

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة أبو بكر بلقايد- تلمسان

Université ABOUBEKR BELKAID – TLEMEN

كلية علوم الطبيعة والحياة، وعلوم الأرض والكون

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, et des Sciences de la Terre et de l'Univers

Département de biologie



MÉMOIRE

Présenté par Mlle:

Hassaine Rawane

En vue de l'obtention du

Diplôme de MASTER

En Physiologie cellulaire et physiopathologie

Thème

**Méthodes d'extraction, de séparation et de purification
des molécules bioactives de la parche de café.**

Soutenu le, devant le jury composé de :

Président : Mme MERZOUK Hafida	Professeur	Université de Tlemcen
Examineur : Mme MALTI Nassima	Maitre de conférences A	Université de Tlemcen
Encadrant : DIDI- BENKELFAT Amel	Maitre de conférence B	Université de Tlemcen

Année universitaire 2020/2021

Dédicace

Je dédie entièrement ce modeste travail à mes piliers, mes exemples, mes premiers supporteurs et ma plus grande force qui m'ont encouragés à achever ce travail convenablement.

Bravo à mes parents qui m'ont soutenu tout au long de cette carrière de 17ans, ma mère Hassaine .S qui a sacrifiée sa vie pour me voir toujours au sommet et à mon père Hassaine .S, Cadre de l'institut National de Boumerdes Promo 82, qui était toujours présent à mes côtés et m'a soutenu afin de vivre ce jour.

Je dédie mon mémoire à :

Mon cher grand père Omar, j'aurais tellement souhaité vous voir à mes côtés en ce moment mais le Dieu en a décidé autrement, seul lui le tout puissant peut vous gratifier pour tout ce que vous avez fait pour nous, vous nous avez sevré de votre amour en laissant un grand vide dans nos cœurs.

*Puisse ce travail répondre à l'espoir que vous me portiez à ma réussite. Nous prions le bon Dieu de t'accorder de sa grâce et son pardon.
Dormez en paix. Amen !*

Mes chers frères Hassaine. H ; Hassaine. M et ma tente, ma deuxième maman Dalila et son marie Mohamed, qui ont été toujours fières de moi et heureux pour mon succès.

Ma grand-mère, ma tente Fatma, Fatima, Nacera, Zoubida ; Hayat mes cousines et toute ma famille.

Mes chères amies : Sarah, Wissem, Sara, Nour El Houda, Yousra, bouthaina pour leur aide, soutien et encouragement.

Ainsi leur amour et amitié.

Je dédie ce travail à vous Mme Didi Amel, pour votre assistance constante surtout en temps de peine surtout en master 1 qui a été pour moi une source d'équilibre et de réconfort moral.

A Mme Baba hmed. F, très chère professeur : pour vous dédicacer mon mémoire de fin d'étude je dois d'abord écrire un message court : merci d'avoir enrichi mes connaissances pendant 3ans je ne vous oublierai jamais. Je suis heureuse que vous ayez été mon professeur, vous êtes le professeur qui a réussi à m'inspirer à me donner l'envie d'apprendre et j'étais toujours excellente

Je ne saurais si un jour je trouverai un mot à la hauteur de ma reconnaissance et ma gratitude pour Allah d'avoir arrivé à cette étape avec succès tout en franchissant les souffrances,

l'insupportable et les moments difficiles en silence avec persévérance.

Que ce travail soit une source d'inspiration pour la génération à venir.

Rawane

REMERCIEMENTS

Tout d'abord je tiens à remercier Allah le tout puissant de m'avoir donné la santé, la force, la volonté, le courage et la patience pour mener à terminer ma formation et réaliser mon mémoire de fin d'étude qui a pour thème :

Méthodes d'extraction, de séparation et de purification des molécules bioactives de la parche de café.

Avec mes sincères remerciements et mes sentiments d'estime et de considération pour mon professeur encadreur **Mme Didi Amel** Maître de conférence B au département de Biologie, Faculté des sciences SNV-STU, Université de Tlemcen, qui m'a honoré en acceptant la direction de ce mémoire, ainsi pour son encadrement de qualité, ses conseils et critiques constructives, pour le temps qu'elle a consacré à la réalisation de ce travail. Aussi mes remerciements les plus distingués pour son soutien, ses compétences et sa clairvoyance qui m'ont aidées. Je vous remercie pour votre disponibilité.

Je remercie également **Mme Merzouk Hafida** Professeur et Directrice du laboratoire PPABIONUT, Physiologie, Physiopathologie et Biochimie de la Nutrition au département de Biologie, Faculté des sciences SNV-STU, Université de Tlemcen, pour l'honneur qu'elle nous a fait en acceptant de présider le jury de ma soutenance.

L'examinateur **Mme Malti Nassima** Maître de Conférences A au département de biologie, Faculté des sciences SNV-STU, Université de Tlemcen. Veuillez accepter chère maître l'assurance de mon respect et de ma reconnaissance.

Je remercie **Mme Saker Meriem** Professeur et responsable de Physiologie cellulaire et Physiopathologie département de Biologie, Faculté des sciences SNV-STU, Université de Tlemcen, de m'avoir guidée pendant le Master.

Par ailleurs je remercie tous mes professeurs dès ma première année universitaire à ce jour.

Enfin je remercie tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce travail.

SOMMAIRE

Introduction	1
---------------------------	---

Généralité sur l'industrie de café	4
---	---

Chapitre I : La parche

I. La parche.....	9
II. Procédés de traitement des grains de café.....	11
III. Composition.....	16
IV. Utilisation.....	19

Chapitre II : Les molécules bioactives de la parche

I. la molécule bioactive.....	25
II. Métabolites secondaires.....	26
III. Les molécules bioactives de la parche.....	26
1. Les fibres alimentaires.....	26
2. Les composés phénoliques.....	28
3. Les alcaloïdes.....	33
4. Les protéines.....	35
5. Les lipides.....	36
6. Les minéraux.....	36

Chapitre III : Méthodes d'extraction, de séparation et de purification des molécules bioactives de la parche de café

I. Extraction.....	40
II. Purification.....	41
III. Les méthodes d'extraction.....	44
1. Extraction des fibres.....	44
2. Extraction des composés phénoliques	50
3. Extraction des alcaloïdes	62
4. Extraction des protéines	67
5. Extraction des lipides	69
6. Extraction des minéraux.....	71

Conclusion	77
-------------------------	----

Références bibliographiques	79
--	----

LISTE DES ABREVIATIONS

ACG : acide chlorogénique

ADN : acide désoxyribonucléique

APL : acide polyester polylactique

BHT : butylhydroxytoluène

CA : charbon actif

CCM : chromatographie sur couche mince

CPL : composés phénoliques libres

DC18C6: dicyclohexano-18-crown-6

DES : solvant eutectique profond

EAG : équivalent acide gallique

EFS : extraction par fluide supercritique

FA : fibres alimentaires

FAI: fibres alimentaires insolubles

FAT: fibres alimentaires totales

HPLC : chromatographie en phase liquide à haute performance

HT : tanins hydrolysables

MTP : métaux toxiques potentiels

NPK : azote, phosphore, potassium

Pb : Plomb

ROS : espèces réactives de l'oxygène

SEP-MELP : Micro-extraction en phase liquide à base de solvant eutectique profond

SNC : système nerveux central

SPF : facteur de protection solaire

TC : tannins condensés

THF : tétrahydrofurane

UV : ultraviolet

UVA : ultraviolet A

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 01 : Composition de la parche de café : métabolites primaires.....	17
Tableau 02 : composition de la parche de café : métabolites secondaires	18
Tableau 03 : structure chimique des principaux sous-classes des flavonoïdes.....	29
Tableau 04 : les principaux acides présents dans la parche de café	30

LISTE DES FIGURES

Figure01 : Les fruits du cafiier et les grains de café.....	6
Figure02 : Anatomie de la cerise de café.....	7
Figure 03 : procédé de transformation du café.....	8
Figure 04 : Tissu et situation de l'endocarpe dans la cerise de café.....	11
Figure 05 : Séparation de la parche à partir de la cerise de café	11
Figure 06 : Source de sous-produit du café.....	12
Figure 07 : les trois méthodes du procédé industriel de fabrication du café	15
Figure 08 : Structures chimiques des fibres de la parche	27
Figure 09 : structure chimique des tanins condensés.....	32
Figure 10 : structure chimique de la caféine	34
Figure 11 : les techniques d'extraction traditionnelles et modernes.....	40
Figure 12 : extrusion des fibres alimentaire de la parche et ses effets bénéfiques pour la santé.....	45
Figure13 : Schéma général d'une explosion	48
Figure 14 : la séparation de composés phénoliques et les fibre du parche par extrusion.....	51
Figure 15 : extraction par solvant.....	53
Figure 16 : principe d'extraction au CO ₂ supercritique	57
Figure 17 : extraction assistée par micro-ondes	59
Figure 18 : schéma d'extraction SUPRAS.....	50
Figure 19 : procédé de micro-extraction	65
Figure 20 : l'appareil expérimental de l'extraction par solvant microfluidique.....	74
Figure 21 : spectrophotométrie de flamme.....	75

ملخص

تمت دراسة الألياف الغذائية والمركبات الفينولية والعديد من الجزيئات النشطة بيولوجيا الأخرى التي تشكل رق البن ، بالإضافة إلى مختلف أنشطتها البيولوجية وطرق استخراجها. ويهدف ذلك إلى تقييم إمكانية استخدام رق البن لأغراض طبية أو غذائية زراعية من أجل التقليل من نفايات البن وأثرها الضار على البيئة.

بالنسبة لكل جزيء ، تم وصف طرق استخلاص تقليدية وغير تقليدية مختلفة ، والهدف منها هو تحديد أفضل طريقة التي تستخدم قدرأ أقل مواد كيميائية أقل (المذيبات) ، وتستهلك قدرأ أقل من طاقة ووقتأ أقل ، وتعطي عائداً وجودة أفضل.

الكلمات المفتاحية: رق البن ، الجزيئات النشطة بيولوجيا ، طرق الاستخلاص

Résumé

Les fibres alimentaires, les composés phénoliques et bien d'autres molécules bioactives constituants de la parche de café, ainsi que leur diverses activités biologiques et leur méthodes d'extraction ont été étudiés . Et ceci pour évaluer la possibilité d'utiliser la parche à des fins médicales ou agro-alimentaire à fin de réduire les déchets du café et leurs impact néfaste sur l'environnement.

Pour chaque molécules, différentes méthodes d'extraction conventionnelles et non conventionnelles ont été décrites dont le but est de déterminer la meilleure méthode qui utilise moins des produits chimiques (solvants), consomment moins d'énergie et de temps, et qui donne un meilleur rendement et qualité d'extrait.

Mots clés : la parche de café, molécules bioactives, méthodes d'extraction.

Abstract

Dietary fibers, phenolic compounds and many other bioactive molecules that make up coffee parchment, as well as their various biological activities and extraction methods have been studied. And this to assess the possibility of using parchment for medical or agro-food purposes to reduce coffee waste and its negative impact on the environment.

