par les personnes souhaitant perdre ou maintenir leur poids. De plus, comme les édulcorants ne favorisent pas les caries dentaires, ils peuvent être utilisés pour sucrer des produits comme les dentifrices ou les bains de bouche. Ils permettent ainsi de maintenir un régime alimentaire équilibré sans renoncer au plaisir des aliments sucrés. Des études chez l'Homme ont également montré que les édulcorants hypocaloriques pouvaient aider à réduire l'apport énergétique et favoriser la perte de poids dans des conditions spécifiques. [43] [44].

Enfin, certains édulcorants ont une utilisation technique, en dehors de leur effet sucrant, par exemple, en augmentant la durée de conservation de l'aliment. Les polyols peuvent être utilisés pour retenir l'humidité dans des produits comme les gâteaux et les brioches.

I.6 Les avantages et Les inconvénients des édulcorants :

I.6.1 Les avantages :

Les édulcorants présentent plusieurs avantages, ce qui en fait une alternative intéressante au sucre dans de nombreuses situations. Tout d'abord, ils permettent de réduire de manière significative l'apport calorique, ce qui peut aider à gérer le poids et à prévenir l'obésité. En remplaçant le sucre par des édulcorants hypocaloriques, les consommateurs peuvent continuer à apprécier des aliments et des boissons sucrés sans les calories habituellement associées, ce qui favorise un meilleur équilibre énergétique. [45].

Un autre avantage important des édulcorants réside dans leur influence sur la régulation de la glycémie. Contrairement au sucre, qui provoque des pics de glucose sanguin, la plupart des édulcorants ont un impact minimal, voire nul, sur la glycémie. Cela les rend particulièrement adaptés aux personnes diabétiques, leur permettant de satisfaire leurs envies de sucré sans perturber leur contrôle glycémique. [46].

Les édulcorants sont également bénéfiques pour la santé bucco-dentaire. Contrairement au sucre, qui favorise la prolifération des bactéries responsables des caries dentaires, les édulcorants non fermentescibles, comme le xylitol, contribuent même à la protection de l'émail dentaire en empêchant la formation de plaque [47].

En outre, certains édulcorants naturels possèdent des bienfaits supplémentaires pour la santé. Par exemple, la stévia est connue pour ses propriétés antioxydantes et anti-inflammatoires, tandis que le xylitol peut avoir des effets positifs sur la santé intestinale en favorisant certaines bonnes bactéries [48].

Enfin, les édulcorants offrent une flexibilité d'utilisation dans l'industrie alimentaire, permettant la création de produits adaptés aux personnes soucieuses de leur santé, aux régimes spécifiques (comme le régime cétogène) et à la prévention de certaines maladies métaboliques. Grâce à ces atouts, ils jouent un rôle clé dans les stratégies de santé publique visant à réduire la consommation excessive de sucre et ses effets néfastes sur la santé.

I.6.2 Les inconvénients des édulcorants :

Les édulcorants artificiels sont couramment utilisés comme substituts du sucre afin de réduire l'apport calorique, mais ils ne sont pas exempts d'inconvénients potentiels. Certains d'entre eux, tels que l'aspartame ou le sucralose, pourraient perturber l'équilibre de la flore intestinale en affectant les bactéries bénéfiques, ce qui pourrait conduire à des troubles digestifs ou à des déséquilibres métaboliques. [49].

Certaines recherches indiquent également que les édulcorants artificiels pourraient altérer la réponse de l'organisme à l'insuline, ce qui pourrait, à long terme, accroître le risque de développer une résistance à l'insuline et un diabète de type 2. [50].

Par ailleurs, un débat subsiste quant à leur éventuelle implication dans certains troubles neurologiques ou l'apparition de maux de tête chez les personnes sensibles. Bien que la majorité des autorités sanitaires les jugent sans danger lorsqu'ils sont consommés avec modération, un usage excessif pourrait intensifier le désir de consommer des aliments sucrés et nuire à la régulation naturelle de l'appétit. Leur consommation doit donc rester mesurée et s'inscrire dans une alimentation équilibrée. En outre, une ingestion excessive de polyols peut provoquer des douleurs abdominales, des ballonnements, voire des épisodes de diarrhée [51].

I.7 L'impact des édulcorants sur la santé métabolique :**I.7.1 Rôle des édulcorants dans la gestion du poids et la prévention de l'obésité**

Les édulcorants hypocaloriques pourraient jouer un rôle central dans une stratégie de santé publique visant à prévenir, réduire et gérer les comorbidités liées à l'obésité. L'élimination des édulcorants ajoutés non essentiels dans certains aliments transformés (comme les petits pains, les biscuits salés ou les charcuteries), combinée au remplacement des sucres par des alternatives moins caloriques dans des produits tels que les desserts et les boissons, pourrait favoriser une amélioration notable de la santé [52].

Le remplacement des boissons sucrées par des boissons édulcorées artificiellement ou par de l'eau s'est révélé particulièrement bénéfique chez les adolescents ayant un indice de masse corporelle (IMC) élevé [53].

L'effet des édulcorants intenses sur la sécrétion hormonale, en particulier celle du GLP-1 (glucagon-like peptide-1), a également été étudié. Il a été démontré que l'ingestion orale de

sucralose n'entraîne pas d'augmentation de la sécrétion de GLP-1 ni de PYY (peptide YY), et ne déclenche pas la phase céphalique de la sécrétion d'insuline chez des individus en surpoids mais en bonne santé. Par ailleurs, d'autres recherches ont révélé qu'un régime enrichi en édulcorants intenses suivi pendant dix semaines n'influençait pas les paramètres biologiques postprandiaux, tels que la glycémie, l'insulinémie, les concentrations de leptine ou de GLP-1. Aucune modification des paramètres lipidiques n'a non plus été observée. [54].

I.7.2 Le rôle des édulcorants dans la prévention de l'hypoglycémie réactive chez les personnes atteintes de DT2 :

Les édulcorants constituent un outil utile pour prévenir l'hypoglycémie, car ils peuvent soit contribuer à une élévation rapide de la glycémie, soit s'intégrer dans un régime alimentaire équilibré. Toutefois, leur consommation doit être encadrée et faire partie d'une approche nutritionnelle globale afin d'en garantir les effets bénéfiques sur la santé. Plusieurs essais contrôlés randomisés réalisés chez des individus en bonne santé ont montré qu'aucune réponse insulinaire céphalique n'était déclenchée par la dégustation d'aspartame ou de sucralose, contrairement au glucose, qui provoque une élévation précoce des concentrations d'insuline [55].

Les polyols, y compris le tréhalose, induisent une réponse glycémique plus faible que le fructose, le glucose ou le saccharose, ce qui s'explique probablement par leur absorption partielle dans l'intestin. [56].

Les édulcorants non nutritifs n'affectent pas la réponse glycémique et peuvent être utilisés en toute sécurité par les diabétiques.

I.7.3 Le rôle des édulcorants dans l'amélioration de la saveur :

Les édulcorants artificiels jouent un rôle clé dans l'industrie alimentaire et des boissons, car ils permettent d'apporter une saveur sucrée sans les calories associées au sucre traditionnel. Ils améliorent le goût des produits et les rendent plus attrayants pour les consommateurs, ce qui contribue à accroître leur consommation.

La perception du goût sucré est médiée par des récepteurs spécifiques appelés récepteurs couplés aux protéines G (notamment T1R1, T1R2 et T1R3), localisés non seulement dans la cavité buccale, mais aussi dans le pancréas, le tractus gastro-intestinal, le tissu adipeux et le

cerveau. Lorsqu'ils sont activés par des édulcorants artificiels, ces récepteurs déclenchent la sécrétion d'insuline et d'incrétines, ainsi que l'absorption du glucose au niveau intestinal.

Cependant, certains édulcorants comme la saccharine et l'acésulfame-K présentent un arrière-goût amer, en raison de leur interaction avec les récepteurs de l'amertume. À l'inverse, le cyclamate agit comme un antagoniste de ces récepteurs amers, et sa combinaison avec la saccharine peut atténuer cet effet indésirable. [57,58].

I.8 Stévia rebaudiana (plante étudiée) :

I.8.1 Définition :

La *Stevia rebaudiana* Bertoni est une plante originaire du Paraguay, traditionnellement utilisée par les Indiens Guaranis pour sucrer le maté, une boisson typique d'Amérique du Sud, ainsi que comme plante médicinale. Elle a été introduite à la connaissance des Européens en 1887 grâce au botaniste suisse Moisés Santiago Bertoni, qui l'a étudiée et décrite scientifiquement. Depuis lors, la stévia fait l'objet de nombreuses recherches pour ses applications en tant qu'édulcorant naturel sans calories [59].

Les feuilles de stévia contiennent des glycosides de stéviol, tels que le stévioloside et le rebaudioside A, qui sont responsables de leur goût sucré intense. Ces composés sont jusqu'à 300 fois plus sucrés que le sucre de table, tout en étant pratiquement exempts de calories et de glucides. Ainsi, la stévia constitue un édulcorant naturel sans apport calorique, ce qui en fait une alternative intéressante pour les personnes cherchant à réduire leur consommation de sucre ou à contrôler leur apport calorique [60].



Figure 3: Feuilles et fleurs de stévia (*Stevia rebaudiana* Bertoni) [61].

La production commerciale de la stévia, en tant que plante et édulcorant, est principalement concentrée en Amérique latine (Brésil, Paraguay, Uruguay), aux États-Unis, en Thaïlande et en Chine. Elle est couramment utilisée dans divers produits tels que les limonades, les boissons non alcoolisées, les pâtisseries, les sucreries, les confitures, les sorbets, les chewing-gums, les cornichons et les produits du tabac [62].

I.8.2 Dose de stévia par jour :

La dose journalière sécuritaire fixée par Santé Canada, dans le cadre de la réglementation des produits de santé naturels, est semblable à celle fixée ailleurs dans le monde, soit 10 mg de stévioides par kilogramme de poids corporel. Cela correspond à 700 mg par jour pour un adulte de 70 kg [63].

I.8.3 Utilisations :**I.8.3.1 Utilisation médicinale :****I.8.3.1.1 Effet sur l'hypertension et le système cardiovasculaire :**

Il a été prouvé que la stévia a un effet favorable sur la pression artérielle. La plante pourrait posséder des propriétés cardiotoniques, permettant de réguler le pouls et d'équilibrer la pression sanguine. [64].

I.8.3.1.2 Effet sur le diabète sucré :

Les feuilles de stévia renferment des glycosides de stéviol, principalement du stévioides et du rebaudioside, qui sont 300 fois plus sucrés que le sucre, tout en n'affectant pas la glycémie. Cela en fait un produit avantageux pour les personnes souffrant d'hypoglycémie et de diabète de type 2 [65] [66]. Administré par voie orale, le stévioides a réduit la glycémie chez les rats diabétiques de type II.

Le stéviol agit comme un tonique digestif en régulant la glycémie, en favorisant la sécrétion d'insuline et en améliorant l'utilisation de l'insuline chez les animaux insulinodéprimés [64].

I.8.3.1.3 Effet antimicrobien :

D'après plusieurs études, l'extrait de feuilles de stévia présente des propriétés antifongiques et antibactériennes, en plus de ses multiples autres utilisations. Son activité antimicrobienne varie selon le type de solvant utilisé [61].

I.8.3.1.4 Activité anticancéreuse :

D'après plusieurs études, la stévia semble présenter des bienfaits potentiels pour la santé, notamment en ce qui concerne la lutte contre le cancer, les caries dentaires, le stress oxydatif et les infections microbiennes [67].

Le stéviol, composé actif présent dans la stévia, a été rapporté pour ses effets anticancéreux, notamment sur les cellules du système gastro-intestinal et les cellules cancéreuses du sein chez l'humain. [68].

I.8.3.2 Application dans l'alimentation :

La stévia et ses dérivés se retrouvent dans une large gamme de produits alimentaires, notamment les sodas, les boissons non alcoolisées, les édulcorants de table, les chewing-gums et les yaourts. Lorsqu'ils sont associés, le stéviol et le chlorure de sodium génèrent une sensation sucrée qui est exploitée commercialement dans la préparation de légumes marinés, de fruits de mer séchés et de sauces soja [69].

Chapitre II :

TECHNIQUE D'EXTRACTION ET PURIFICATION

II.1 Introduction:

C'est au XVIII^e siècle que l'utilisation de solvants organiques pour l'extraction des substances naturelles a débuté. Le premier brevet relatif à cette méthode a été déposé en 1855 par E. Deisse, qui l'a appliquée à l'extraction de graisse à partir d'arêtes, d'os et de bois. L'année suivante, il développa une technique destinée à l'extraction d'huiles à partir de graines. Depuis lors, l'extraction par solvant s'est imposée comme un procédé industriel courant, notamment pour l'extraction d'huiles de graines lorsque les méthodes mécaniques sont peu efficaces (comme pour le soja ou le maïs), ou pour récupérer l'huile résiduelle contenue dans les tourteaux appauvris, tels que le grignon d'olive [70].

Les plantes constituent une source inépuisable et renouvelable de principes actifs, dont l'utilisation à des fins médicinales et traditionnelles est connue depuis des siècles. Il en découle un besoin croissant de produire des substances bioactives sous forme isolée, concentrée et purifiée, afin de les exploiter dans de nombreux domaines tels que la cosmétique, la pharmacie ou encore les additifs nutritionnels. [71].

L'extraction des métabolites secondaires, à partir de substrats végétaux à l'aide de solvants, est une opération unitaire classique du génie chimique [72]. La plupart des procédés d'extractions actuels utilisent des matières végétales usuelles et des procédés conventionnels en « batch » [73].

Les procédés d'extraction reposent sur la différence de solubilité des composés d'un mélange dans un solvant donné. Dans ce contexte, nous nous intéressons à l'extraction à partir d'un support solide : la plante. Il existe diverses méthodes permettant d'extraire les composés à haute valeur ajoutée présents dans les végétaux. Ces méthodes se divisent en techniques conventionnelles, utilisées depuis longtemps, et techniques innovantes, développées plus récemment [71].

II.2 définition d'extraction :

L'extraction est une technique permettant d'isoler une espèce chimique à partir d'une substance naturelle qui en est la source. Elle repose sur l'utilisation d'un agent d'extraction capable de séparer sélectivement un ou plusieurs composés d'un mélange, en s'appuyant sur leurs propriétés chimiques ou physiques. Cet agent d'extraction est peu ou pas miscible avec les composants majoritaires du mélange, mais présente une affinité plus élevée pour le composé à extraire, facilitant ainsi sa séparation [74].

II.3 Techniques d'extraction couramment utilisées :

II.3.1 Extraction liquide – liquide :

L'extraction liquide-liquide est une méthode physique utilisée pour récupérer ou purifier un composé en exploitant les différences de solubilité entre certains liquides. Elle consiste à séparer un soluté, initialement dissous dans un liquide appelé diluant, en lui ajoutant un second liquide non miscible avec le premier, appelé solvant. Le solvant est choisi pour sa capacité à dissoudre le soluté sans se mélanger au diluant, formant ainsi deux phases distinctes (comme l'eau et l'huile).

Lorsque le solvant est ajouté au mélange initial (appelé brut), le système devient instable et se divise en deux phases. Le soluté se répartit alors entre ces deux phases selon son affinité relative, un phénomène appelé partage. Après un temps d'équilibration, les deux phases peuvent être séparées par décantation : la phase contenant principalement le solvant et le soluté est appelée extrait, tandis que celle contenant surtout le diluant est le raffinat.

Si le solvant est bien choisi, il est possible de le séparer facilement du soluté pour obtenir ce dernier sous forme pure. Toutefois, une certaine quantité de soluté reste souvent dans le raffinat, ce qui justifie la répétition de l'opération pour optimiser le rendement [75].

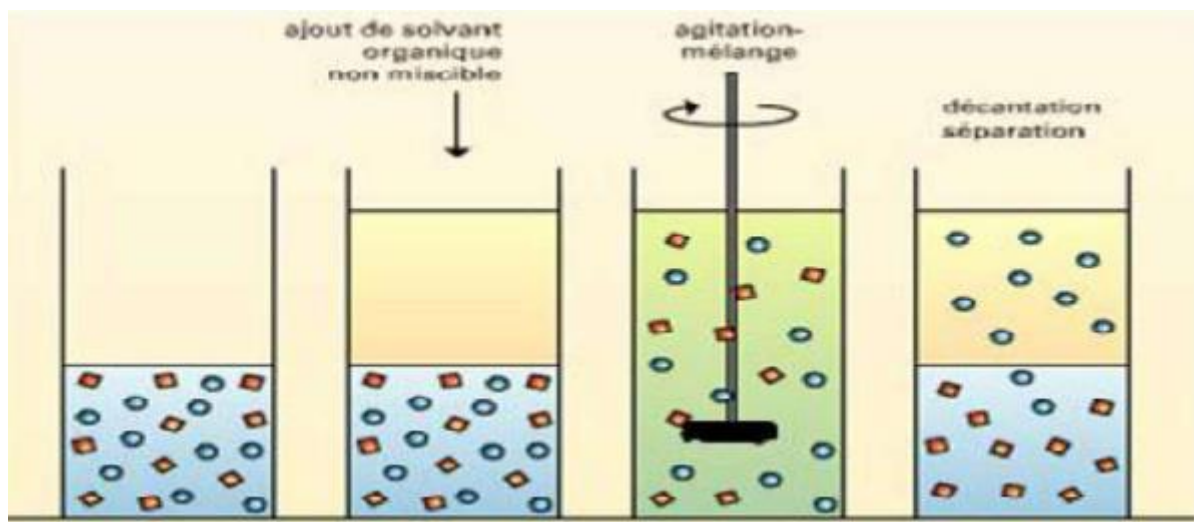


Figure 4: Schéma d'extraction liquide-liquide [76].

Il existe deux types d'extraction liquide-liquide :

- Extraction liquide-liquide discontinue : Elle est réalisée grâce à des ampoules à décanter. Il existe plusieurs modèles d'ampoules à décanter. Celles ayant la tubulure

au-dessus du robinet sont les plus utilisées, car elles permettent de mieux visualiser l'interface et donc de mieux séparer les deux phases.



Figure 5 : Les différents types d'ampoule à décanter.

- B. Extraction liquide-liquide continue : Lorsque le produit à isoler est relativement soluble dans la phase à extraire, l'extraction discontinue peut se révéler insuffisante. On peut alors utiliser une méthode d'extraction en continu. Le solvant est recyclé et passe continuellement à travers la solution à extraire [77,78].

II.3.1.1 Domaines d'application du procédé d'extraction liquide-liquide :

Tableau 1 donne une vue schématique des différentes applications dans les industries mentionnées ainsi que l'état d'avancement en matière d'incorporation de cette technique.

Tableau 5: Domaines d'application de l'extraction Liquide-Liquide [79]

Industrie	Applications
Pétrochimique	Production d'aromatiques Rectification du pétrole brut
Chimique	Synthèse de polymères, fibres, pesticides, herbicides...
Alimentaire et Pharmaceutique	Récupération des antibiotiques et vitamines Purification des produits génétiques
hydro métallurgique	Récupération et purification des métaux
Nucléaire	Traitement des déchets
Environnementale	Traitement des eaux polluées Récupération et recyclage de sous-produits

II.3.1.2 Les avantages de l'extraction liquide-liquide:

L'extraction liquide-liquide demeure la technique de purification la plus employée au laboratoire et cela pour ses divers avantages qu'elle présente par rapport à d'autres opérations, Citons quelques principaux de ses avantages :

- ❖ Facilité de mise en œuvre
- ❖ Rapidité
- ❖ Moindre coût
- ❖ Application à de grandes quantités ou même à des traces

II.3.1.3 Inconvénients de l'extraction liquide-liquide :

- ❖ Nécessite de grands volumes de solvants
- ❖ Le solvant doit être miscible avec l'eau
- ❖ Difficile à automatiser [80].

II.3.2 Extraction solide – liquide :

L'extraction solide-liquide est un processus lent consistant à transférer une substance contenue dans un solide vers un solvant liquide. Il est possible d'utiliser successivement plusieurs solvants ayant des pouvoirs dissolvants différents vis-à-vis des composants de la phase solide, ce qui constitue une dissolution fractionnée. Parmi les méthodes courantes d'extraction solide-liquide figurent la macération, l'infusion et la décoction.

En pratique, il est rare d'extraire un seul composé, car d'autres constituants de la phase solide sont également entraînés, quel que soit le solvant employé. En chimie organique, des dispositifs plus performants comme les extracteurs de Soxhlet ou de Kumagawa sont souvent utilisés, car ils permettent une extraction continue et plus efficace [78].

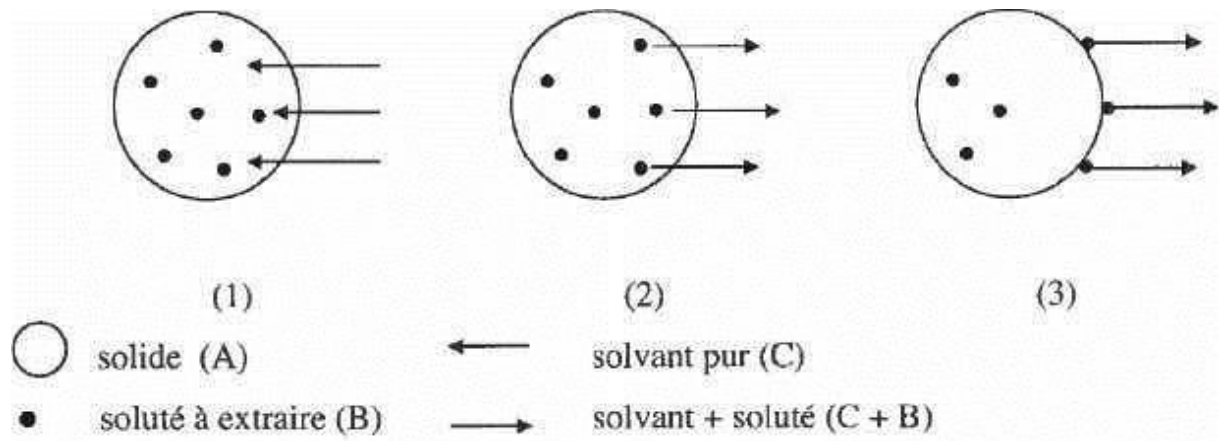


Figure 6: Représentation schématique de L'extraction solide-liquide [82].

1. Le solvant pénètre dans le solide et se dissout dans les particules du solide.
2. Le soluté se propage du coeur vers la surface de la particule.
3. Le soluté se propage de la surface de la particule vers le centre du solvant [81].

II.3.2.1 Choix de la phase solide :

Le choix de la phase solide (résine) repose sur plusieurs critères essentiels :

- Elle doit être insoluble dans l'eau.
- Elle doit pouvoir être imprégnée ou fonctionnalisée à l'aide d'extractants organiques.
- Elle doit présenter une forte affinité pour le composé à extraire.
- Le procédé de recyclage doit être simple et efficace [82].

II.3.3 Hydrodistillation :

L'extraction des huiles essentielles commence par l'immersion de la matière première dans l'eau, suivie d'une ébullition : c'est le procédé d'hydrodistillation (voir figure 7). Ensuite, plusieurs variantes peuvent être utilisées pour séparer l'eau et la matière végétale. Dans la vapo-hydrodistillation, l'eau est placée au fond de la cuve et portée à ébullition afin qu'un courant de vapeur traverse la matière première. Dans la vapo-distillation, en revanche, la vapeur est produite dans une chaudière externe avant d'être injectée dans l'alambic.

Dans tous les cas, la vapeur d'eau, désormais chargée d'huile essentielle, est dirigée vers un condenseur souvent constitué d'un serpentin ou de tubes parallèles dans lequel circule de l'eau froide. Une fois condensés, l'eau et l'huile essentielle sont recueillies dans un essencier (ou vase florentin), où ces deux liquides non miscibles l'eau aromatisée et l'huile essentielle se séparent naturellement par décantation [83].

La durée d'une hydrodistillation peut considérablement varier, pouvant atteindre plusieurs heures (8 h), selon le matériel utilisé et la matière végétale à traiter. La durée de la distillation influe non seulement sur le rendement mais également sur la composition de l'extrait [84].

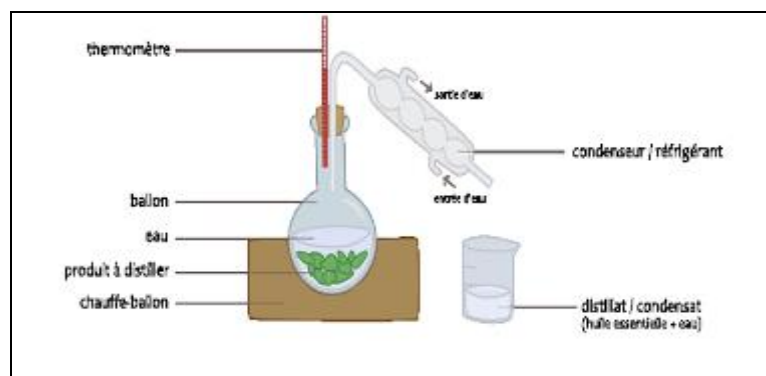


Figure 7: l'appareil d'Hydrodistillation [85].

II.3.4 Extraction par macération :

Le liquide de macération peut être de l'eau, de l'alcool ou du vinaigre. Lors de la macération à l'eau, les plantes doivent être immergées dans le liquide froid ou tiède pendant quelques heures (généralement 10 à 12 heures). Les macérations à l'eau ne doivent pas durer plus de douze heures pour éviter l'oxydation et la fermentation du liquide. En revanche, pour l'alcool, le vinaigre ou les huiles, la macération peut être prolongée sur plusieurs jours sans causer de problèmes [86].