For each molecule, different conventional and unconventional extraction methods have been described, the aim of which is to determine the best method which uses less chemicals (solvents), consumes less energy and time, and which gives a better yield. and extract quality.

Keywords: coffee parchment, bioactive molecules, extraction methods.

Introduction

Introduction

L'industrie alimentaire contribue indirectement à des problèmes tels que les déchets qui causent par la suite des problèmes environnementaux et des inégalités économiques. Lors de transformation des aliments, environ 30 milliards de tonnes par an de déchets alimentaires non comestibles sont produits. Ce chiffre est toujours en augmentation. Les sous-produits alimentaires ont un potentiel élevé pour être utilisé comme matière primaire pour la génération des produits à valeur ajoutée. Ces dernières années les résidus de l'industrie alimentaires ont pris de l'importance où des technologies sont en cours de développement pour les valoriser (**Caldeira et al., 2020**).

Dans le monde, l'agro-industrie de café génère plus de 10 millions de tonnes de sous-produits par an. Plus de grandes quantités d'eaux qui sont utilisés dans le processus de transformation du café. Les sous-produits du café, plus les eaux usées, sont une source qui représente un grave problème de pollution qui menace l'environnement surtout pour les pays producteurs du café. Car leur élimination conduit à la contamination de l'eau et du sol. Ses sous-produits sont des résidus solides, tels que le marc de café épuisé, les cosses de café qui représente environ 60 % du poids de cerise frais et qui inclue : l'exocarpe ; le mésocarpe ; le mucilage et la parche (**Echeverria et Nuti., 2016**).

La parche est l'endocarpe fibreux qui recouvre les deux hémisphères de la graine de café et les sépare l'un de l'autre. C'est un sous-produit très important riche en fibres alimentaires et en composés phénoliques et autres molécules bioactives, donc elle mérite de la valoriser, pour diminuer les déchets qui sont issus de l'industrie du café et par conséquent les problèmes environnementaux. Sa valorisation consiste à l'utiliser soit directement dans différentes applications comme l'alimentation animale ; la fermentation ; fertilisation... ou par l'extraction de ses molécules bioactives par différentes méthodes pour développer des produits fonctionnels qui ont une valeur et des effets bénéfiques pour la santé (**Echeverria et Nuti., 2016 ; Benítez et al., 2021**).

Le danger de ce résidu sur la nature a poussé les chercheurs ainsi que les industriels à faire plusieurs tentatives pour le réutiliser et à bénéficier d'une valorisation écologique et économique de la parche de café.

A la lumière de ces données et dans ce contexte, l'objectif de notre travail consiste à recueillir toutes les méthodes d'extractions qui ont été réalisés au courant de ces dernières années, sur la parche et la cosse de café, afin de mettre en évidence toutes les molécules

bioactives qui en sont issus à savoir ; les fibres alimentaires, les polyphénols, les alcaloïdes, les protéines et les lipides ainsi de pouvoir comparer et éventuellement mettre en avant les meilleurs techniques qu'on pourra réaliser aux sein de notre laboratoire.

Pour cela le présent manuscrit est divisé en quatre parties successives dans lesquels on trouve en premier des généralités sur l'industrie du café, ensuite le premier chapitre qui traite le résidu industriel du café qu'est la parche suivie par un deuxième chapitre qui énumère toutes les molécules bioactives que les chercheurs ont pu mettre en évidence dans ce résidu et en dernier les techniques qui ont servies à les extraire et à les purifier afin de pouvoir les revaloriser dans différents domaines ; agroalimentaires, pharmaceutique ou encore cosmétique.

*Généralité sur
l'industrie du café*

Généralité

Une version fait remonter la découverte du café depuis plus de huit-siècles en Ethiopie. Un berger a remarqué que ses chèvres étaient excitées et restaient éveillées en mangeant des feuilles et des fruits d'un arbuste. Après avoir exposé sa remarque à un moine ce dernier a demandé de lui apporter de quoi elles ont mangées. Il aurait lui apporté une branche de l'arbuste, et le moine par la suite a préparé une boisson à partir des graines recueillies. Après avoir bu ce produit il a confirmé que ces fruits sont la cause d'excitation des chèvres et pour être éveillé les nuits de prière il s'est habitué de boire le café.

Le café est une boisson populaire essentielle dans le monde, c'est le deuxième produit commercialisé dans le monde après le pétrole. La consommation du café est en augmentation de 1,7 à 2,5% par an. D'après le département de l'agriculture des États-Unis la production mondiale de café pour 2020/2021 est de 175,5 millions de sacs (60 kg par sac), ce qui représente une augmentation de 7 millions de sacs par rapport à l'année précédente. Le Brésil est le plus grand producteur et exportateur au monde, suivi par le Vietnam, de la Colombie et de l'Indonésie. La forte demande pour ce produit a conduit à la production d'une quantité excessive de sous-produits au cours de transformation de café qui est très complexe et génère plus de 6 millions de tonnes des sous-produits, qui représentent un grave problème environnemental, pour les pays producteurs de café car leur élimination pourrait entraîner une contamination de l'eau et des sols. Par conséquent, leur réduction représente un défi pour l'industrie et la communauté scientifique (**Benitez et al., 2019 ; Pereira et al., 2020 ; Mendes dos Santos et al., 2021 ; Ruta et Farcasanu., 2021 ; Rebollo-Hernanz et al., 2021 ; Hejnaet., 2021**).

1. Le café

Le café est le fruit du caféier, une arbuste des régions tropicales du genre *Coffea* de la famille des Rubiacées. Le café est également appelé baie ou cerise, mûrit en 6 à 12 mois. De couleur verte, puis devient rouge à maturité, et grenat lorsqu'elle est sûr mature (**Site 01 (Figure 01)**). Il est formé de diverses parties anatomiques avec des morphologies distinctes et des compositions chimiques uniques (**Esquivel et Jiménez., 2012 ; Iriondo-DeHond et al., 2019**).



Figure 01 : Les fruits du cafiier et les grains de café (site 02)

1.1 Anatomie : la cerise de café est formée de diverses parties anatomiques (**Figure 02**), qu'on peut les diviser en deux parties selon leur utilisation :

1.1.1 La cosse (partie non comestible): c'est la partie obtenue après traitement par voie sèche des cerises de café. Elle recouvre les grains de café et représente plus que 50% de la cerise (*Iriondo-DeHond et al., 2019* ; *Benítez et al., 2021*). C'est une fraction qui inclut :

La peau du fruit : appelé aussi exocarpe, c'est la peau externe lisse, résistante et dure qui protège le fruit entier d'une couleur rouge chez les fruits mûrs. Elle recouvre une couche fibreuse facilement éliminable riche en glucose et fructose appelé **pulpe** ou mésocarpe externe. Ensuite **le mucilage** appelée encore couche de pectine contient des protéines, des graisses, des minéraux, des tanins, des polyphénols et de la caféine. Et enfin **la parche** ou l'endocarpe, une couche qui recouvre les deux hémisphères de la graine de café et les sépare l'un de l'autre (*Esquivel et Jiménez., 2012* ; *Benitez et al., 2019* ; *Pereiraa et al., 2020*).

1.1.2 Les grains de café (partie comestible) : c'est la seule partie utilisée lors de la production de café en poudre (*Mendes dos Santos et al., 2021*).

Les grains de café sont deux hémisphères dont chacun est entouré par **la peau d'argent** (non comestible) qui a un aspect argenté, d'où sa nomenclature, qui dessèche et tombe lors du procédé de torréfaction (*Esquivel et Jiménez., 2012*).

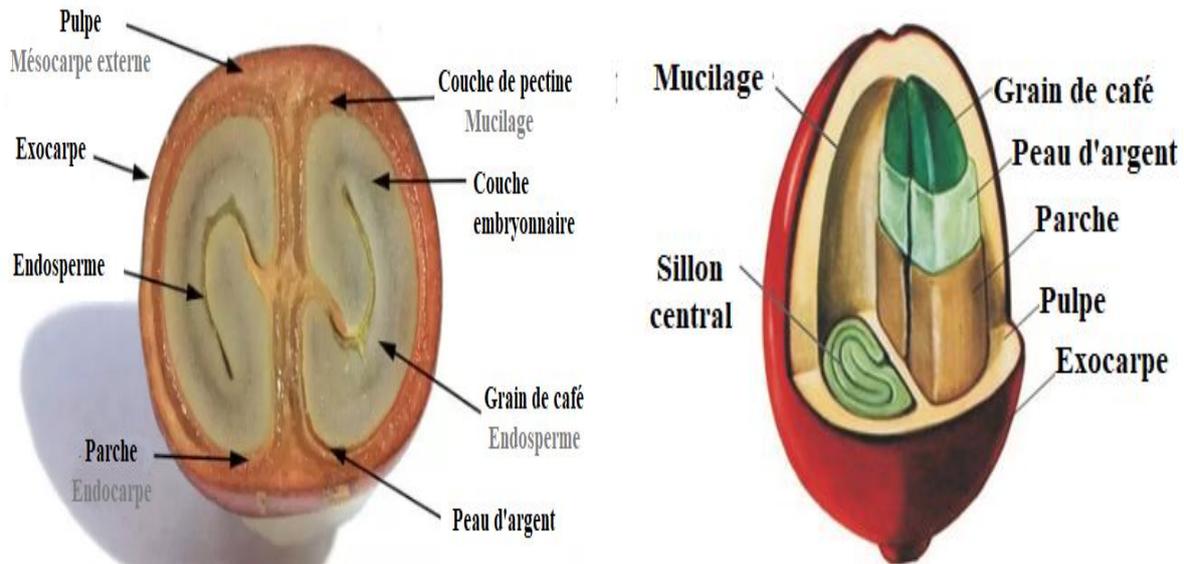


Figure 02 : Anatomie de la cerise de café (site 03)

1.2 Composition de café

Le café contient environ 2000 composés, la caféine qui est le composé le plus connu. Il contient aussi des composés chimiques tels que la trigonelline, les xanthines, la vitamine B-3, et des composés phytochimiques qui présentent un intérêt considérable en raison de leurs effets physiologiques positifs potentiels sur le corps humain en tant qu'antioxydant, anti-inflammatoire, antimicrobien, antiviral, anti-âge, anticancéreux... etc (**Iriondo-DeHond et al., 2019**).

La cosse est considérée comme une source naturelle de nutriments et de composés bioactifs. C'est une source riche en glucides, fibres alimentaires, protéines, et de composés phénoliques et de caféine (**Iriondo-DeHond et al., 2019 ; Rebollo-Hernanz et al., 2021**).

1.3 Le procédé de transformation du café

Le procédé de transformation du café passe par dix étapes, de la plantation jusqu'au brassage. La troisième étape est le traitement industriel des cerises de café, dans lequel le grain de café vert est obtenu. Il existe deux méthodes :

- **Traitement à sec** : les fruits mûrs récoltés sont séchés au soleil, nettoyés, puis décortiqués mécaniquement, pour obtenir le café et la cosse.
- **Traitement humide** : après la récolte et le tri des fruits mûrs, la peau et la pulpe sont éliminées mécaniquement. Ensuite des autres composés sont éliminés par fermentation. Enfin un lavage puis séchage pour obtenir le café et la parche (**Iriondo-DeHond et al., 2019**).