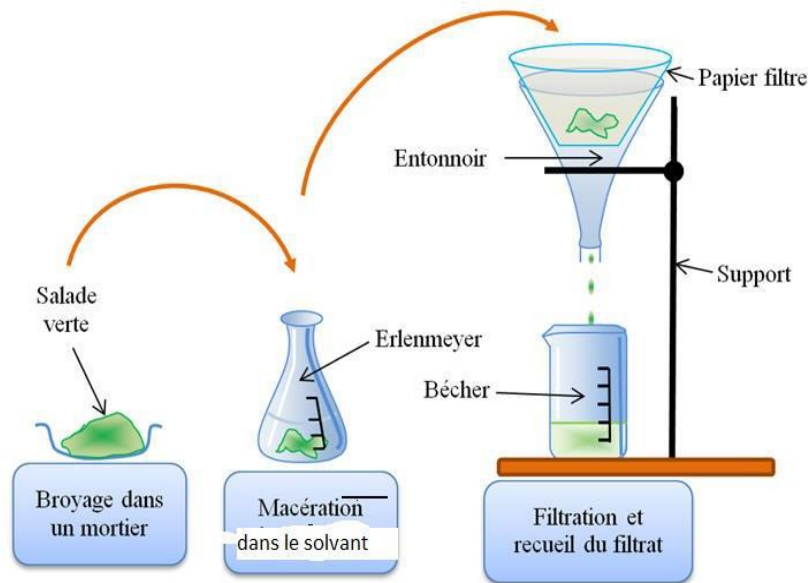


Figure 8: méthodes de Macération pour l'extraction [87].

II.3.5 Extraction par solvants organiques (soxhlet) :

Les solvants les plus couramment utilisés aujourd'hui sont l'hexane, le cyclohexane, l'éthanol, et, plus rarement, le dichlorométhane et l'acétone. Le solvant sélectionné, en plus d'être autorisé, doit être stable face à la chaleur, à la lumière et à l'oxygène. Il est préférable que sa température d'ébullition soit basse pour faciliter son élimination, et il ne doit pas réagir chimiquement avec l'extrait. L'extraction se fait généralement à l'aide d'un appareil de Soxhlet. Ces solvants ont un pouvoir d'extraction supérieur à celui de l'eau, ce qui permet d'obtenir des extraits contenant non seulement des composés volatils, mais aussi des composés non volatils tels que des cires, des pigments, des acides gras, et bien d'autres substances [88].

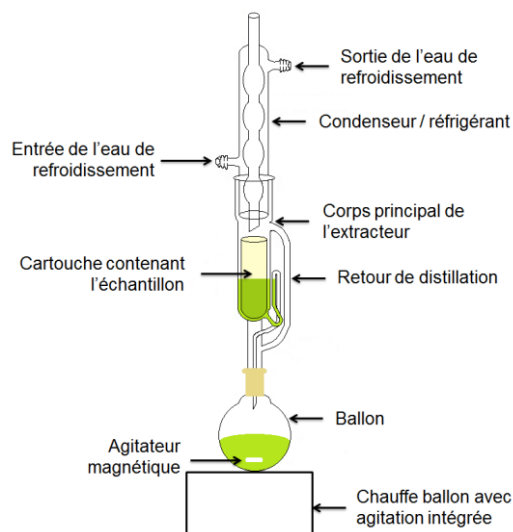


Figure 9: l'appareil de Soxhlet [87].

II.4 Techniques d'extraction modernes :

II.4.1 Extraction par micro-ondes :

L'extraction assistée par micro-ondes est un processus dans lequel l'énergie des micro-ondes accélère l'extraction. Ce traitement favorise la rupture des cellules en provoquant une hausse rapide de la température et de la pression interne au sein des parois cellulaires végétales [89].

En d'autres termes, l'extraction assistée par micro-ondes (EAM) permet un transfert rapide d'énergie et un chauffage simultané du solvant et de la matrice végétale solide. En absorbant l'énergie des micro-ondes, l'eau contenue dans la matrice végétale aide à rompre les cellules, facilitant ainsi la libération des composés chimiques et améliorant leur extraction [90].

L'utilisation des micro-ondes consiste en une interaction directe entre un rayonnement électromagnétique et la matière, ce qui entraîne un transfert d'énergie et de matière distinct de celui des méthodes d'extraction solide-liquide classiques. Cette approche améliore l'efficacité et la sélectivité des procédés d'extraction, tout en réduisant la durée du processus, sans compromettre le rendement [91].

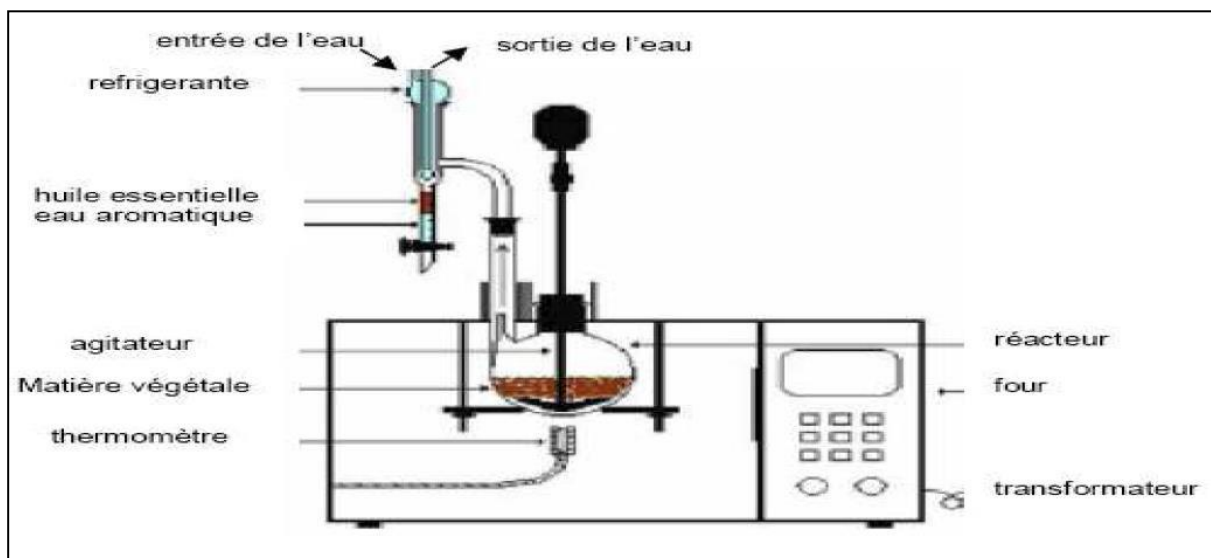


Figure 10: Le montage d'extraction par micro-ondes [92].

II.4.2 Extraction par le CO₂ supercritiques :

L'extraction au CO₂ supercritique est une technique utilisée pour extraire les composés actifs des plantes ou d'autres matériaux en utilisant du dioxyde de carbone (CO₂) dans son état supercritique. Dans cet état, le CO₂ présente à la fois des caractéristiques de gaz et de liquide, ce qui lui permet de pénétrer les matériaux d'extraction et de solubiliser les composés recherchés. Cette méthode est privilégiée pour obtenir des extraits de haute qualité, car le

CO₂ supercritique offre une solubilité sélective et peut être facilement retiré du produit final [93].

II.4.3 Extraction par ultrasons :

En d'autres termes, les effets mécaniques des ultrasons favorisent une meilleure pénétration du solvant dans les matériaux cellulaires et optimisent le transfert de masse. Les ultrasons peuvent également altérer les parois cellulaires, facilitant ainsi la libération de leur contenu. Ainsi, l'efficacité de la rupture des cellules et du transfert de masse sont considérées comme les deux principaux facteurs contribuant à la performance de l'extraction par ultrasons. [94].

L'extraction par ultrasons est une technique qui utilise des ondes ultrasonores pour faciliter la libération des composés d'un matériau d'origine. Les ultrasons génèrent des ondes de pression haute fréquence qui provoquent des cycles de compression et de décompression dans le solvant, créant ainsi de petites bulles de cavitation qui se forment et implosent. Cette implosion génère une agitation mécanique intense, ce qui aide à briser les parois cellulaires et permet d'extraire les composés cibles dans le solvant. Cette méthode est reconnue pour sa rapidité, son efficacité et sa sélectivité dans l'extraction de divers composés bioactifs [95].

II.5 Facteurs influençant l'efficacité de l'extraction :

II.5.1 La température :

Il est difficile de déterminer de manière simple l'impact de la température sur l'extraction. Toutefois, dans la plupart des cas, des températures élevées favorisent le rendement d'extraction pour quatre raisons principales :

- La chaleur facilite l'extraction en rendant les parois cellulaires plus perméables par dénaturation.
- Les températures élevées augmentent la solubilité des substances à extraire.
- Elles réduisent la viscosité des solvants d'extraction, ce qui améliore non seulement la pénétration du solvant à travers le substrat solide, mais aussi les étapes suivantes de séparation.

Cependant, la température maximale est limitée par le point d'ébullition du solvant, ainsi que par les risques suivants :

- La dégradation thermique du soluté.
- L'extraction de composés indésirables ou nuisibles [96].

II.5.2 Temps d'extraction :

La quantité de substances extraites dépend du temps de séjour du matériau dans le solvant, ce qui inclut le temps nécessaire pour que le solvant pénètre à l'intérieur des vacuoles et dissolvent le composé. En règle générale, une augmentation de la température, favorisant l'agitation moléculaire, permet de réduire les temps de contact sans affecter de manière significative le rendement.

À titre d'exemple, la macération dure généralement entre 8 et 10 jours, tandis que des méthodes comme la décoction requièrent des temps de contact beaucoup plus courts, de l'ordre de quelques minutes [97].

II.5.3 Concentration résiduaire du soluté :

Le taux de saturation du solvant joue un rôle clé dans la vitesse d'extraction. Lorsque le soluté est un liquide contenu dans un solide poreux, la dissolution du liquide se fait rapidement, et la vitesse de transfert est principalement déterminée par la diffusion du liquide dans le film de surface du solide. En revanche, dans le cas des cellules végétales, dont les parois sont très imperméables, la diffusion interne est beaucoup plus lente et devient le facteur limitant de la vitesse de transfert, car la dissolution du soluté dans le solvant a peu d'impact

II.5.4 Humidité :

Ce paramètre est particulièrement crucial pour les solvants hydrophobes, car la diffusivité est inversement proportionnelle à la quantité d'eau contenue dans le solide [81].

II.5.5 La nature du solvant :

Un solvant est une substance généralement liquide, capable de dissoudre un soluté (qu'il soit solide, liquide ou gazeux) pour former une solution homogène, sans altérer chimiquement le soluté. Les solvants sont utilisés pour dissoudre, extraire ou transporter des produits.

Les propriétés physiques d'un solvant, telles que la densité, la viscosité, le point d'ébullition, la chaleur spécifique, etc., jouent un rôle déterminant dans des processus comme l'épuisement, la vitesse d'écoulement et de filtration, ainsi que les conditions de distillation et de concentration. Elles influencent également les pertes par volatilisation et d'autres paramètres liés aux procédés

[99].

II.5.6 L'agitation :

L'agitation mécanique du solide dans le solvant permet son maintien en suspension et l'homogénéisation du milieu. Généralement, cette action a toujours un effet favorable sur l'opération [100].

II.6 Mécanismes de l'extraction :**II.6.1 Séparation par adsorption :**

Elle est définie comme étant la fixation des molécules de solutés à la surface d'un solide par l'intermédiaire d'une liaison de type de Van Der Waals ou chimique [101].

Le principe de l'adsorption repose sur la capacité des solides à retenir des molécules gazeuses ou liquides à leur surface. Les molécules ainsi retenues sont appelées solutés ou adsorbats, tandis que les solides sont les adsorbants. La surface de l'adsorbant se compose de la surface externe et de la surface interne, et plus le réseau de pores et de cavités à l'intérieur de l'adsorbant est étendu, plus sa capacité d'adsorption est élevée. La surface joue un rôle clé dans ce processus. [102].

La physisorption est un type d'adsorption physique, où les molécules d'adsorbat se fixent à la surface de l'adsorbant principalement grâce aux forces de Van der Waals et aux interactions électrostatiques. Ce processus se produit sans altérer la structure moléculaire de l'adsorbat et reste totalement réversible.

La chimisorption, en revanche, est une adsorption chimique qui résulte de forces de liaison de nature chimique, bien plus fortes que les forces de Van der Waals, accompagnées d'un transfert d'électrons. Ce processus implique la rupture et la formation de liaisons chimiques entre le réactif et les sites actifs de l'adsorbant. La chimisorption est généralement moins réversible, voire parfois irréversible [74].

II.6.2 Séparation par échange d'ions :

L'échange d'ions est un procédé dans lequel les ions d'une certaine charge présents dans une solution (par exemple, des cations) sont extraits de cette solution par adsorption sur un matériau solide, appelé échangeur d'ions, pour être remplacés par une quantité équivalente d'autres ions de même charge provenant du solide.