Ces méthodes influencent la composition chimique du produit final et déterminent les caractéristiques sensorielles du produit final ; la boisson de café (**Ruta et Farcasanu, 2021**).



Procédé sec

Procédé humide

Figure 03 : procédé de transformation du café (site 04)

L'exploitation des sous-produits est l'un des objectifs de l'Organisation des Nations Unie pour l'alimentation et l'agriculture qui se concentre sur la réduction des déchets et sous-produits de l'industrie alimentaire, et développe des stratégies pour revaloriser les sous-produits alimentaires via leur conversion en nouveaux ingrédients de qualité alimentaire (**Rebollo-Hernanz et al., 2021**).

Plus de 50% de la cerise du café est jetée pendant le traitement en tant que déchet ou sous-produit agricole. Donc La conversion des déchets de café en produits de valeur est une priorité de recherche dans le domaine de la nutrition et de la chimie alimentaire. Et parmi les sous-produits de café important à l'étudier et qui est riche en composés alimentaires et bioactifs, (**Iriondo-DeHond et al., 2019 ; Benítez et al., 2021**) on présente :

La parche.

Chapitre I : La parche

I. La parche

La parche aussi appelée endocarpe, est un tissu sclérenchyme (assure le soutien chez les végétaux) (**Figure 04**), fin, fibreux et dur, d'une couleur jaunâtre et d'une épaisseur qui varie entre 110 et 150 μ m, qui enveloppe et sépare les deux grains de café. C'est la couche la plus interne de la cosse de café située entre le mucilage et la peau d'argent. Elle représente 5,8 à 6,1% du poids sec de la cerise de café. Une quantité de 35g de parche est générée à partir de 61 kg des cerises de café. Ainsi, la production d'un sac de 60 kg de grains de café génère environ 11 kg de parche. C'est un sous-produit de l'industrie du café obtenu après le traitement des cerises par voie humide, ce qui lui permet d'être collecté et utilisé séparément des autres sous-produits (**Iriondo-DeHond et al., 2019 ; Hejnaet, 2021 ; Oliveira et al., 2021**).

La parche est considérée comme une barrière physique imperméable qui empêche le flux de certains composés biochimiques de l'exocarpe et mésocarpe vers les grains de café. (**Avallonne, 1999 ; Geromel et al., 2006**)

Sa composition étant très particulière, la parche est l'un des sous-produits de café qui a été proposée pour différentes applications en raison de leur haute biodégradabilité, leur apportant une valeur ajoutée. Elle est caractérisée comme une nouvelle source de fibres alimentaires et de composés de propriétés physico-chimiques et biologiques différentes (**Benítez et al., 2021 ; Oliveira et al., 2021**).

La parche de café devient intéressante : c'est l'un des sous-produits du café les moins étudiés. Elle est riche en composés phénoliques et en fibres alimentaires. Le potentiel de valorisation de la parche est significatif et dépend de leur composition chimique (**Oliveira et al., 2021**).

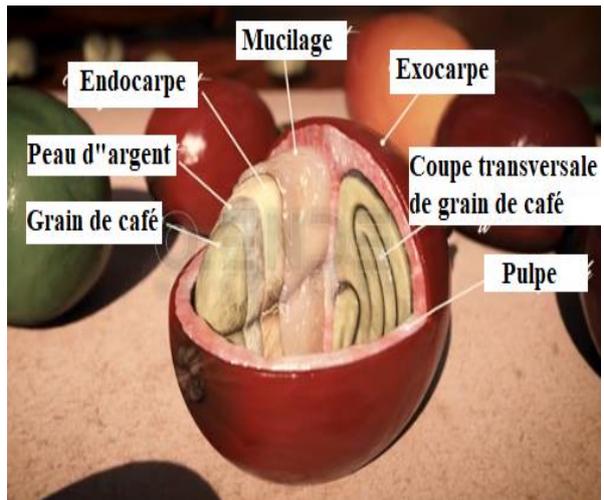
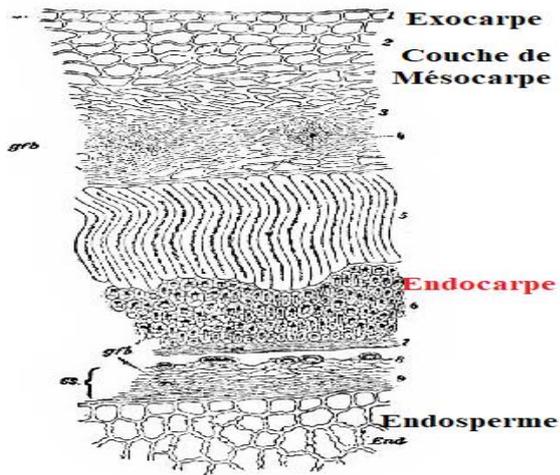


Figure 04 : Tissu et situation de l'endocarpe dans la cerise de café (site 05).

II. Procédés de traitement des grains de café

Durant la transformation industrielle du café, les cerises mûres récoltées sont traitées selon trois différentes méthodes : traitement à sec, traitement semi-sec et traitement humide. Une séparation de la parche est nécessaire, il s'agit d'un processus de décortiquage par lequel on peut obtenir la parche et l'utiliser séparément des autres sous-produits du café (Figure 05). Cette séparation peut être directe par traitement humide et traitement semi-sec ou indirecte par traitement sec (Figure 06)

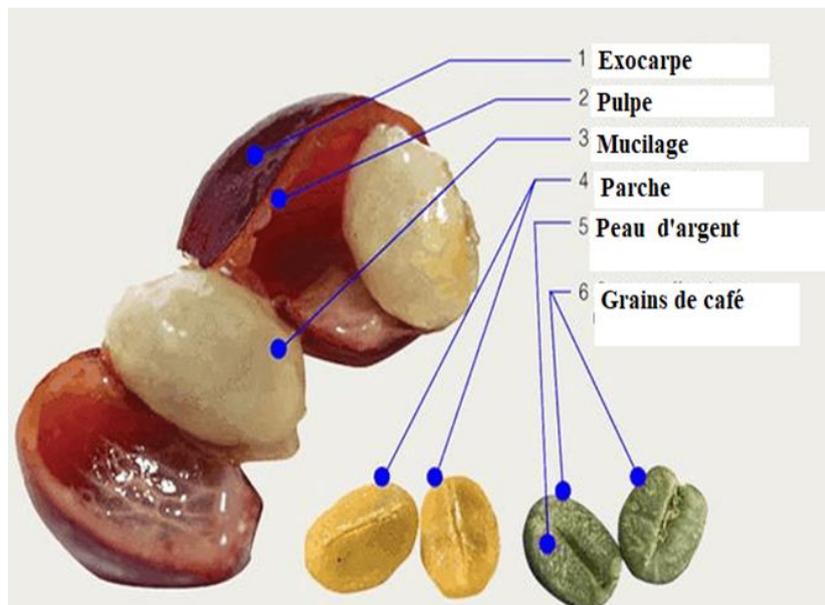


Figure 05 : Séparation de la parche à partir de la cerise de café (site 06).

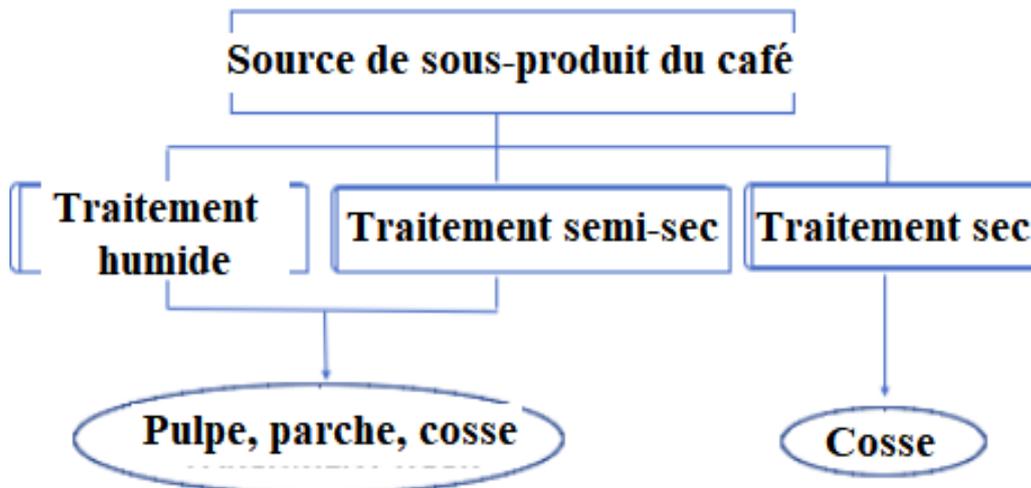


Figure 06: Source de sous-produit du café (**muzaiifa et al.,2021**)

- **Méthode de traitement à sec :** c'est la méthode la plus ancienne et la moins coûteuse en raison de sa simplicité. Elle correspond à l'élimination de la cosse qui inclut l'exocarpe, le mésocarpe, couche de pectine et l'endocarpe, plus une partie de la peau d'argent, pour obtenir les grains de café verts. La cosse représente 45% du poids de la cerise de café fraîche, Cela signifie que 45 kg de cosse sont obtenus à partir de 100 kg de cerises de café fraîches transformées à sec (**Ruta et Farcasanu, 2021 ; Oliveira et al., 2021 ; Mendes dos Santos et al., 2021**).

Après la récolte des cerises de café, la première étape est le tri qui sépare les cerises endommagées et non mûres, des cerises mûres. Ces dernières sont lavées, étalées sur le sol et séchées naturellement pendant 2 à 4 semaines au soleil ou dans une machine à air chaud dont le temps dépendra de la température utilisée, jusqu'à une teneur en humidité des grains soit inférieure à 12%. Ensuite les cerises de café sont décortiquées mécaniquement, pour enlever la cosse avec autant que possible de la peau d'argent. Lors de ce traitement la parche est éliminé en tant que partie de la cosse du café, donc son décorticage à partir de la cosse peut être effectué par l'utilisation de machines ou simplement et plus traditionnellement avec des mortiers et des pilons en bois, la parche est peut être enlevée par frottement et collectée séparément des autres couche des cosses séchées (**Esquivel et Jiménez., 2012 ; Ruta et Farcasanu., 2021 ; Mendes dos Santos et al., 2021 ; Hejnaet, 2021**).

- la méthode sèche entraîne la génération de cosses et les grains de café.

- **Méthode de traitement humide** : c'est la méthode la plus compliquée, la plus coûteuse. Elle correspond à l'élimination du pulpe, du mucilage et de la parche tandis que la cerise de café est encore fraîche. Cette méthode est largement utilisée dans certaines régions, notamment la Colombie, l'Amérique centrale et Hawaï. Elle est généralement utilisée pour le café *arabica* (Muzaiifa *et al.*, 2021).