Ce procédé présente un avantage dans le traitement des effluents, car il génère peu de déchets contaminés. Cependant, bien qu'il soit largement utilisé dans l'adoucissement de l'eau, l'élimination des nitrates et le traitement des eaux de chaudière, les problèmes liés à la sélectivité de l'échange de cations/ions ont limité son application dans d'autres domaines.

Les interactions ioniques ou électrostatiques se produisent entre les solutés chargés de la phase aqueuse et la phase solide portant une charge opposée. Ces échanges peuvent être cationiques (entre charges positives) ou anioniques (entre charges négatives). Ces interactions dépendent fortement du pH et sont souvent caractérisées par des cinétiques relativement lentes [103].

II.6.3 séparation par Chélation :

La chélation est un procédé chimique qui permet d'éliminer les substances toxiques (métaux lourds) par les urines. L'agent chélateur se lie à des minéraux (un peu comme un aimant) grâce au principe des polarités électriques dont sont chargées les molécules. Le résultat donne une nouvelle molécule, stable, non toxique et soluble. Elle peut donc être éliminée par les voies naturelles [104].

II.7 Technique de Purification :

Le processus de purification regroupe un ensemble de techniques utilisées pour éliminer les impuretés et contaminants d'une substance, qu'il s'agisse d'eau, d'air ou de produits chimiques. La méthode de purification varie en fonction de la nature de la substance à traiter et des impuretés présentes.

Dans le traitement de l'eau, par exemple, plusieurs procédés physiques et chimiques sont employés pour éliminer les solides en suspension, les matières organiques, les bactéries et les métaux lourds. Ces procédés incluent la filtration, l'évaporation, la distillation, les réactions chimiques pour absorber les contaminants, ainsi que l'utilisation de systèmes d'osmose inverse [105].

Pour la purification de l'air, le processus consiste à utiliser des filtres afin d'éliminer les particules fines, les gaz toxiques et les mauvaises odeurs. Les méthodes de purification de l'air peuvent également inclure l'utilisation de rayons ultraviolets ou d'ions négatifs [106]. ainsi que des systèmes de ventilation et de filtration.

En général, le processus de purification est essentiel pour améliorer la qualité des matières qui nous entourent, qu'il s'agisse d'eau potable, d'air ou même de matériaux industriels, et il aide à préserver la santé humaine et l'environnement.

II.7.1 Purification de l'eau :

II.7.1.1 Filtration :

La filtration est un procédé de séparation consistant à faire passer un mélange solide-liquide à travers un média poreux (filtre), qui retient les particules solides et permet au liquide (filtrat) de s'écouler [107].

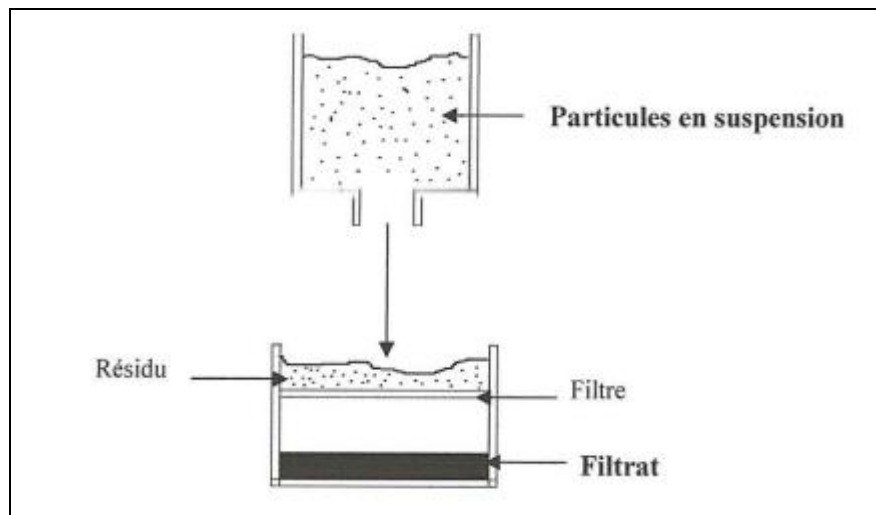


Figure 11: Principe De filtration [108].

Le mélange s'écoule sous l'influence de diverses forces telles que la gravité, la pression, le vide ou la force centrifuge. Les produits de la séparation se composent d'un flux liquide (filtrat) pratiquement exempt de particules, d'une phase solide contenant un peu de liquide résiduel, et parfois d'un mélange solide-liquide avec une concentration solide plus élevée (comme dans le cas de la filtration sur gâteau à écoulement transversal).

La filtration peut être classée en deux catégories principales : la filtration sur gâteau (ou filtration de surface), où les particules sont retenues à la surface du média, formant des gâteaux de filtration, et la filtration sur lit profond (ou filtration en profondeur), où les particules sont éliminées en se déposant tout au long du média filtrant. [109].

Tableau 6 : Type de séparation en fonction de la taille des particules [110].

Type de séparation	Diamètre des pores	Domaine d'utilisation	Produits
Macro filtration	10-450 (μm)	Sirop et de la sève d'érable, Eau des piscines, Prétraitement de l'eau potable.	Acariens; Amibes; Pollens; Levures; Sable; Pollen; Cheveux; Sang; Moisissure
Microfiltration	10(μm) - 10(nm)	Industrie alimentaire : jus de pomme et de raisin	Amiante, Bactéries, Acariens, Pigments de peinture
Ultrafiltration	1-10 (nm)	Transformation des produits laitiers, Traitements des sols contaminés	Virus, Macromolécules organiques, protéines. certaines toxines
Nanofiltration	0,1-10 (nm)	Concentration des sucres Traitement tertiaire des eaux usées,	Décoloration de l'eau potable causée par les tanins.
Osmose inverse	0,01 à 0, 1 (nm)	Obtenir de l'eau potable à partir de l'eau de mer	Gaz, Anions, Cations, Molécules organiques

II.7.1.2 Distillation :

De manière générale, la distillation peut être définie comme un processus dans lequel un liquide se transforme en vapeur, puis cette vapeur est condensée pour redevenir un liquide, collectée dans un récipient différent de celui dans lequel elle a été vaporisée. L'objectif principal de la distillation est de séparer les substances volatiles de celles qui le sont moins ou qui ne le sont pas du tout. [111].

Ce procédé est la première technique historiquement utilisée pour le dessalement de l'eau de mer, probablement en raison de sa simplicité. Il consiste à évaporer l'eau salée à l'aide de

chaleur, soit produite par une chaudière, soit plus simplement par l'énergie solaire. Grâce à ce processus, les sels et autres composés dissous se déposent, tandis que la vapeur d'eau s'élève. Cette vapeur est ensuite recondensée pour récupérer l'eau douce. [112].

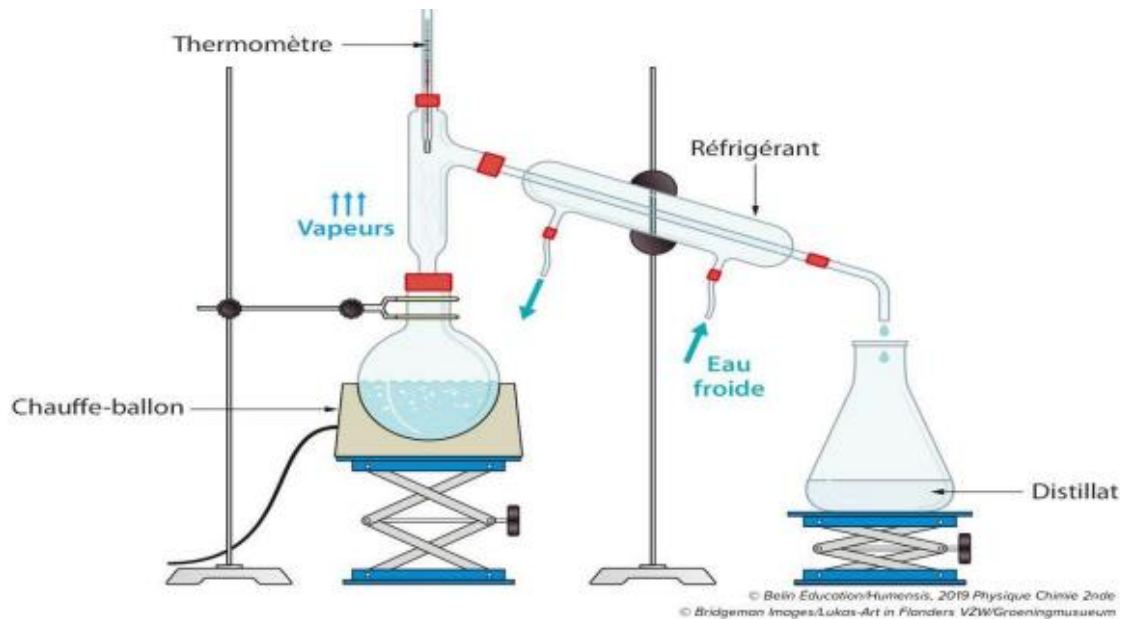


Figure 12: Montage de distillation simple [113].

II.7.1.3 Chloration :

Le chlore élimine les organismes pathogènes, comme les bactéries et les virus, en rompant les liaisons chimiques de leurs molécules. Les désinfectants à base de chlore sont des composés capables d'échanger des atomes avec d'autres molécules, telles que les enzymes présentes dans les bactéries et autres cellules. Lorsqu'une enzyme entre en contact avec le chlore, un ou plusieurs atomes d'hydrogène de la molécule sont remplacés par du chlore, ce qui entraîne généralement sa dissociation ou sa désactivation. Ainsi, les bactéries et les virus sont détruits ou rendus inactifs [114].

Le chlore libre endommage la sécurité de l'enveloppe de la cellule bactérienne, ce qui entraîne une mauvaise perméabilité de la cellule et la dislocation d'autres rôles de la cellule [115].

Le procédé le plus courant consiste à injecter du chlore, un réactif dont le stockage et la manipulation nécessitent des précautions rigoureuses. Lorsqu'il est dissous dans l'eau, le chlore libère l'ion hypochloreux, qui est l'agent actif responsable de la désinfection [116].

II.7.2 Purification chimique

II.7.2.1 Lyophilisation :

La lyophilisation est un procédé de séchage dans lequel l'eau est sublimée du produit après sa congélation. Pour un stockage prolongé, un procédé de séchage applicable à la fabrication de certains produits chimiques, pharmaceutiques et biologiques qui sont thermolabiles ou autrement instables dans des solutions aqueuses et qui sont stables à l'état sec. Le terme lyophilisation décrit un processus de fabrication d'un produit qui aime l'état sec [117].

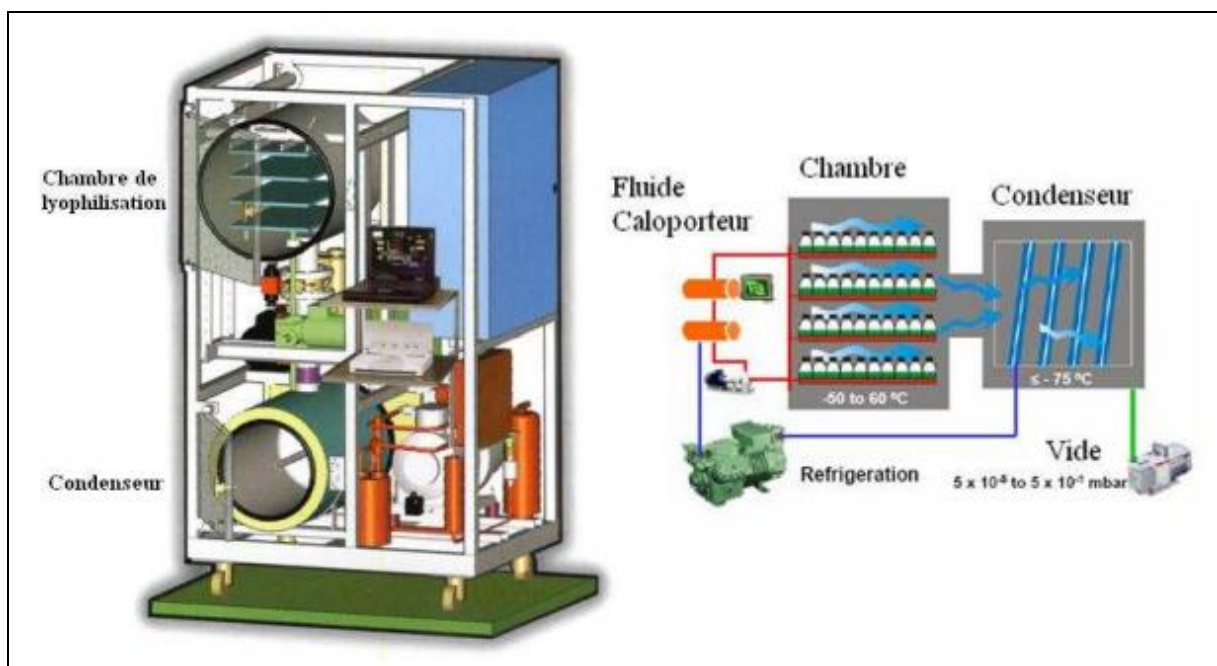


Figure 13: Lyophilisateur pilote SMH 45 USIFROID (Lagep) [118].

La lyophilisation est réalisée dans des conditions de température et de pression inférieures au point triple de l'eau, afin de permettre la sublimation de la glace [119].

Elle utilise la sublimation qui est un phénomène physique impliquant la conversion directe entre l'état solide et l'état gazeux sans passer par la phase liquide.

II.7.2.1.1 Principes de la lyophilisation :

Leur principe de base repose sur les changements d'état de l'eau c'est à dire quand on réchauffe de l'eau à l'état solide à très basse pression, elle se transforme directement à l'état gazeux sans passer par l'état liquide [120].

II.7.2.1.2 Les étapes de la lyophilisation :

La lyophilisation est un processus dans lequel l'eau est congelée et retirée de l'échantillon. L'opération se déroule en trois étapes [121].

- La Congélation : on congèle tout d'abord le produit
- La sublimation : on élimine le « surplus » de solvant en surface du produit
- La désorption : on élimine le solvant lié au produit.

II.7.2.1.3 Les avantages de lyophilisation :

- La lyophilisation est un moyen efficace de sécher les matériaux sans les endommager
- Élimination de l'eau sans chauffage excessif
- Augmenter la stabilité du produit à l'état sec.
- Préservation du goût et de l'apparence
- Conservation de longue durée

Bien que la lyophilisation offre de nombreux avantages, elle présente aussi certains inconvénients notables. Elle est notamment onéreuse, en raison de l'utilisation d'équipements spécialisés et de sa forte consommation énergétique, ce qui se répercute sur le coût final des produits [122].

Par ailleurs, le procédé est complexe et requiert une expertise technique, ce qui peut entraîner des contraintes en termes de productivité et de délais de fabrication. Les produits obtenus par lyophilisation sont également sensibles à l'humidité, ce qui peut compromettre rapidement leur qualité. De plus, leur texture friable les rend fragiles, nécessitant un emballage adapté pour assurer leur protection et conserver leur intégrité.

II.7.2.2 Chromatographie :

La chromatographie est une méthode physico-chimique utilisée pour séparer les différents constituants d'un mélange en exploitant leur vitesse de migration variable à travers un support spécifique. Ce support se compose de deux éléments : une phase stationnaire et une phase mobile. Cette technique est largement employée dans divers domaines tels que la biochimie, la pharmacie, l'industrie chimique ou encore l'agroalimentaire [123].

II.7.2.2.1 Chromatographie sur Couche Mince (CCM) :

La chromatographie est une technique physique de séparation fondée sur les différences d'affinité des substances à analyser envers deux phases distinctes : une phase stationnaire (ou fixe) et une phase mobile. Selon le type de chromatographie utilisé, la séparation des constituants transportés par la phase mobile peut résulter soit de phénomènes d'adsorption et de désorption sur la phase stationnaire, soit de leur solubilité différenciée dans les deux phases. Les méthodes chromatographiques peuvent être classées en fonction de la nature des phases employées ou des mécanismes physico-chimiques impliqués dans la séparation [124].

La chromatographie sur couche mince (CCM) permet de séparer les constituants d'un mélange en fonction de leur migration différentielle. Chaque composé migre d'autant plus loin qu'il présente une plus grande solubilité dans l'éluant et une moindre affinité (adsorption) pour la phase stationnaire. Cette méthode offre une vue d'ensemble des métabolites présents dans un extrait ou une fraction. Couramment utilisée à chaque étape de purification pour le suivi et le contrôle, elle permet une vérification rapide et efficace de la pureté d'un composé, à condition que les paramètres expérimentaux soient bien maîtrisés. [125].

II.7.2.2.2 Chromatographie sur colonne C. C :

La chromatographie sur colonne (C.C) se distingue des autres techniques chromatographiques principalement utilisées pour l'analyse ou la purification de petites quantités de substances, par son caractère préparatif. Elle permet non seulement de séparer les constituants d'un mélange, mais aussi de les isoler à partir d'échantillons pouvant peser plusieurs grammes, ce qui en fait une méthode adaptée au traitement de quantités plus importantes. [126].

II.7.2.2.3 La chromatographie sur papier Wattman :

Cette technique de séparation repose sur le principe de répartition des composants d'un extrait entre deux phases : une phase stationnaire et une phase mobile. La phase stationnaire est constituée d'eau absorbée ou fixée sur la cellulose du papier, tandis que la phase mobile est généralement un mélange de solvants organiques très polaires et d'eau. Les différentes substances du mélange se déplacent à des vitesses différentes selon leur affinité pour l'une ou l'autre des phases. Cette méthode est surtout utilisée pour séparer, et parfois purifier, de petites quantités de produits, en une ou deux dimensions. [124].

II.7.2.3 Sublimation :

La sublimation est une excellente méthode pour obtenir de petits cristaux d'une grande pureté [127].

La sublimation en gradient est particulièrement reconnue comme la méthode la plus couramment utilisée pour purifier les semi-conducteurs organiques. En effet, la majorité de ces composés présentent une faible solubilité dans les solvants organiques classiques et ne passent pas par une phase liquide à la pression atmosphérique ou à des pressions inférieures. [128-130].

L'élimination des impuretés du matériau cible est obtenue par leur dépôt séparé sur la région détachée, qui est dérivée d'un gradient de température constant le long du long tube de sublimation [131].

La purification des substances par sublimation est une méthode qui gagnerait à être davantage utilisée. Comparée à la cristallisation, elle présente l'avantage de limiter les pertes de matière tout en éliminant souvent plus efficacement les impuretés. De plus, la sublimation peut être préférée à la distillation dans certains cas, notamment lorsqu'elle s'effectue à des températures plus basses, ce qui réduit considérablement le risque de décomposition, surtout si la température est soigneusement contrôlée [132].

II.7.3 Facteurs influençant le choix de la méthode

- La nature de la substance (solide, liquide, gaz).
- Le degré de pureté requis.
- Les propriétés physiques et chimiques des composants (par exemple, la solubilité et le point d'ébullition).
- Les capacités disponibles (équipement et techniques).

Chapitre III :

MATERIELS ET PROTOCOLES EXPERIMENTAUX

Listes matérielles

1. Matériels :

Cette étude a été entièrement réalisée au laboratoire de génie des procédés, sous la supervision du professeur Ladjel Segni, au centre de recherche scientifique Pôle 03 de l'Université Kasdi Merbah Ouargla.

2. L'objectif :

C'est la mise au point d'une méthode d'extraction d'un bioédulcorant des feuilles de la plante de *stévia*

3. Matériels et produits chimiques utilisés :

Tableau 7: Matériels et produits

Matériels et produits	Produits chimiques
<ul style="list-style-type: none"> • Feuilles de stévia • Balance • Broyeur • Extracteur soxhlet • Plaque chauffante • Appareil évaporateur rotatif • Appareil Lyophilisateur • Lampe UV • Spectre UV visible • Système de filtration sous vide • Pompe à vide • Entonnoir • Bécher • Erlenmeyer 	<ul style="list-style-type: none"> • Ether • Eau distillée • Chaux éteinte classique • Charbon actif • CaCl₂ • Ethanol absolue 96%

4. Plan d'extraction

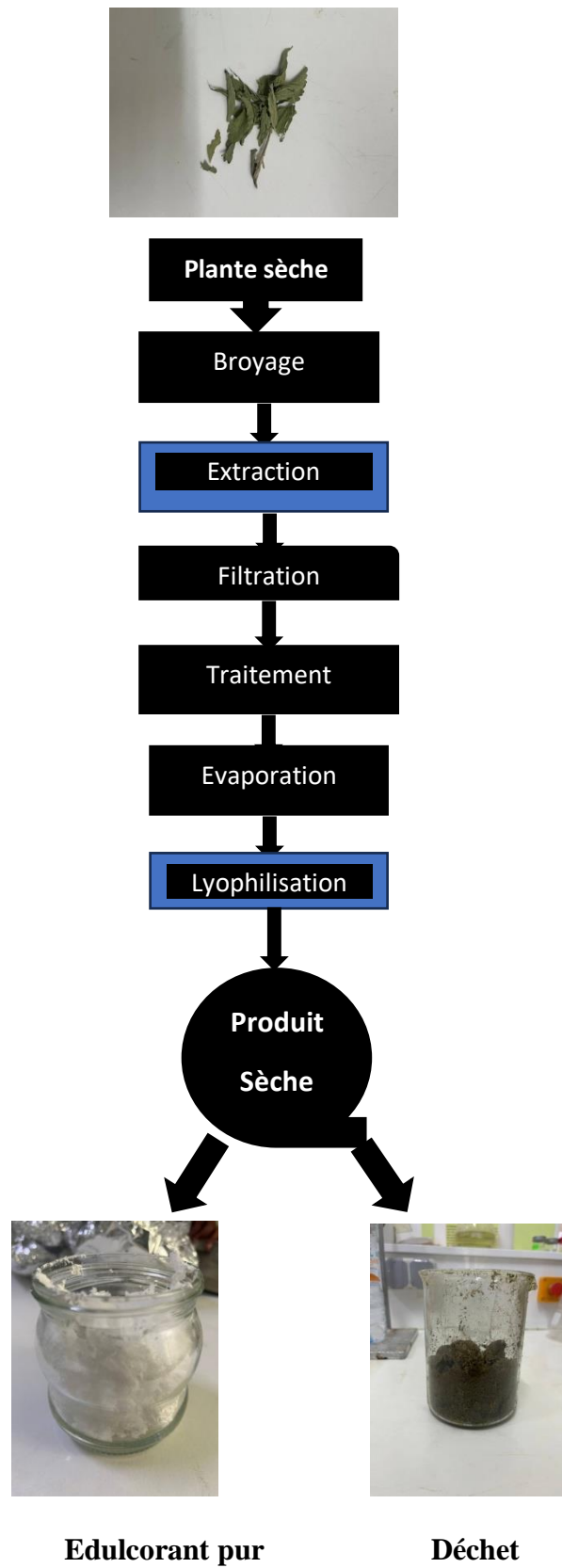


Figure 14: différents étapes d'extraction (Photos originale)

5. Protocole expérimental :

5.1 Séchage :

Les feuilles de *stévia* sont séchées à l'air libre et à l'ombre pour préserver leurs composés actifs ; Une fois bien sèches, elles sont prêtes pour extraction.

5.2 Broyage des feuilles de stévia :

Une quantité de 100g de feuilles séchées est broyées finement pour augmenter la surface de contact avec les solvants lors de l'extraction et pour réduire la taille des particules des feuilles de stévia. Cette étape facilite la libération des édulcorants et améliore l'efficacité du processus d'extraction.



Figure 15: broyage des feuilles

5.3 Extraction :

On place la poudre de *stévia* dans un appareil Soxhlet, où l'éther circule de manière continue pour dissoudre et éliminer certains pigments (chlorophylle) et les impuretés (soluble dans l'éther). Après l'élimination des pigments, la poudre de *stévia* est placée dans de l'eau chaude pour extraire les glycosides de stéviol. Pendant cette étape, les édulcorants se dissolvent dans l'eau.

5.3.1 Avantages de l'extraction liquide-solide :

Par rapport à l'extraction liquide-liquide, l'extraction solide-liquide présente plusieurs

Avantages notables :

- La rapidité (pas de longue agitation et la séparation des phases s'effectuent par simple filtration)
- Haute sélectivité par un choix large d'échangeurs d'ions,
- Economique et moins polluante (pas de consommation de solvants organiques),
- Facilité de la régénération de la phase solvant [74]

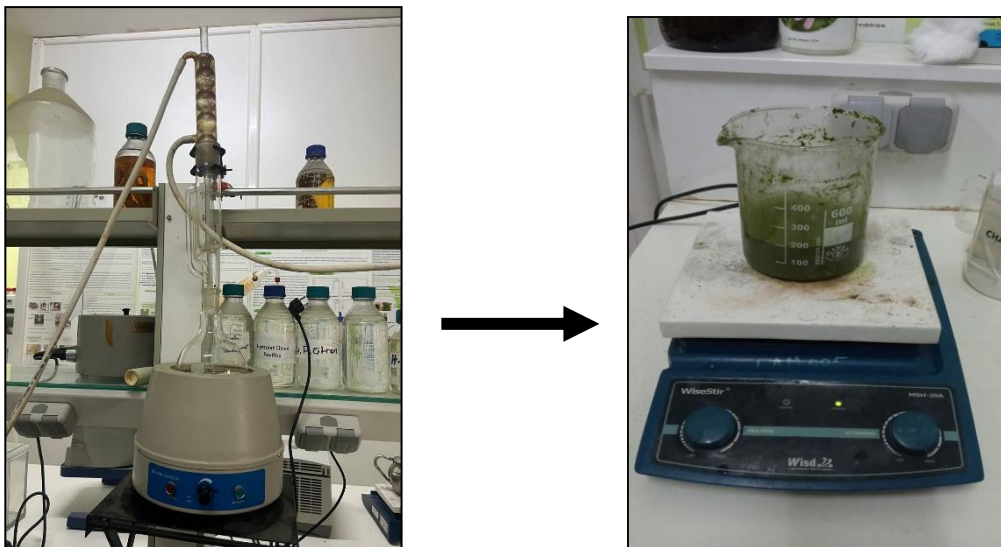


Figure 16: Extraction (labo LGP-Univ-Ouargla)

5.4 Filtration (séparation de l'eau et de la poudre de *stévia*) :

Une filtration est réalisée pour séparer le liquide contenant les édulcorants de la matière solide (poudre de *stévia*)



Figure 17: Photos Filtration sous vide (LGP-Univ-Ouargla)

5.5 Traitement :

Ensuite, des agents purifiants sont utilisés successivement pour éliminer les impuretés.