Les cerises de café récoltées sont immergées dans l'eau, où les cerises endommagées et les cerises non mûres flottent à la surface et se séparent des cerises mûres selon leurs densités. Ensuite, la peau et la pulpe sont éliminées par dépulpage mécanique. Puis une dégradation biologique du mucilage par fermentation dans laquelle le reste des cerises de café sont stockés dans des cuves de fermentation pendant environ 12 à 48 h, suivie d'un lavage qui élimine complètement le mucilage, d'un séchage et enfin d'un décorticage qui permet l'obtention de la parche séparément des grains de café (Mendes dos Santos *et al.*, 2021).

- la méthode humide produit de la pulpe, du mucilage, de la parche et des eaux usées et les grains de café.

- **Méthode de traitement semi-sec ou semi-humide** : c'est une méthode qui combine les étapes des processus secs et humide. Elle a un profil plus propre et plus similaire à la voie humide. Cette méthode est largement utilisée surtout au Brésil.

Tout d'abord, l'exocarpe et la majeure partie du mésocarpe sont enlevées par dépulpage mécanique comme dans le processus humide. Ensuite le reste de la cerise est séché pendant 8 à 10 jours au soleil jusqu'à ce que la teneur en humidité soit de 10 à 12%. Puis le mucilage est dégradé par les micro-organismes produites lors de processus de fermentation. Enfin on obtient la parche facilement par un simple décorticage (Hejnaet., 2021).

Le séchage soit naturel ou mécanique correctement effectué dans les trois méthodes, permet de séparer facilement la parche de café : de la cosse pour la méthode de traitement à sec, et de la cerise de café pour les méthodes de traitement humide et semi-sec.

Il existe également une quatrième méthode de traitement c'est :

- **Le biotraitement digestif** : qui ne s'applique qu'aux cafés les plus chers.

Ce traitement se fait en faisant passer les cerises de café à travers le tube digestif de l'animal, où elles sont exposées aux enzymes, aux acides et à d'autres facteurs. Elle est utilisée pour obtenir des cafés populaires comme le Kopi Luwak et Black Ivory, connu sous le nom de café de bouse d'éléphant (Hejnaet., 2021).

Le choix des méthodes de traitement affecte fortement les propriétés de la parche, ainsi les autres sous-produits du café, qui représentent ensemble près de 50% de la masse totale de cerise de café.

La méthode sèche et la méthode humide, se distinguent l'une de l'autre par leurs complexité, cout, et la qualité du produit final. Ainsi que l'utilisation d'eau pour le lavage et la fermentation. Elles influent également sur les constituants chimiques : les minéraux et les métabolites secondaires (Mendes dos Santos *et al.*, 2021 ; Muzaiifa *et al.*, 2021).

- Avantage de la méthode de traitement à sec : l'élimination mécanique de mucilage avec la pulpe réduit la quantité d'eau utilisée et par conséquent, des eaux usées polluées. Ce qui est également très bénéfique du point de vue écologique, compte tenu de la rareté de l'eau (Esquivel *et Jiménez.*, 2012 ; Hejnaet, 2021).
- Il a également été récemment découvert que la méthode humide donnait des teneurs plus élevées en acides chlorogéniques (ACG) et trigonelline et une teneur plus faible en saccharose, par rapport à l'autre méthode (Esquivel *et Jiménez.*, 2012).
- Inconvénient de la méthode de traitement humide : des énormes quantités d'eau sont nécessaires pendant l'élimination de mucilage et dans les cuves de fermentation qui génère une grande quantité d'eau polluée (Ruta *et Farcasanu.*, 2021).

Les grains traités à sec donnent généralement une saveur plus riche et un corps de café résultant plus élevé, tandis que les méthodes humides donnent un profil de café plus propre (Hejnaet., 2021).

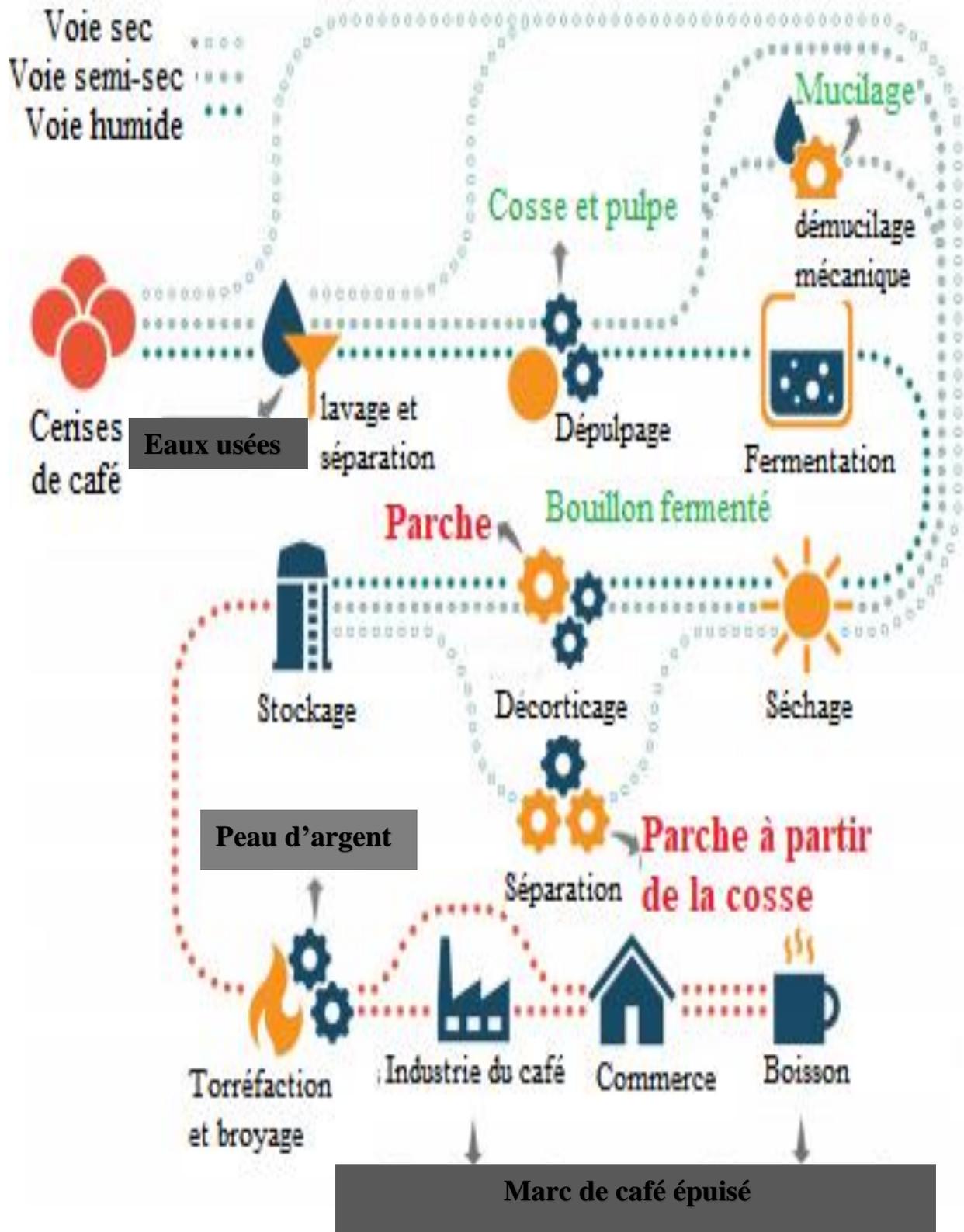


Figure 07 : les trois méthodes du procédé industriel de fabrication du café (Perciraa et al., 2020)

III. Composition

Après la séparation de la parche des autres sous-produits par séchage et décorticage des grains, sa teneur en humidité est faible (9%) (Oliveira et al., 2021).

La spectroscopie vibrationnelle a été utilisée pour étudier la composition de la parche. C'est une technique fiable et rapide pour caractériser la composition moléculaire d'un échantillon.

Tout d'abord, un extrait de parche de café doit être préparé comme décrit dans le brevet WO 2013/004873.

- **Préparation :** dans chaque millilitre d'eau bouillante, on a ajouté 50 mg de la parche. Ce mélange a été agité pendant 10 minutes; filtré par un filtre de 250 µm puis sur papier Whatman n °4; et le filtrat et le résidu insoluble ont été lyophilisés.

Plusieurs bandes vibrationnelles ont été obtenues, dont chacune désigne un composants. Deux composants pourraient être confirmés sans ambiguïté dans la parche de café, **la lignine** et **la cellulose**. Elle est composée aussi de : de **xylane** qui est un composant principal des **hémicelluloses**. **La cendre, le charbon et des matières sombres** sont présents, dont la contribution est faible ou négligeable Cet extrait a présenté de faibles niveaux d'acide 5-caféoylquinique (6,1mg/g), et un niveau élevé des **composés phénoliques**, tels que l'acide chlorogénique (ACG), l'acide vanillique, l'acide protocatéchuique et l'acide p-coumarique, l'acide gallique, et l'acide sinapique et les **flavonoïdes** (Iriondo-DeHond et al., 2019 ; Iriondo-DeHond et al., 2020 ; Oliveira et al., 2021).

Une faible teneur en ochratoxine : une molécule toxique a été détecté (2,7 µg / kg).

Une fraction insoluble est obtenue après extraction qui représente 92,6% de **fibres alimentaires**. La teneur en **protéines** de cette fraction était de 3,1%, ainsi une faible teneur en **lipides** 0,3% (Iriondo-DeHond et al., 2019).

La parche est considérée comme une source riche en **Calcium**, en **Magnésium** et en **Potassium**. Elle contient aussi d'autre micronutriments comme : le **Fer**, le **Phosphore**, l'**Azote** et **la cendre** (Gemechu, 2020; Iriondo-DeHond et al., 2020).

Il existe d'autres composés non déterminés comme les sucres, les polysaccharides pectiques, et les mélanoidines (Oliveira et al., 2021).

Le tableau suivant englobe tous les composants de la parche qui ont pu être mis en évidence dont l'extraction sera discutée en détail dans le chapitre suivant.

Tableau 01 : Composition de la parche de café et molécules bioactives primaires (Iriondo-DeHond et al., 2020 ; Gemechu., 2020)

La parche																									
Sous- produit																									
Méthode	Humide																								
Etape de séparation	Décorticage																								
Quantité en kg/100kg	39 kg/ 100kg de cerises de café																								
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Composant</th> <th>Quantité (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Carbohydrates</td> <td>55,75</td> </tr> <tr> <td>Protéines</td> <td>3,1</td> </tr> <tr> <td>Lipides</td> <td>0,3 – 0.6</td> </tr> <tr> <td>Cendres</td> <td>0,5 – 1</td> </tr> <tr> <td>Magnésium (Mg)</td> <td>0,18</td> </tr> <tr> <td>Potassium (K)</td> <td>1,22</td> </tr> <tr> <td>Sodium (Na)</td> <td>0,07</td> </tr> <tr> <td>Calcium (Ca)</td> <td>0,37</td> </tr> <tr> <td>Fer (Fe)</td> <td>0,024</td> </tr> <tr> <td>Phosphore (P)</td> <td>0,1</td> </tr> <tr> <td>Azote (N)</td> <td>2,74</td> </tr> </tbody> </table>	Composant	Quantité (%)	Carbohydrates	55,75	Protéines	3,1	Lipides	0,3 – 0.6	Cendres	0,5 – 1	Magnésium (Mg)	0,18	Potassium (K)	1,22	Sodium (Na)	0,07	Calcium (Ca)	0,37	Fer (Fe)	0,024	Phosphore (P)	0,1	Azote (N)	2,74
Composant	Quantité (%)																								
Carbohydrates	55,75																								
Protéines	3,1																								
Lipides	0,3 – 0.6																								
Cendres	0,5 – 1																								
Magnésium (Mg)	0,18																								
Potassium (K)	1,22																								
Sodium (Na)	0,07																								
Calcium (Ca)	0,37																								
Fer (Fe)	0,024																								
Phosphore (P)	0,1																								
Azote (N)	2,74																								
Macronutriments g/ 100g																									
Micronutriments 0.5–5.8 g/100g																									
pH	4,49																								

Tableau 02 : métabolites secondaires de la parche de café (Gemechu, 2020; Littardi *et al.*, 2020)

Métabolites secondaires	Composant	Quantité (g/100g)
Fibres alimentaires 89 à 92,6 g/100g	Lignine	23 – 32
	Cellulose	40 – 60
	Hémicellulose	25 – 32
Composés phénoliques Totaux 228 – 284 mg GAE/100g	Tanins	1.7
	Acide chlorogénique (µg/ g)	232,6
	Acide caféoylquinique (mg/g)	6,1
	Acide vanillique (µg/g)	35–43
	Acide protocatéchuique (µg/g)	17
	Acide <i>p</i> -coumarique (µg/g)	12
	Acides caféique (µg/g)	7
	Acide férulique (µg/g)	2–2,8
	Acide gallique (µg/g)	3–3,5
	O-méthyl acide gallique (µg/g)	5
	Acide 4-hydroxybenzoïque (µg/g)	2,3
	Acide syringique (µg/g)	8,6
	Acide salicylique (µg/g)	0.8
Alcaloïdes	Caféine (mg/g)	58

IV. Utilisation

La parche de café est un sous-produit qui a une composition particulière qui mérite d'être valorisée. Elle a été proposée pour différentes applications en raison de leur haute biodégradabilité, leur apportant une valeur ajoutée. Plus les anciennes utilisations de la parche de café comme l'alimentation animale ; compost et pour la fermentation... (**Fagbenro et Arowosoge., 1991 ; Minjares-Carranco et al., 1997 ; Olivera 2009**), de nouvelles applications de la parche dans diverses industries en tant que :

➤ **Source naturelle riche en fibres alimentaires antioxydantes**

L'ajout de la parche de café 2% pour la production du pains sans gluten et l'étude de ses effets sur les propriétés structurelles, qualitatives et chimiques :

De nos jours, avec le nombre croissant de personnes touchées par la maladie cœliaque, la demande de produits de boulangerie sans gluten a augmenté, dont on sait qu'ils sont pauvres en fibres alimentaires.

La parche est un sous-produit riche en composés phénoliques, et surtout en fibres alimentaires qui représentent 92%, qui sont considérées comme fibres alimentaires naturelles d'origine différent. Donc elle pourrait être intéressante pour améliorer à la fois la teneur en fibres et en nutraceutiques du pain sans gluten.

Le principe est de remplacer 2% (correspondant à 5 g) du mélange du pain par la parche.

Le pain avec substitution à 4% (10g du mélange) a été rejeté par les consommateurs, car il était trop amers, peut-être en raison de la présence de caféine, comme la teneur en caféine de la parche était d'environ 58 mg / g, avec 10 g de parche, la concentration de caféine sera de 1,6 mg / g de pain.

Des pains ont été produits, en remplaçant 5g du mélange par 5g de la parche.

Le pain avec 2% d'ajout s'est avéré acceptable pour les consommateurs, les résultats obtenus montre que le pain de la parche a une structure moins homogène avec un aspect plus sombre. De plus, une teneur en fibre alimentaires et une capacité antioxydante élevée, par rapport au pain témoin. Cette étude montre que la parche est une source riche en fibres alimentaires, capable d'améliorer la capacité antioxydante des produits de boulangerie sans gluten. Et pour

cela il est possible d'utiliser ce sous-produit intéressant dans d'autres aliments pour obtenir des effets positifs sur la santé, la durabilité économique et environnementale pourrait être envisagée (Littardi et al., 2020).

➤ **Ingrédient pour le développement de plastiques d'emballage alimentaire**

L'augmentation de l'industrie des plastiques a dépassée 360 millions de tonnes par an, dans la grande partie des produits constituent de molécules non biodégradables à base de pétrole. Des efforts sont déployés pour réduire les plastiques non biodégradables, et les remplacés par les bioplastiques qui sont recyclables, biodégradable et n'ont aucune toxicité environnementale.

L'acide polyester polylactique (APL) est le polymère le plus couramment utilisé pour la production de bioplastiques, obtenu à partir de la fermentation de plusieurs légumes riches en amidon. Mais qui a une faible stabilité thermique et de mauvaises propriétés de barrière contre la vapeur d'eau et les gaz, ce qui limite son champ d'application.

L'inconvénient de cette extraction est que les légumes sont des matières premières directement utilisées dans l'alimentation humaine et animale. Donc la solution est de développer des biomolécules d'intérêt pour les bioplastiques à partir de sous-produits agroalimentaires. favorisant une économie circulaire entre les secteurs agroalimentaire et plastique.

La parche a été utilisés comme additifs de bioplastique. Sa composition montre un caractère insoluble. Elle riche en fibres insoluble qui améliorent la performance physico-chimiques et mécaniques des bioplastiques, en fournissant une grande capacité de rétention d'eau et d'huile, permettant son utilisation comme barrière, évitant la condensation de l'eau à l'intérieur des emballages alimentaires, ainsi que la migration des graisses des aliments gras. Elle est également composé de caféine et de composés phénoliques qui fournissent une activité antioxydante pour les aliments avec des propriétés antifongiques, ainsi une protection contre l'altération microbienne, les acides chlorogéniques (ACG) en particulier (Oliveira et al.,2021).

➤ **Ingrédient pour le développement d'un bio adsorbant à partir de l'endocarpe**

Le plomb est l'un des métaux les plus toxiques, mutagène, et reprotoxique, sa présence dans l'eau est menaçante même à de faibles concentrations, dont elle ne doit pas dépassée 0,3 mg/l. S'il dépasse cette concentration, il provoque de graves problèmes de santé lors de son ingestion ou inhalation.

Plusieurs industries génèrent des concentrations énormes de Pb, la plus élevée présente dans les eaux usées industrielles, ou sa concentration varie entre 200 et 500 mg/l. Donc l'élimination des eaux usées industrielles contenant du plomb est strictement réglementée afin de réduire les niveaux bas de Pb dans les eaux usées par diverses méthodes.

L'adsorption est une méthode simple, efficace et peu coûteuse pour l'élimination des métaux toxiques potentiels (MTP). Des adsorbants d'origine naturelle à haute performance possédant des caractéristiques idéales ont été développés à partir de l'endocarpe du café à cause de sa teneur élevée en cellulose, pour une application dans le processus d'élimination des ions métalliques Pb.

Cet adsorbant naturel a montré une efficacité d'élimination du plomb et une capacité de sorption très élevée, surtout si il est activé en milieu basique. Ce dernier offre de meilleures caractéristiques et performances que l'adsorbant activé en milieu acide (**Mariana et al., 2021**).

➤ Précurseur de charbon actif pour la fabrication de supercondensateurs

Le développement économique rapide contribue à une augmentation de consommation de combustibles fossiles. Diverses sources d'énergie propres et durables ont été développées, pour résoudre ce problème. Ainsi, des dispositifs de stockage d'énergie ont fait l'objet de recherche et développement ces dernières années sont les supercondensateurs qui ont en une capacité élevée, de performances d'alimentation et une longue durée de vie.

La parche a été utilisés comme précurseur de charbon actif (CA) qui est un composant très important utilisé pour la fabrication des électrodes de supercondensateurs.

Avant le début du processus d'activation, la parche a été lavé avec de l'eau distillée pour éliminer les impuretés, la poussière et les substances solubles, puis séché dans un four à une température constante de 105°C pendant 24 h. Ce procédé, a utilisé une solution aqueuse de H₂PO₄ et renferme plusieurs étapes avec des conditions physique et physico-chimique précises.

Quatre échantillons CA différents ont été préparés chimiquement à différentes proportions d'imprégnation et à deux températures d'activation (600 et 700 ° C). Des techniques ont été utilisées pour identifier les caractéristiques morphologiques du CA, révélant de grandes surfaces. Ainsi que d'autres ont été appliquées pour l'analyse de la composition chimique, identifiant les groupes fonctionnels oxygénés qui contribuent à l'augmentation de la capacité.

Les résultats obtenus montre que tous les échantillons CA ont présenté de bonnes performances électrochimiques (**Del Ángel-Meraz *et al.*, 2020**).

➤ **Elément pour la fabrication des biocarburants**

La parche possède une teneur élevée en hémicellulose (25 – 32%) et en lignine (23 – 32%), qui peuvent être utilisés pour la génération plusieurs produits de grande valeur, notamment des biocarburants comme le biodiesel, le bioéthanol et des produits chimiques comme l'acide lactique (**Ruta *et Farcasanu*, 2021**).

Le ciment est le matériel le plus important pour la construction, sa production était de plus de 5 milliards de tonnes en 2018 et qui est toujours en augmentation. Le procédé de fabrication du ciment est énergivore et nécessite des matières premières non renouvelables. L'augmentation des coûts de l'énergie et des préoccupations environnementales, pousse les producteurs de ciment à penser de remplacer les combustibles conventionnels par différents déchets, parmi lesquels le déchet agricole.

La parche de café a été séchée, pastillée et broyée. Ensuite, mélangée avec une mélasse et un volume d'eau qui modifie la densité et améliore la stabilité des granulés de parche. Et utilisée comme biocarburant.

Les résultats montrent que la parche brute ou granulée est un meilleur biocarburant qui possède une teneur plus élevée en carbone (45,5 %) et en hydrogène (6,5 %) et une teneur plus faible en azote (0,4 %) et en soufre (0,1 %) par rapport aux biocarburants utilisés. Il a aussi un pouvoir calorifique élevé qui a été amélioré par granulation, une faible humidité, une faible teneur en cendre et il n'a aucun effet indésirable. Ainsi, il ne ni modifie ni ralentit la vitesse de combustion de processus de l'industrie cimentière. En plus il est écologique en raison de la plus faible teneur en métaux lourds qui vont pas causer des problèmes remarquables pour l'environnement (**Wondemagegnehu *et al.*, 2019**).