5.6 Evaporation :

L'extrait obtenu contient encore une grande quantité d'eau. Un évaporateur rotatif est utilisé pour éliminer l'eau par évaporation sous vide, ce qui permet de concentrer l'extrait sans dégrader les glycosides de stéviol



Figure 18: Photo Evaporateur rotatif (LGP-Univ-Ouargla)

5.7 Lyophilisation :

Pour stabiliser le produit, on ajoute de l'éthanol avant de le soumettre à un processus de lyophilisation. La lyophilisation consiste à congeler l'extrait et à éliminer l'eau par sublimation sous vide, ce qui permet d'obtenir une poudre blanche sèche et pure, Ce produit final est prêt à être utilisé comme édulcorant naturel.



Figure 19: Lyophilisateur (LGP-Univ-Ouargla)

La lyophilisation utilise le principe du diagramme de phase de l'eau pour faire passer l'eau de l'état solide à l'état gaz (**Opération de sublimation**). **Figure 20**

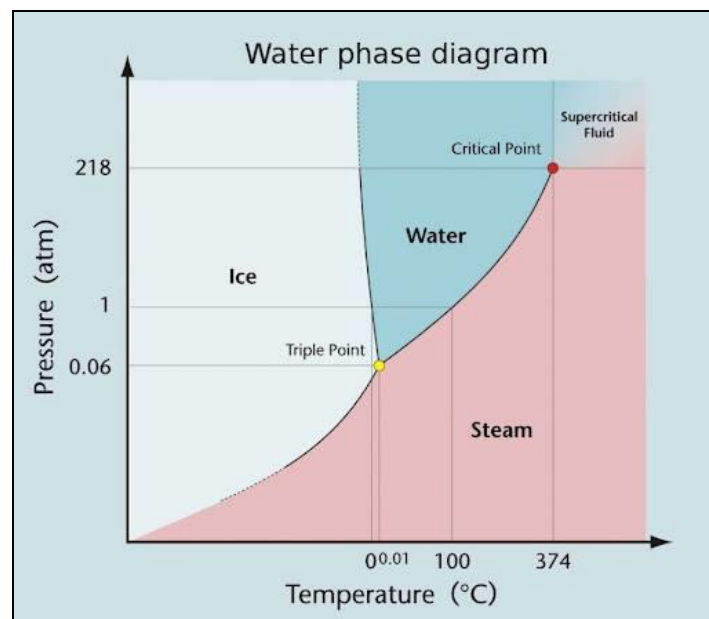


Figure 20: Diagramme de phase de l'eau.

5.7.1 Explication du diagramme de phase :

Le diagramme de phase de l'eau montre la relation entre la pression, la température et les trois états de la matière (solide, liquide et gazeux). Ses caractéristiques de base comprennent le point triple, où les trois états sont en équilibre à 0.01°C et 0,06 pression atmosphérique, et le

point critique à 374 °C et 218 pressions atmosphériques, où l'eau devient un fluide supercritique, ce qui signifie qu'il n'y a pas de différence entre le liquide et la vapeur. Le diagramme montre également la ligne de phase, où l'une représente la fusion entre la glace et l'eau, et l'autre l'ébullition entre l'eau liquide et la vapeur, ce qui aide à comprendre les changements de phase dans les applications pratiques.

Résultats et Discussions

Caractérisation :

1. Propriétés organoleptiques :

Chaque extrait est caractérisé par ses propriétés organoleptiques telles que la couleur et le goût.

Le Goût : Très très sucrés

La couleur : blanche neige



Figure 21: Sucre de stévia

2. Le rendement :

Le rendement est exprimé en pourcentage (%), calculé par la formule suivante :

$$R = \left(\frac{m_o}{m_s} \right) \times 100$$

R: rendement de sucre stévia

ms: Masse plante sèche = 100g

mo : Masse produit obtenu = 5g

$$\text{Rendement} = 50 \text{mg/Kg}$$

3. pH :

On a mis quelques gouttes de solution d'édulcorant sur du papier pH, après le changement de la couleur du papier on la compare avec une gamme de couleurs qui varient de 1- 14.



Figure 22: Détermination du pH

4. Structure Chimique :

La formule brute de Stévio-glucoside : $C_{38}H_{60}O_{18}$

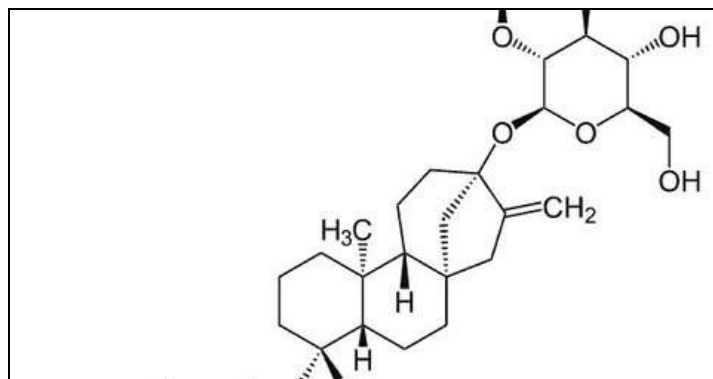


Figure 23: structure chimique de stévio glucoside

5. L'aspect physique :

L'aspect d'un extrait dépend des produits qui le constituent, les quels peuvent se Présenter sous forme solide, liquide

6. La Détection sur CCM :

6.1 lampe UV :

Les lampes UV sont essentielles dans la chromatographie, notamment pour la visualisation des spots sur les plaques de chromatographie sur couche mince (CCM). Elles émettent généralement des rayonnements à 254 nm et 367 nm, permettant de détecter les substances fluorescentes ou absorbantes sur la plaque. La lampe UV est souvent utilisée avec une chambre d'observation pour protéger l'utilisateur des radiations UV et améliorer la visibilité des résultats. Les plaques fluorescentes CCM, comme celles en gel de silice, apparaissent vertes sous UV, tandis que les substances absorbant les UV apparaissent sombres

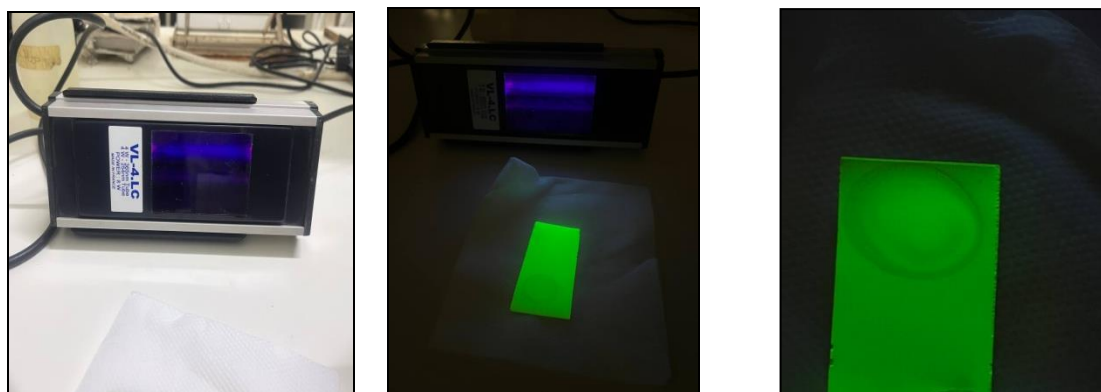


Figure 24: Identification de la pureté de l'échantillon sous lampe UV

Le résultat de l'expérience montre l'apparition d'un seul anneau (spot), ce qui prouve que le produit est pur.

6.2 Spectre UV visible :

La spectroscopie UV-Visible est une technique analytique qui mesure l'absorption de la lumière entre 200 et 800 nm pour identifier et quantifier des substances. En analysant les transitions électroniques des molécules, elle permet d'étudier des composés en solution, des biomolécules et des matériaux. Un spectrophotomètre enregistre l'absorption à différentes longueurs d'onde, fournissant des informations sur la concentration et la structure des échantillons.

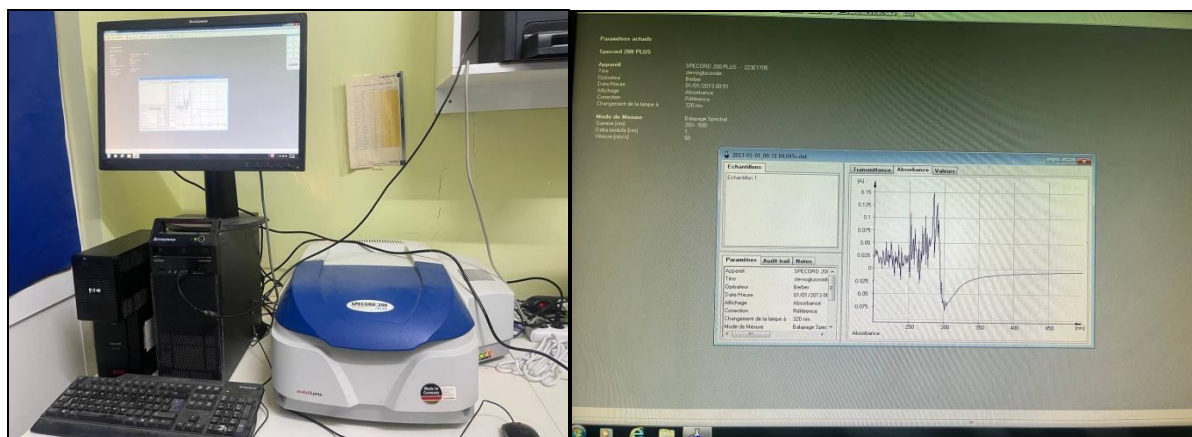


Figure 25: L'appareil de chromatographie

Aucune bande d'absorption n'a été observée dans la région visible (400-700 nm), confirmant que l'échantillon est incolore et ne contient pas de chromophores responsables de coloration.

7. Le point de fusion :

Le point de fusion, également appelé température de fusion, est la température à laquelle un matériau passe de l'état solide à l'état liquide. Pour les substances pures, cette transition se produit à une température précise et constante à pression donnée. Le point de fusion est une propriété physique importante utilisée pour caractériser et identifier les substances, ainsi que pour vérifier leur pureté



Figure 26: Appareil à point de fusion de banc koffler

Tableau Récapitulatif les Résultats obtenus :**Tableau 8** : les résultats obtenus

Couleur	Blanche neige
Ph	5-6
Rendement	5%
Aspect	Solide
Masse molaire	804,87
Point de fusion	198 c°
Pouvoir sucrant	300 fois saccharose
La formule brute de stevio-glucoside	$C_{38}H_{60}O_{18}$

Les résultats précédents ont montré les points les plus importants, notamment : nous avons obtenu un rendement de 5% (50mg/kg), ce rendement est important en comparaison avec d'autre tel que la betterave sucrière.

La couleur blanc neige est un bon indicateur de pureté. Elle montre que les étapes de traitement et purification ont efficacement éliminé les impuretés et les pigments présents dans les feuilles de stévia

Le produit final est décrit comme "très très sucré", ce qui confirme la présence des glycosides de stéviol, connus pour être 200 à 300 fois plus sucrés que le saccharose.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion Générale :

L'objectif de notre travail c'est de mettre au point une méthode d'extraction d'un bio édulcorant des feuilles de la plante de stévia.

Les édulcorants jouent un rôle clé dans la santé, l'industrie et l'environnement. Ils permettent de réduire la consommation de sucre, aidant ainsi à prévenir l'obésité, le diabète et les maladies cardiovasculaires. Très présents dans l'industrie agroalimentaire, ils répondent à une forte demande pour des produits allégés et naturels, comme la stévia. Leur production plus durable et leur faible empreinte écologique en font une alternative avantageuse au sucre traditionnel. Ainsi, les édulcorants contribuent à une alimentation plus saine et à un développement économique et environnemental durable.

Pour l'obtention de l'édulcorant, on a adapté une méthode développée au sein de notre laboratoire de recherche .Elle nous a permis d'obtenir notre édulcorant avec un rendement (5%) et de meilleure qualité. C'était confirmé par les analyses effectuées.