➤ **Elément de fertilisation**

La parche est riche en Azote, en Phosphore, en Potassium et autres molécules organiques. On appelle NPK les compléments fertilisants qui sont considérés comme éléments nutritives pour la fertilisation du sol et par la suite la plante s'améliore et se développe pour un meilleur rendement agriculture. Ils sont considérés comme des compléments de fertilisation dans une exploitation agricole.

L'utilisation d'une quantité précise de fertilisant NPK augmente la croissance de toutes les parties de la plante avec et améliore la productivité. Aussi, il favorise une grande activité photosynthétique et contribue à l'élimination des mauvaises herbes autour de la plante (K. LAW-OGBOMO et J. LAW-OGBOMO., 2009).

*Chapitre II : les
molécules bioactives
de la parche*

I. Les molécules bioactives

Le terme bioactif est composé de : **bio** qui correspond à la vie. Et **actif** qui veut dire : dynamique, possède de l'énergie ou une activité.

Les molécules bioactives ou biomolécules, est l'ensemble des composés du système biologique, essentiels et non essentiels d'origine naturel qui sont produits en réponse à des facteurs externes et à des signaux internes. Ces composés comprennent des composés phytochimiques, des vitamines, des minéraux et des fibres. (**Biesalski *et al.*, 2009 ; Guaadaoui *et al.*, 2014**). L'ensemble de ses composés est divisé en deux groupes:

➤ **Métabolites primaires** : sont des substances de base de nature biochimique, indispensables impliquées dans la physiologie d'un organisme vivant : la croissance, le développement... comme les glucides, les protéines et les lipides (**Azmir *et al.*, 2013; Guaadaoui *et al.*, 2014**).

Les molécules bioactives font partie de la chaîne alimentaire et impliquent des activités biologiques en provoquant ou déclenchant une réaction spécifique dans un tissu ou un organisme vivant, et présentent des effets bénéfiques pour la santé, qui dépendent de la substance utilisée, sa structure chimique et sa dose. Les molécules bioactives deviennent intéressantes à cause de leurs effets bénéfiques et possèdent une large gamme d'application dans plusieurs domaines : pharmacologie, phytothérapie, industrie agroalimentaire... etc. (**Guaadaoui *et al.*, 2014**).

- **Les effets des molécules bioactives**

Les molécules bioactives présentent des effets pharmacologiques et écologiques divers parmi lesquels : l'effet antioxydant : les molécules les plus étudiées sont les antioxydantes, dont un apport accru aide et protège les cellules d'un organisme des effets nocifs des radicaux libre ainsi de prévenir de nombreuses maladies chroniques, notamment le cancer et les maladies cardiovasculaires. En outre, l'effet antithrombotique et vasodilatateur, antiallergique, antimicrobien, antifongique, anticancérigène, anti-inflammatoire, antidiabétique, anti-obésité, antisolaire et anti-âge. La capacité antioxydante est le lien principal entre les différentes propriétés biologiques (**Biesalski *et al.*, 2009; Anoma Chandrasekara et Fereidoon Shahidi., 2018 ; Mendes dos Santos *et al.*, 2021**).

➤ Un deuxième groupe des molécules bioactives doit être identifié, c'est le groupe des **métabolites secondaires**.

II. Métabolites secondaires

L'utilisation des plantes pour l'homme depuis l'antiquité illustre en fait l'histoire des molécules bioactives. Au début, les plantes sont utilisées à des fins nutritionnelles, mais après la découverte des ingrédients actifs en médecine dans les plantes, cette flore est devenue une source utile de guérison des maladies et porte des bénéfices pour la santé humaine. Dans les plantes, les éléments bioactifs sont appelés les métabolites secondaires.

Les **Métabolites secondaires** sont des extraits phytochimiques, ou un groupe de composés végétaux de structures chimiques particulière, autres que les métabolites primaires souvent produits dans une phase ultérieure à la croissance principalement au cours de besoin, donc qui ne sont pas nécessaires au fonctionnement quotidien de la plante, mais jouent un rôle **écologique** important dans la compétition, la défense, l'attraction et la survie de la plante dans son environnement. Les métabolites secondaires ont des effets **pharmacologiques** sur le système biologique, donc ils sont des substances bioactives qui doivent être identifiés et développés afin de compléter une alimentation équilibrée (**Azmir et al., 2013**).

On distingue trois catégories principales des composés bioactifs des plantes:

- Les terpènes et terpénoïdes environ 25 000 types.
- Les alcaloïdes environ 12 000 types.
- Les composés phénoliques environ 8 000 types.

III. Les molécules bioactives de la parche

Les molécules bioactives de la parche appartiennent à des familles, qui sont classées en fonction de leurs structures et leurs propriétés particulières. Les rares informations disponibles indiquent que la parche es riche en :

1. Fibres alimentaires

Les fibres alimentaires (FA) sont des polysaccharides d'origine végétale, c'est la fraction alimentaire qui n'est ni digérée ni absorbé par le système digestif humain mais fermenté par le microbiote colique.

La parche comprend un mélange complexe des fibres insolubles (bien plus élevé que les autres sous-produits du café) (92,6%), qui sont associés aux glucides (**Figure 08**): (**Benitez et al., 2019**).

- **La lignine (33 – 35%)** : est une biomolécule d'une structure riche en cycles aromatiques présente dans la parche avec ;
- **La cellulose (40 – 49%)** : qui est le biopolymère le plus abondant dans la parche, formé par des chaînes linéaires de glucose, avec une structure ordonnée, résistante et avec une haute stabilité thermique (**Reis *et al.*, 2020**).
- **Xylane (hémicellulose 25 – 32%)** : est le principal polysaccharide de l'hémicellulose trouvé dans la parche, dépolymérisé en xyloses par une enzyme appelée xylanase (**Iriondo-DeHond *et al.*, 2019 ; Acosta-Fernandez *et al.*, 2020**).

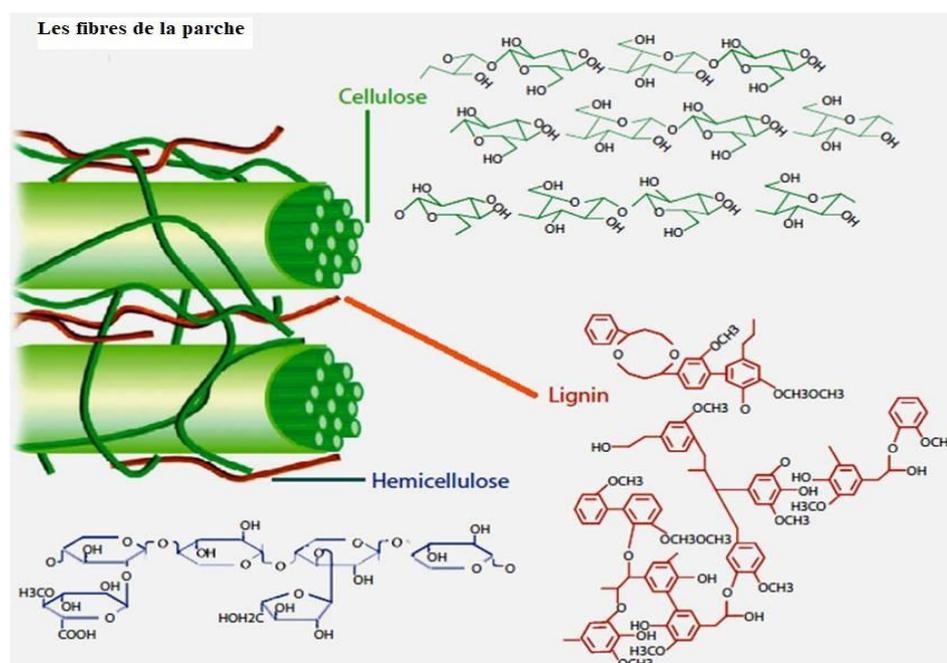


Figure 08 : Structures chimiques des fibres de la parche (**site 07**)

Les fibres alimentaires exercent des effets physiologiques bénéfiques pour la santé humaine. Cela dépend des propriétés physico-chimiques, de la composition et des caractéristiques structurales des parois cellulaires végétales.

Les fibres alimentaires sont considérées comme une fraction alimentaire avec :

- **Des propriétés antioxydantes** : lorsque les composés phénoliques sont liés avec les FA, ils restent intacts en traversant tout l'appareil digestif sans être digérés ou absorbés, en atteignant le côlon, ils sont fermentés, produisant des métabolites et favorisant une activité antioxydante qui protège l'organisme. Les FA fournissent plusieurs effets sur le tractus gastro-intestinal, et il a des effets préventifs spécifiques contre certaines maladies, comme le cancer du côlon (**Benitez *et al.*, 2019**).

- **Effet hypoglycémiant :** les FA ont la capacité de réduire l'augmentation de la glycémie postprandiale, en réduisant la disponibilité du glucose dans la lumière intestinale, ainsi que leur absorption dans le tractus gastro-intestinal. Les FA peuvent retarder la digestion et diminuer la vitesse d'absorption des glucides et leur diffusion en augmentant leur temps de digestion à travers l'inhibition de l'activité de l' α -amylase intestinale grâce à la viscosité des polysaccharides et du piégeage du glucose dans la matrice formée par des particules de fibres insolubles. Ce qui par conséquent, réduit l'augmentation de la glycémie postprandiale.

- **Effet d'hypocholestérolémie:** les cholestérols peuvent se lier aux fibres de la parche. L'ionisation du groupe hydroxyle sur la fibre joue un rôle important dans la liaison avec le cholestérol. Plus précisément, plus le degré d'ionisation du groupe hydroxyle des fibres est élevée plus la liaison avec le cholestérol est importante. Donc les xylanes et la lignine de la parche ont une capacité de liaison plus élevée avec de cholestérol à pH neutre grâce au taux élevée d'ionisation du groupe hydroxyle (**Benítez *et al.*, 2021**).

2. Composés phénoliques

Les composés phénoliques ou polyphénols sont des composés phytochimiques constitués d'un cycle aromatique avec différents degrés d'hydroxylation, synthétisés dans les plantes par la voie de l'acide shikimique et la voie de l'acide malonique (**Azmir *et al.*, 2013 ; Benítez *et al.*, 2021**).

Les polyphénols englobent une énorme classe d'environ 8 000 composés phytochimiques identifiés et ce nombre est toujours en augmentation. Ils peuvent être divisés en sous-groupes en fonction des composants structurels. Leur teneur et influencée par des facteurs environnementaux et le degré de maturité. Ils sont synthétisés pour la défense et la protection contre les agents pathogènes et les rayons UV (**Bernhoft., 2008 ; Mendes dos Santos *et al.*, 2021**).