Nous espérons que les résultats de ce travail de mémoire seront exploités et appliqués à l'échelle industrielle dans un futur avenir.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques :

[1] Mitchell, H. (Ed.). *Sweeteners and sugar alternatives in food technology*. John Wiley & Sons 2008 .

[2] Khan, T. A., Lee, J. J., Ayoub-Charette,. *WHO guideline on the use of non-sugar sweeteners: a need for reconsideration*. European Journal of Clinical Nutrition, 2023, 77(11), 1009-1013.

[3] Clifford, J., Maloney, K., Anderson, J. *Sugar and sweeteners*. Fact sheet (Colorado State University. Extension). Food and nutrition series, 2016, (9.301).

[4] Battault S, Pallot F, Risdon S. *Édulcorants: mécanismes d'action, effets sur le comportement alimentaire et le contrôle glycémique*. Médecine des Maladies Métaboliques. 2022 Oct 1;16(6):527-36.

[5] Ouail KA, Mehdi CH, Nedjem Eddine CHOUIEB S : *La toxicité des édulcorants alimentaires* , mémoire fin d'étude , Présenté pour l'obtention du diplôme de Docteur en Pharmacie, Université Constantine 3 , 2023

[6] Clarisse M, Di Vetta V, Giusti V. *Edulcorants : entre mythe et realite*. *Revue médicale suisse*. 2009 Mar 25;5:682-6

[7] Thines AC. *La Place de Stevia rebaudiana au sein des édulcorants d'origine naturelle* . (Doctoral dissertation, UHP-Université Henri Poincaré) 2001.

[8] Bruker-Ballu, C., Brançon, D., Galand, N., Viel, C. *Des sucres naturels aux édulcorants de synthèse* . *Actualite Chimique*, 2000,(11), 28)

[9] Moriniaux, V. *Les édulcorants : une autre histoire du sucré, une nouvelle étape dans l'histoire du sucre?* ,2014,Page (134-146).

[10] Wagner, V . *De Stevia rebaudiana la Stévia : Parcours chaotique de « herbe sucrée » parmi les édulcorants* . 2012, Thèse de doctorat, université de Lorraine page 84-142

[11] Boussadia B, Younessi B, Zaimen A. *Risques toxicologiques des additifs alimentaires dans la wilaya de Jijel* , (Doctoral dissertation, Université de Jijel).2022

[12] ELATYQY M. *Additifs alimentaires*. Azaquar. Com. 2005

Références Bibliographiques

- [13] MARCHAND M. Les édulcorants, maison IABD Wallonie picarde, maison de l'association Belge du diabète.) 2009
- [14] Monnier, L., Colette, C. *Les édulcorants : Effets métaboliques et sur la santé : Sweeteners: Metabolic effects and health considerations* . Médecine des maladies Métaboliques, 2010, 4(5), 537-542.
- [15] MASSIN D. P. et BELLISTE F. *Les édulcorants intenses, considérations toxicologiques et pondérales*, Lettre scientifique de l'IFN, conférence, institut français pour la nutrition. (2007).
- [16] Amouyal C, Andreelli F. *Effets métaboliques des édulcorants*. Réalités en nutrition et en diabétologie. 2012 Sep;41:25-8.)
- [17] Schlienger JL. *Les édulcorants de masse ou de charge ont-ils leur place dans l'alimentation chez le patient diabétique ?* Médecine Des Maladies Métaboliques. 2013 Oct 1;7(5):483-7-8)
- [18] Parent-Massin D. LETTRE SCIENTIFIQUE de l'Institut Français pour la Nutrition. *Les édulcorants intenses: considérations toxicologiques et pondérales*. 2007(17):1629-0119.
- [19] Carocho M, Morales P, Ferreira IC. *Sweeteners as food additives in the XXI century: A review of what is known, and what is to come*. Food and Chemical Toxicology. 2017 Sep 1;107:302-1-17.
- [20] LINDEN G. et LORIENT D. Biochimie agroalimentaire, Milan Barcelone ED Masson, (1994).
- [21] Sardesai VM, Waldshan TH. *Natural and synthetic intense sweeteners*. The Journal of Nutritional Biochemistry. 1991 May 1;2(5):236-44.
- [22] Schlienger JL. *Turbulences autour des édulcorants intenses* . Médecine des Maladies Métaboliques. 2017 Jun 1;11(4):353-8.
- [23] DERBAL.K & NAIDJI.I, *Substitution du saccharose (sucre blanc) par les édulcorants chez les diabétiques de type 2*, mémoire présenté pour l'obtention du diplôme de master académique, Université de M'sila , 2022,
- [24] COUTIN F. et MIGNON L. *Edulcorants, aliments light ou allégés*, AFDN association française des diététiciens nutritionnistes, contact presse Bvconseil santé. (2009).
- [25] Dhurandhar D, Bharihoke V, Kalra S. *A histological assessment of effects of sucralose on liver of albino rats*. Morphologie. 2018 Sep 1;102(338):197-204.

Références Bibliographiques

- [26] Risdon S. *Consommation d'édulcorants intenses non-caloriques et santé cardiometabolique: effets sur le contrôle glycémique et la fonction vasculaire chez le rongeur*, Doctoral dissertation, Université d'Avignon, mars 2021, p :11
- [27] Geuns JM. *Stevioside* . Phytochemistry. 2003 Nov 1;64(5):913-21.
- [28] Kinghorn AD, Soejarto DD. *Current status of stevioside as a sweetening agent for human use*. Economic and medicinal plant research/edited by H. Wagner, Hiroshi Hikino, Norman R. Farnsworth. 1985.
- [29] PRÉVOST V, LANGRAND C, VIDAL J. *L'aspartame : un édulcorant intense*. Bulletin de l'union des professeurs de physique et de chimie. 2002 Oct p1467
- [30] Bellisle F. *Édulcorants intenses et contrôle du poids Données factuelles 2007*. Médecine. 2007 Feb 1;3(2):70-3.
- [31] LAGANIER M. *Les édulcorants, patriciens agenda petites annonces forum livres*, copyright alternative santé l'impatient (2003).
- [32] Abe Bakal and Penny Cash, ABIC, *Sweetening the Pot. Prepared Foods*, International Consultants Inc. 2006, 55-58
- [33] Jun Hyeon Jo, Sunjoo Kim, Tae Won Jeon, *Investigation of the regulatory effects of saccharin on cytochrome p450s in male ICR mice*, Toxicol. Res.2017, 33, 1, 25-30.
- [34] Lyn O'Brien Nabors: *Alternative Sweeteners*,. Auflage, CRC Press. 2012, 4, 151-157
- [35] Mahmood AA, Al-Juboori SB. A Review: *Saccharin Discovery, Synthesis, and Applications*. Ibn AL-Haitham Journal For Pure and Applied Sciences. 2020 Apr 20;33(2):43-61.
- [36] von Rymon Lipinski GW, Hanger LY. *Acesulfame K*. FOOD SCIENCE AND TECHNOLOGY-NEW YORK-MARCEL DEKKER-. 2001 Jun 8:13-30.
- [37] Nelson AL. *Sweeteners: alternative*. 2000 Jun 2.p :5-20
- [38] Silva, S.M.B.D.; Santos, C.F.D. Medicamentos pediátricos e risco de cárie: Uma revisão TT—Pediatric medicines and caries risk: A review. Rev. Fac. Odontol. Bauru 1994, 2, 15–21
- [39] KRUTOSIKOVA A. et UHER M. *Natural and synthetic sweet substances*. Ellis Horwoo, 1992.

Références Bibliographiques

- [40] BEAUREGARD J. Encyclopédie *,visuelle des aliments*, édition Québec Amérique, guide pratique de l'alimentation. (2009).
- [41] Lemordant D. *Le sucre, les sucres, les édulcorants: leurs diverses utilisations*. Journal d'agriculture traditionnelle et de botanique appliquée. 1988;35(1):152
- [42] Rabie BENYAHOU, *L'étiquetage et la traçabilité des quelques denrées alimentaires édulcorés commercialisés dans la commune de Biskra*. mémoire présenté pour l'obtention du diplôme de master académique, université de Biskra, 2019.
- [43] Toews I, et al. *Association between intake of non-sugar sweeteners and health outcomes: systematic review and meta-analyses of randomised and non-randomised controlled trials and observational studies*. 2019, BMJ 364:k4718.
- [44] Rogers PJ, et al. *Does low-energy sweetener consumption affect energy intake and body weight? A systematic review, including meta-analyses, of the evidence from human and animal studies*. International Journal of Obesity, 2016, 40:381–394.
- [45] Chukwuma CI, Islam MS, *Effects of xylitol on carbohydrate digesting enzymes activity, intestinal glucose absorption and muscle glucose uptake: a multi-mode study*. Food Funct , 2015 ,6:955–962
- [46] Seino Y, Taminato T, Inoue Y, *Xylitol: stimulation of insulin and inhibition of glucagon responses to arginine in man* . J Clin Endocrinol Metab , (1976) ,42:736–743
- [47] Woelnerhanssen BK, Cajacob L, Keller N et al, *Gut hormone secretion, gastric emptying and glycemic responses to erythritol and xylitol in lean and obese subjects*. Am J Physiol Endocrinol Metab , 2016 , 310:E1053-E1061
- [48] Maira Segura-Campos , Enrique Barbosa-Martín , Ángel Matus-Basto, *Comparison of chemical and functional properties of Stevia rebaudiana (Bertoni) varieties cultivated in Mexican Southeast* . American Journal of Plant Sciences, 2014. 5(03), 286
- [49] Ruiz-Ojeda, F.J.; Plaza-Díaz, J.; Sáez-Lara. *Effects of Sweeteners on the Gut Microbiota: A Review of Experimental Studies and Clinical Trials*. Adv. Nutr. 2019, 10 (Suppl. S1), S31–S48
- [50] Sanyolu, A.; Marinkovic, A.; Gosse, J. *Artificial Sweeteners and Their Association with Diabetes: A Review*. J. Pub. Health Catalog. 2018, 1, 86–88

Références Bibliographiques

- [51] Tec & Doc Lavoisier , *Connaissance des aliments bases alimentaires et nutritionnelles de la diététique* ; Édition : 3e édition. Collection : BTS diététique. 2005. 614 p
- [52] Natasha Wiebe, Raj Padwal, Catherine Field. *systematic review on the effect of sweeteners on glycemic response and clinically relevant outcomes* . Wiebe et al. BMC Medicine 2011, 9:123. Page:15
- [53] Ebbeling, C.B.; Feldman, H.A.; Steltz, S.K.; *Effects of Sugar-Sweetened, Artificially Sweetened, and Unsweetened Beverages on Cardiometabolic Risk Factors, Body Composition, and Sweet Taste Preference: A Randomized Controlled Trial*. J. Am. Heart Assoc. 2020, 9, e015668.
- [54] J. Goudable. *Les édulcorants intenses : utiles pour lutter contre l'obésité ?*. Obésité (2011) 6:212-217. Page : 214_215
- [55] Pang, M.D.; Goossens, G.H.; Blaak, E.E. *The Impact of Artificial Sweeteners on Body Weight Control and Glucose Homeostasis* . Front. Nutr. 2020, 7, 598340.
- [56] Jentjens RL, Jeukendrup AE , *Effects of pre-exercise ingestion of trehalose, galactose and glucose on subsequent metabolism and cycling performance*.2003 , Eur J Appl Physiol 88:459–465
- [57] Laffitte, A.; Neiers, F.; Briand, L. *Functional Roles of the Sweet Taste Receptor in Oral and Extraoral Tissues* . Curr. Opin. Clin. Nutr. Metab. Care 2014, 17, 379–385.
- [58] Munger, S.D. *A Bitter Tale of Sweet Synergy*. Cell Chem. Biol. 2017, 24, 1191–1192
- [59] Jentzer JB. *Etude d'un procédé d'extraction en continu des glycosides de stéviol à partir des feuilles de Stévia (Stevia rebaudiana Bertoni)* Doctoral dissertation, Institut National Polytechnique de Toulouse-INPT , novembre 2015 .
- [60] Rachel Reiff Ellis, Kristin Mitchell ,WebMD ,Food & recipes , October 2023
- [61] Suweesha A. *Stevia rebaudiana review on agricultural, chemical and industrial applications*. Journal of Nature and Applied Research, (2021). 1(1), 14-27.
- [62] Beroual Cheima, Berima Sawab ,*Evaluation de la valeur nutritionnelle des feuilles de Stevia rebaudiana cultivée en Algérie* , mémoire présenté pour l'obtention du diplôme de master académique, Université Constantine 1 Frères Mentouri ,2024
- [63] carole wolferman , *passeport sante*, plantes supplements,19/12/2024