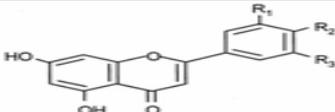
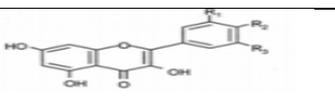
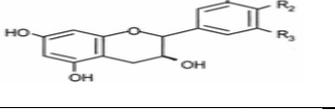
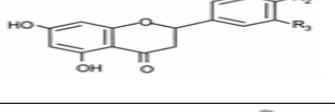
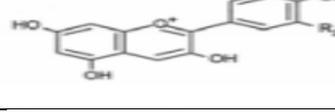
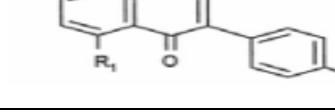
Les polyphénols extraits de la parche ont des capacités antioxydantes élevées des activités antimicrobiennes, et régulent le glucose et le métabolisme des lipides. Ils peuvent retarder la digestion et la vitesse d'absorption des glucides par l'augmentation de son temps de digestion en inhibant l'activité de l' α -amylase intestinale. Et par conséquent, réduire l'augmentation de la glycémie postprandiale (**Benítez *et al.*, 2021; Mendes dos Santos *et al.*, 2021**).

Les composés phénoliques libres dans la parche regroupent :

2.1. Flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des composés phénoliques simple ou glycosylés trouvés naturellement dans les plantes. Ils sont constitués d'une structure à trois anneaux, synthétisés par condensation d'un composé phénylpropanoïde avec trois molécules de malonyl coenzyme A. On distingue 6 sous-classes principales des flavonoïdes : les flavones, les flavonols, les flavanols (cathéchines et proanthocyanidines), les flavanones, les anthocyanes et les isoflavones (**Tableau 03**). Les proanthocyanidines et les isoflavones appelés encore phytoestrogènes (produites par des espèces de Fabacées) sont des oligomères de flavonoïdes. Tous les composés contiennent des groupes phénol dans leurs structures impliqués dans un **effet antioxydant**. Certains flavonoïdes sont impliqués dans la **réduction de l'inflammation** ou la **cancérogénicité**. Les flavonoïdes donnent de la couleur et de la saveur à une large gamme des végétaux (**Bernhoft., 2008**).

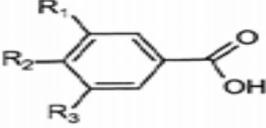
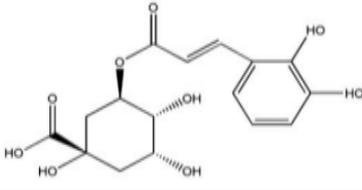
Tableau 03 : structure chimique des principaux sous-classes des flavonoïdes (**Bernhoft., 2008**)

Sous-classe	Caractéristiques	Structure chimique
Flavones	Dépourvues de groupe hydroxyle en troisième position	
Flavonols	présents sous forme d'aglycones.	
Flavanols	O	
Flavanones	Dépourvues de groupe hydroxyle	
Anthocyanes	O	
Isoflavones	Les plus couramment trouvés dans l'alimentation humaine	

2.2. Les acides phénoliques

Les acides phénoliques sont des composés naturels qui peuvent être divisés en deux sous-classes: les acides hydroxybenzoïques et les acides hydroxycinnamiques et leurs concentrations diminuent pendant la maturation (**Tableau 04**) (**Bernhoft, 2008 ; Anoma Chandrasekara et Fereidoon Shahidi., 2018**).

Tableau 04 : les principaux acides présents dans la parche (**Bernhoft., 2008 ; AL-Asmari et al., 2020**)

Sous-classe	L'acide présent dans la parche	Structure chimique
Acides hydroxybenzoïques	Acide gallique	
Acides hydroxycinnamiques	Acide chlorogénique	

Les acides hydroxycinnamiques les plus courants dans les sous-produit du café et notamment la parche sont : les acides chlorogéniques (**Benítez et al., 2021**).

Les acides chlorogéniques (ACG) sont un groupe de composés phénoliques appartient à la famille des esters formés par trois principaux acides : l'acide hydroxycinnamiques, l'acide caféique et l'acide quinique. La présence des ACG est élevée par rapport à d'autres molécules (**Silva et al., 2020 ; Mendes dos Santos et al., 2021**).

La parche de café est considérée comme une source riche en acides phénoliques qui possèdent divers avantages pour la santé.

- **Effet antioxydant** : l'acide chlorogénique, gallique et sinapique présentent une activité antioxydante élevée, car ils possèdent dans leurs structures chimiques des anneaux phénoliques capables de se lier à des molécules et agissent comme des piègesurs des ions métalliques et les radicaux libres (**Hejnaet, 2021**).

- **Activité neuroprotectrice** : l'acide chlorogénique est devenu un agent neuroprotecteur contre la pathologie de la maladie d'Alzheimer qui est à cause d'un déficit cholinergique. L'acide chlorogénique exerce une activité inhibitrice contre l'acétylcholinestérase et butyrylcholinestérase. Donc il représente un traitement efficace pour cette maladie (**Socala et al., 2020**).

- **Activité antimicrobienne et antifongique** : les acides chlorogéniques, peut également conférer une protection contre l'altération microbienne et antifongique (**Oliveira et al., 2021**).

- **Activité antibactérienne** : une teneur élevée en polyphénols déstabilisent les membranes cellulaires des bactéries. Cette activité dépend de différents facteurs tels que les composés actifs et la structure de la membrane bactérienne. L'extrait des composés phénoliques inhibe la croissance de plusieurs bactéries testées, notamment les bactéries Gram positif. La présence d'acide chlorogénique et de caféine est à l'origine de cette activité bactériostatique.

- **Effet anti-ride** : les acides chlorogéniques provoquent une forte inhibition de la collagénase, une enzyme qui dégrade la collagène et par conséquent la diminution de l'élasticité.

- **Activité photoprotectrice** : l'acide chlorogénique est une molécule photostable présente un facteur de protection UVA d'environ 92%, et un SPF qui varie entre 10 et 146 selon sa concentration (**Mendes dos Santos et al., 2021**).

De plus, les acides phénoliques présentent d'autres activités biologiques, notamment l'activité anti-inflammatoire, la modulation de métabolisme du glucose et des lipides (**Rebollo-Hernanz et al., 2021**).

2.3. Les tanins

Les tanins sont un groupe hétérogène de composés phénoliques très largement diffusés dans le règne végétal, de structure chimique très différentes, ils possèdent des groupes phénoliques et des cycles aromatiques dont le nombre dépend du poids moléculaire qui varie entre 500 et 20 000 Da. Les tanins sont de nature hydrophile car ils présentent beaucoup de groupes hydroxyle dans leurs structure (**Fraga-Corral et al., 2021**).

Il existe deux types distinctes des tanins sont classés selon leur caractéristiques chimiques et leurs propriétés structurelles en deux classes principales :

Les molécules bioactives de la parche

- Les tanins hydrolysables (HT) : des polymères comportant un noyau monosaccharidique, ainsi que plusieurs dérivés de catéchine qui y sont attachés.
- Les tanins condensés (CT) ou proanthocyanidines : qui sont de gros polymères de flavonoïdes (**Bernhoft., 2008 ; Fraga-Corral et al., 2021**). (**Figure 09**)

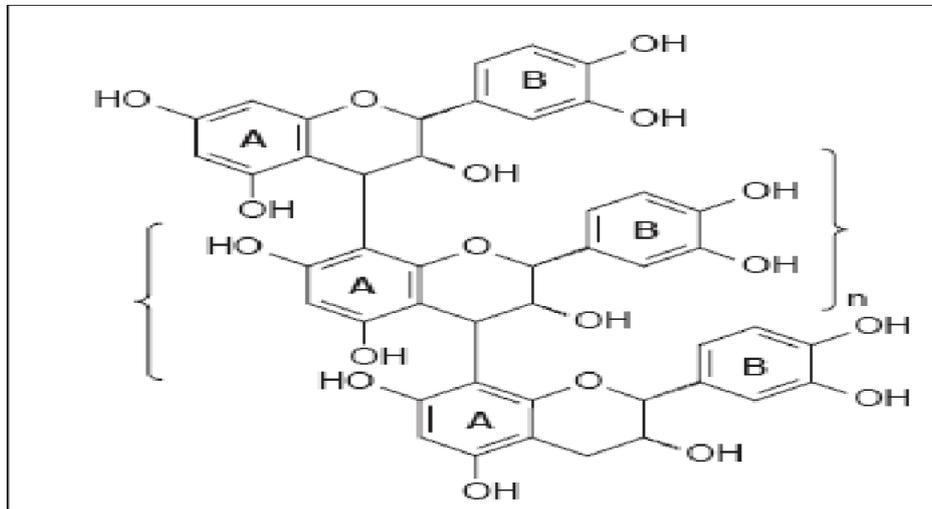


Figure 09 : Structure chimique des tanins condensés (**site 08**)

Les deux types de tanins partagent la plupart de leurs propriétés, l'une des seules exceptions étant l'instabilité des tanins hydrolysables, ainsi que leur plus grand potentiel de toxicité. La solubilité dans l'eau est restreinte et dépend de la taille de la molécule de tanin. Les tanins se lient indistinctement aux protéines. Ils peuvent aussi être utilisés en cas de diarrhée, de saignements cutanés et de transsudats (**Bernhoft., 2008**).

Dans la plante, les tanins jouent un rôle photoprotecteur contre les rayons UV, et sont considérés comme une barrière de défense contre des conditions environnementales, telles que la sécheresse.

Les tanins présents dans la parche sont les tanins condensés qui exercent des activités biologiques différentes, qui sont bénéfiques pour la santé et leur confèrent un grand potentiel d'utilisation dans différents domaines tels que : le domaine de la médecine, l'industrie pharmaceutique et l'industrie alimentaire. L'activité la plus pertinente est :

- **L'activité antioxydante** : les tanins sont des inhibiteurs de la peroxydation lipidique et des piègeurs de radicaux libres (**Fraga-Corral *et al.*, 2021**).

Les tanins sont capables de se lier et de précipiter les protéines. Il existe des tanins complexes qui sont considérés comme un troisième groupe (**Anoma Chandrasekara *et Fereidoon Shahidi.*, 2018**)

Les tanins pourraient être utilisés comme antioxydants naturels dans l'industrie alimentaire (**Fraga-Corral *et al.*, 2021**).

3. Les alcaloïdes

Les alcaloïdes sont des composés hétérocycliques complexes, d'origine naturelle et de distribution limitée, et se distinguent des autres composés phytochimiques par la présence d'un atome d'azote basique, et leur goût amer. Leur concentration dans une plante varie d'une partie à l'autre (**Bernhoft., 2008 ; Bribi., 2018**).

Les alcaloïdes sont produits par les acides aminés aromatiques et par les acides aminés aliphatiques, et forment un vaste groupe d'environ 12 000 composés phytochimiques, et se divisent en : proto-alcaloïdes et les pseudo-alcaloïdes (**Azmir *et al.*, 2013 ; Bribi., 2018**).