Références Bibliographiques

- [64] Ranjan, R., Jaiswal, J., & Jena, J. *Stevia as a natural sweetener*. International Journal of Research in Pharmacy and Chemistry, 2011 , 1(4), 1199-1202.
- [65] Midmore, D. J., & Rank, A. H.. *A new rural industry-Stevia-to replace imported chemical sweeteners* (pp. 1-23). Wagga Wagga, Australia: Rural Industries Research and Development Corporation, 2002
- [66] Soejarto, D.D. *Ethnobiology of Stevia and Stevia rebaudiana*. In *Stevia the genus Stevia (Medicinal and Aromatic Plants Industrial Profiles)*, ed. A.D. Kinghorn, 40367, New York: Taylor and Francis. 2002
- [67] Ahmad, J., Khan, I., Blundell, R.,. *Stevia rebaudiana Bertoni: an updated review of its health benefits, industrial applications and safety*. Trends in Food Science & Technology, 100, 2020 , 177-189.
- [68] Chen, J., Xia, Y., Sui, X., . *Steviol, a natural product inhibits proliferation of the gastrointestinal cancer cells intensively*. Oncotarget ,2018, 9(41), 26299.
- [69] Goyal, S. K., Samsher, & Goyal, R. K. *Stevia (Stevia rebaudiana) a bio-sweetener: a review*. International journal of food sciences and nutrition, (2010). 61(1), 1-10.
- [70] Mlle Hamsi nouria, , *Contribution à l'étude de l'optimisation de l'extraction solide-liquide des lipides par Soxhlet du caroubier (Ceratonia siliqua) de la région de Tlemcen*, Mémoire Pour l'obtention du diplôme de master , Université de Tlemcen ,2013
- [71] Petko Ivanov Penchev : *Étude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions* , En vue de l'obtention du doctorat de l'Université de Toulouse ,2010 .
- [72] Sališová, M., Toma, Š. et Mason, T. J. *Comparison of conventional and ultrasonically assisted extractions of pharmaceutically active compounds from Salvia officinalis*. Ultrasonics sonochemistry, 1997, volume 4, numéro 2, p. 131-134.
- [73] Wang, L. et Weller, C. L. . *Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants*. Trends in Food Science & Technology, 2006, volume 17, numéro 6, p. 300-312.
- [74] Mouedden Khadidja , *Extraction liquide-solide de l'ion cadmium par la résine Lewatit TP 208* , Mémoire Pour l'obtention du diplôme de master , Université de Tlemcen , 2014 .
- [75] Derouiche Chaima , Hebbel Kharfia. *étude expérimental l'équilibre thermodynamique des système ternaires eau-alcool solvant* . Mémoire Pour l'obtention du diplôme de master . Université Echahid Hamma Lakdhar-EL-Oeud 2019

Références Bibliographiques

- [76] Necir Zineb, Baba arbi Rahima : *Etude expérimental d'équilibre liquide-liquide d'un système chimique* , . Mémoire Pour l'obtention du diplôme de master , universite kasdi merbah ouargla 2019
- [77] Bourguet E., Auge C. *Les techniques de laboratoire: Purification et analyse des composés organiques* . Chap. 2: L'extraction; Chap. 5: La chromatographie. Ellipses Edition Marketing S.A., 2008: 19-27; 77-96.
- [78] Mahuzier G., Hamon M., Ferrier D. Chimie analytique. *Méthodes de séparation* .Tome 2. 3ème édition. Masson, Paris, 1999: 1-312
- [79] Cusack RW., Glatz DJ., Chem. Eng., July 1996, 94-103.
- [80] OUAHAB Mourad : *Etude stoechiométrique de la réaction d'extraction du Nickel (II) par le mélange HSA / 1-octanol*, Mémoire Pour l'obtention du diplôme de master, université de biskra ,2014
- [81] P. Nam, S. Kapila, Q. Liu, "Solvent extraction and tandem dechlorination for decontamination of soil," vol. 43, no. 4-7, pp. 485-491, 2001.
- [82] I. BELBACHIR : *Extraction liquide-solide de Samarium(III) par la résine chelex100*, Mémoire Pour l'obtention du diplôme de master , université de Tlemcen, 2014.
- [83] Besombes, C : *Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydro-thermomécanique d'herbes aromatiques*, Applications généralisées. Thèse de Doctorat , Université de La Rochelle. France (2008)
- [84] Marie Elisabeth LUCCHESI., *Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles*. doctoral dissertation , Université de La Réunion, 2005
- [85] El Haib A, *valorisation de terpenes naturels issus de plantes marocaines par transformations catalytiques*, doctoral dissertation , Université Toulouse, 2011, p : 4-12
- [86] Pierre M., Lis .M : *Secrets des plantes*. Editions Artemis, Paris, (2007) 1: 463
- [87] Mr Azzouz Abdelhak : *Optimisation des conditions d'extraction assistée par Ultrason des polyphénols de la plante Ephédra*, Mémoire Pour l'obtention du diplôme de master en chimie , université abou-bekr belkaid – tlemcen ,2021
- [88] Hubert, R. *Epices et aromates*. Edition Tec & Doc, Lavoisier (1992)., France.
- [89] Inoue, T., Tsubaki, S., Ogawa, B, *Isolation of hesperidin from peels of thinned Citrus unshiu fruits by microwave-assisted extraction*. Food chemistry. 2010. 123,542-547.
- [90] Florent, D. *Caractérisation de nouvelles molécules et variabilité chimique de trois plantes du continuum Corsesar daigne: Chamaemelummixtum, Anthemismaritima et*

Références Bibliographiques

Eryngiummaritimum . Thèse de doctorat en Chimie. Université de corse-pascal paoli : 234. (2011).

[91] Anizon JY, Lemaire B, Surbled M. *Extraction assistée par micro-ondes*. Techniques de l'Ingénieur. Agroalimentaire (France). 2003(3060).

[92] ELHADDAD Salah : *Les extraits des plantes médicinales*, Mémoire Pour l'obtention du diplôme de master , université de Mostaganem, 2014.

[93] Mark F "*Supercritical Fluid Extraction: Principles and Practice*" - Vitha. Édition : CRC Press, 1998.

[94] Ghitescu, R. E., Volf, I., Carausu, C.: *Optimization of ultrasound-assisted extraction of polyphenols from spruce wood bark*. Ultrasonics Sonochemistry. (2015), 22, 535–541.

[95] Toma, M., Vinatoru, M., Paniwnyk, L . *Investigation of the effects of ultrasound on vegetal tissues during solvent extraction*. Ultrasonics Sonochemistry 2001, 8(2), 137-142.

[96] Leybros, J. and P. Frémeaux "*Extraction solide-liquide aspects théoriques*." techniques de l'ingénieur, (1990). Traité Génie des procédés J1 077 06

[97] Groubert, A. *Techniques d'extraction végétale*. (1984). Montpellier, pharmacie

[98] Allia chennouf et Salsabilben bahi : *Élimination des Hydrocarbures du Sol : une Étude Comparative*, , Mémoire Pour l'obtention du diplôme de master ,université de ouargla ,2024

[99] Vigneron, M. *Fractionnements par solvants*. Paris, VIGOT Frères (1954).

[100] Jentzer JB. *Etude d'un procédé d'extraction en continu des glycosides de stéviol à partir des feuilles de Stévia (Stevia rebaudiana Bertoni)* (Doctoral dissertation, Institut National Polytechnique de Toulouse-INPT).,novembre 2015

[101] A. Talidi A, *Etude de l'élimination du chrome et du bleu de méthylène en milieu aqueux par adsorption sur la pyrophyllite traité et non traité*, Thèse doctorat, Université Mohammed V-Agdal Rabat(2006).

[102] Tessaoui .M, *Élimination d'un colorant basique par charbon actif préparé*, Mémoire Pour l'obtention du diplôme de master , Abdelhamid ibn badis Mostaganem (2022).

[103] O.abderrahim: *Etude de l'extraction liquide-solide de différents métaux par des résines imprégnées de D2EHPA/TOPO et par l'acide polyéthylèneimineméthylénephosphonique*, Thèse de doctorat ,Université de Tlemcen, 2006.

[104] alexia bernard ,Perfect health solutions, *la chélation pour éliminer les métaux lourds*, 15 septembre, 2021

[105] Savage, N., & Diallo, M. S. *Nanomaterials and water purification: opportunities and challenges*. Journal of Nanoparticle research (2005). , 7, 331-342.

Références Bibliographiques

- [106] Roy, A.: *A review of general and modern methods of air purification*. Journal of Thermal Engineering (2019), 5(2), 22-28
- [107] BOUSNINA Assia SEDDIK Soulef : *Traitement physico-chimiques et biologiques des eaux brutes contaminées par des colorants* , Mémoire Pour l'obtention du diplôme de master , 2020.
- [108] Ghrieb, A. : *Etude pratique de la filtration d'une eau chargée de bentonite par filtre presse à cadres et à plateaux* , Mémoire Pour l'obtention du diplôme de master , université de Guelma 8 mai 1945 , (2014).
- [109] Tien, C. *Principles of filtration*. Elsevier. (2012).
- [110] Jean FOUQUEY, *Les traitements Par Filtration*. 2007
- [111] García Sánchez, E : *Les techniques de distillation de l'eau de rose à al-Andalus*. Parfums d'Orient, textes réunis par Rika Gyselen (Res orientales. - Vol. XI). (1998). pp. 125
- [112] Henri Boyé « *Eau, énergie, dessalement et changement climatique en Méditerranée* ». Conseil général de l'Environnement et du Développement Durable Ministère de l'Ecologie, de l'Energie, du Développement Durable et de l'Aménagement du Territoire, France (2008)
- [113] Bousnane halima , Doula aya : *Séparation d'un mélange issu d'une culture de la souche Aspergillus tubingensis par catalyse enzymatique suivie d'une distillation* Mémoire Pour l'obtention du diplôme de master , université frères mentouri constantine 2022
- [114] Costet-Deiber, N. *Effets sanitaires de l'exposition aux sous-produits de chloration de l'eau*, (Doctoral dissertation, Université de Rennes) 2013.
- [115] Ghernaout, D, *Water , treatment chlorination: An updated mechanistic insight review*. Chemistry Research Journal, 2017, 2(4), 125-138.
- [116] Alouane Baslimane, Youcef Babeker Abdellah : *étude et simulation d'un évaporateur a simple effet pour le dessalement de l'eau de mer* Mémoire Pour l'obtention du diplôme de master , université d'om el Bouaghi , 2015,
- [117] Gaidhani, K. A., Harwalkar, M., Bhambere, D.: *Lyophilization/freeze drying—a review* World J. Pharm. Res, (2015). 4(8), 1907.
- [118] Bogdani E, *Étude expérimentale et optimisation du procédé de lyophilisation de l'ibuprofène en milieu organique* (Doctoral dissertation, Université Claude Bernard-Lyon I).2011

Références Bibliographiques

- [119] GR. Nireesha, L. Divya, : *Lyophilization/Freeze Drying - An Review*’, International journal of novel trends in pharmaceutical sciences, volume 3, 4 oct 2013, Page No 87- 93.
- [120] Grujier J : *la lyophilisation et les enjeux pour les métiers de la santé* .la vague, 2013, N°36, pp .22-23
- [121] Alla, Fadwa. *Développement d'un procédé couplé cryo-concentration/lyophilisation pour l'obtention de poudre de lait*. Diss. Université Claude Bernard-Lyon I ; Université Chouaïb Doukkali (El Jadida, Maroc), 2023. P (31_35)
- [122] Renteria Gamiz, A.G.; Van Bockstal, P.J.; De Meester, S . *Analysis of a pharmaceutical batch freeze dryer: resource consumption, hotspots, and factors for potential improvement*. Dry. Technol. 2019, 37, 1563–1582.
- [123] Dr. MEDJAOUI. I, *Techniques d’analyses Biochimiques et Moléculaire M2*, Université Hassiba Benbouali de Chlef | SNV | Département de Biologie, 2020/2021
- [124] Mahdjar S : *Contribution à l’Etude de la composition chimique de la plante Matricaria pubescent et à l’évaluation de son activité antioxydante* . Mémoire Pour l’obtention du diplôme de master . Université Kasdi merbah Ouargla, 2013.
- [125] Landoulsi A. : *Etude chimiotaxonomique et activités biologiques des métabolites secondaires des plantes du genre Eryngium*. Thèse en cotutelle. L’Université de Lille 2 et L’Université de Tunis El Manar, 2016.
- [126] Benguerba Adlen : *étude phytochimique et de la phase butanolique de l’espece insula crithmoides l*. Mémoire Pour l’obtention du diplôme de master , universite mentouri constantine , 2008
- [127] Abrahamson, E. M. *Apparatus for purification by sublimation*. Analytical Chemistry, (1953), 25(1), 203-203
- [128] H. Klauk (Ed.), *Organic Electronics: Materials, Manufacturing and Applications*, Wiley-VCH, Weinheim (2006)
- [129] W. Brütting (Ed.), *Physics of Organic Semiconductors*, Wiley-VCH, Weinheim (2005)
- [130] S.R. Forrest Chem. Rev., 97 (1997), p. 1793
- [131] Jeon, H. G., Kondo, Y., Maki, S: *highly efficient sublimation purification system using baffles with orifices*. Organic Electronics, (2010), 11(5), 794-800.

Références Bibliographiques

[132] Hortvet, J. *Sublimation and Some of its Applications*. Journal of Association of Official Agricultural Chemists, 8(5), (1925), p562.