Selon la source et la nature chimique, les alcaloïdes sont divisés en grands groupes et chacun de ces groupes est subdivisé en plusieurs sous-groupes. Les groupes sont les suivants : pyrrolidine, pyridine, quinoléine, isoquinoline, indole, quinazoline, stéroïdiens, diterpénoïdes et autres alcaloïdes (**Bribi., 2018**).

Les alcaloïdes présentent des activités biologiques diverses parmi lesquelles : l'activité antioxydantes, analgésiques et anti-inflammatoires. Ainsi, une activité antitumorale, une activité antivirale, et autre.

Le principal alcaloïde présent dans la parche du café, est la caféine (58mg/g) (**Littardi *et al.*, 2020**).

- La caféine

La caféine ou 1,3,7-triméthylpurine-2,6-dione : est un métabolite secondaire classée en alcaloïde purique en raison de sa structure chimique et fait partie de la famille des Methylxanthine (**Bernhoft., 2008 ; Bribi., 2018**).

La caféine est une substance hydrophile et poss-ede une structure chimique stable à la chaleur. C'est un psychostimulant le plus utilisé au monde (**Figure 10**) (**Socala *et al.*, 2020**; **Mendes dos Santos *et al.*, 2021**).

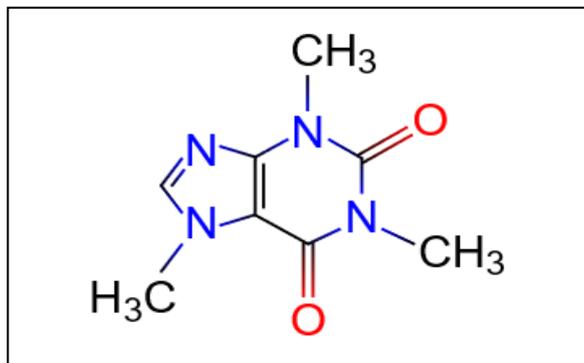


Figure 10 : Structure chimique de la caféine (**Site 09**).

La caféine exerce des effets pharmacologiques puissants parmi lesquels :

- **Effet stimulateur et neuroprotecteur** : la caféine stimule le système nerveux central (SNC), augmente la vigilance, et réduit les symptômes liés à la maladie de Parkinson, protège des troubles de mémoire, de la dégénérescence neurale et réduit le risque de maladie d'Alzheimer, en régulant la neurotransmission excitatrice dans le cerveau et contrôle du mouvement et du comportement.
- **Effet anti-diabétique**: la caféine peut réduire l'étendue du diabète de type 2, grâce à sa sensibilité accrue à l'insuline et à une diminution de la durée de stockage du glucose.
- **Effet anti-fatigue** : la caféine réduit la sensation de la fatigue, en augmentant la concentration de dopamine et agissant en synergie avec la noradrénaline. et une perception stimulée.
- **L'activité antioxydante et anticancérigène** : cet alcaloïde est comme les composés phénoliques, participe à la protection des cellules contre les dommages induits par les radicaux libres, ce mécanisme de protection est à la fois antioxydant et anticancéreux, car le cancer se développe à la suite d'une mutation d'ADN causés par des espèces réactives de l'oxygène (ROS). Aussi, il est connu que la caféine nuit à la libération de diverses cytokines pro carcinogènes (**Pereiraa *et al.*, 2020**).

- **Effets indésirables**

- **Effets complexes sur le système cardiovasculaire** : la consommation à long terme de la caféine peut augmenter le risque de maladies cardiovasculaires, elle provoque aussi l'hypertension artérielle

- **Insomnie et une dépendance légère (Esquivel et Jiménez., 2012).**

- **Effet toxicologique sur la reproduction** : il a été démontré qu'une dose élevée en caféine provoque des dommages génétiques au niveau des testicules, et par la suite une diminution des spermatozoïdes matures, en agissant sur les cellules testiculaires de Sertoli des hommes adultes (**Bernhoft., 2008**).

- **Métabolites primaires**

En outre des métabolites secondaires, il existe dans la parche deux autres composés bioactifs, mais avec des faibles teneurs. Ceux sont les métabolites primaires suivants :

4. Les protéines

Les protéines sont des macromolécules biologiques composés d'un enchainement d'acides aminés (20 acides amnés) reliés par des liaisons peptidiques, disposés et déterminés par le code génétique dans le noyau (ADN).

Chaque protéine a une séquence d'acides aminés spécifique, elle peut être constituée une seule ou plusieurs chaînes de polypeptides et par conséquent une fonction spécifique (**Harborne., 1998**).

Plus de leur rôle structurel dans les membranes cellulaires, elles assurent diverses fonctions biochimiques, impliquées dans la physiologie de l'organisme, nécessaires pour sa croissance et son développement ..., elles assurent aussi diverses activités biologiques telles que :

- **L'activité antioxydant** : une protéine entière ou un peptide peuvent présenter une forte capacité antioxydante, de réduction et de chélation pour les ions du fer pyrooxydants, ainsi pour la prévention des maladies liées au stress oxydatif. Les acides aminés hydrophobes tel que : Phénylalanine avec son cycle aromatique présente un piègeur efficace de radicaux libres. Mais, d'autres acides aminés comme : la Valine et la Leucine contribuent également à la propriété antioxydante, mais par des mécanismes ambigus (**Jin et al., 2020**).

- **Effet antimicrobien et antifongique** : certaines protéines et peptides possèdent des propriétés antimicrobiennes contre les bactéries pathogènes, et antifongiques contre

les champignons, en inhibant la germination des spores et la croissance des micelles du phytopathogène (**Jin *et al.*, 2020**).

- **Effet antitumoral** : certains peptides d'origine alimentaire ayant des propriétés antitumorales. Des polypeptides contribuent à l'inhibition de la prolifération des cellules de cancer du sein. En outre, d'autres peptides ont la capacité de supprimer la prolifération d'autres cellules cancéreuses comme : l'hépatome et la leucémie. Tout effet dépend de la concentration de peptide et la période du traitement (**Jin *et al.*, 2020**).

5. Les lipides

Les lipides ou corps gras : sont des composés organiques de base pour notre alimentation. Ils sont caractérisés par leurs hydrophobicité dans l'eau et appelés hydrophobes, mais solubles dans les solvants organiques comme l'éther (**Sikorski et Kolakowska., 2010**). Ils jouent un rôle structurel et exercent plusieurs activités biologiques, parmi lesquelles :

- **L'activité antioxydante** : les doubles liaisons insaturées des lipides possèdent une réaction antioxydante, qui ne peut initier sauf si un radical est généré. Une fois les radicaux libres sont générés, une série de réactions successives appelé auto-oxydation peut se produire où les atomes d'hydrogène adjacents aux doubles liaisons de carbone dans les lipides sont éliminés par les radicaux. Les produits de l'auto-oxydation lipidique subit une dégradation et des réactions complexes avec d'autres molécules, et par la suite leur élimination (**Sikorski et Kolakowska., 2010**).

6. Les minéraux

La parche est une source riche en ions métalliques suivants :

Calcium : est l'élément le plus étudié des minéraux. Il est essentiel et très important pour le métabolisme et la formation des os. Plus de 99% du calcium corporel total se trouve dans les os et les dents, où il fournit une force au tissu osseux et au tissu dentaire. Le calcium a plusieurs autres rôles dans différents autres tissu, comme le tissu musculaire où il est médié dans la contraction, la vasodilatation vasculaire, la transmission nerveuse. En outre, il est

impliqué dans la signalisation intracellulaire et la sécrétion hormonale. Son réservoir et sa source dans l'organisme est au niveau des os.

Le calcium ionisé est libéré de l'os vers le sang pour maintenir l'homéostasie. Sa libération est liée à la vitamine D. En états de carence de cette dernière, l'absorption de calcium au niveau de tissu osseux est réduite. Un changement de niveau de calcium ionisé est détecté par son récepteur de détection dans la glande parathyroïde. Cela conduit à la sécrétion de PTH qui active par la suite 1α -hydroxylase dans le rein, qui convertit la vitamine D en calcitriol qui stimule l'absorption accrue du calcium par l'intestin (Del Valle et al., 2011).

Le calcium avec le potassium, sont des éléments très essentiels qui assure l'équilibre hydrique et électrolytique et qui fournit la solidité aux os, et maintient le bon fonctionnement des muscles et des nerfs (Bratovcic., 2020).

NPK (Azote ; Potassium ; Phosphore)

- **Azote (N)** : est un élément fertilisant essentiel à la production de tiges, de feuilles et de fruits. Il est plus efficace pendant la saison des pluies et surtout lorsque le sol est pauvre des autres nutriments. La quantité d'azote nécessaire pour la fertilisation dépend des conditions locales et le niveau de rendement attendu (Pinkert., 2004).

- **Potassium (K)** : est le deuxième élément nutritif fertilisant nécessaire à la croissance de la plante, mais surtout au développement du fruit. Il est mobile à l'intérieur de la plante. Le potassium agit contre le Magnésium et le calcium (Zoca et al., 2014).

Phosphore (P) : C'est un élément nutritif important pour la croissance des plantes. Il accélère principalement le développement et la croissance des racines. Les plantes adultes ont besoin de plus de N et K, que de phosphore, une carence peut tout de même survenir dans des conditions extrêmes (sèche ou humide) (Pinkert., 2004).

De même que pour le calcium, les minéraux N, P et K sont aussi présent dans la parche de café en quantité considérable. Dans le domaine agronomique, afin de fertiliser le sol, la parche peut être utilisée entièrement afin qu'elle relargue son contenu en minéraux dans le sol, comme on peut aussi passer par des méthodes d'extraction qui nous faciliteront leur utilisation dans différents domaines (Sinha et Tandon., 2020).

Chaque effet pharmacologique de la parche est due à sa composition chimique complexe, dans laquelle ses composés sont présents en tant que composants bioactifs majeurs qui peuvent avoir les mêmes effets pharmacologiques et agissent en synergie. L'efficacité augmente, grâce à cette action synergique.

Il est possible de conclure que la parche a un grand potentiel pour être utilisés dans différentes industries comme : l'industrie pharmaceutique, alimentaire, cosmétique... en plus de réduire l'impact environnemental (**Mendes dos Santos et al., 2021**).

L'utilisation des molécules bioactives dans divers secteurs commerciaux, ainsi leur teneur élevée dans les sous-produits qui est responsable d'une toxicité et cause des graves problèmes environnementaux lorsqu'ils sont jetés, Nécessite une stratégie potentiellement innovante pour valoriser les sous-produits du café, cette stratégie consiste à récupérer les composés phénoliques et les autres molécules bioactives qui présentent de nombreux avantages pour la santé par : (**Azmir et al., 2013 ; Rebollo-Hernanz et al., 2021**)

L'extraction.

Chapitre III :
Méthodes
d'extraction, de
séparation et de
purification des
molécules bioactives
de la parche de café

I. L'extraction

L'extraction est un procédé de séparation d'une substance à partir d'un mélange. C'est l'étape la plus importante à réaliser, puis une étape de purification s'ensuit pour l'élimination des impuretés, afin d'étudier : la quantité, la structure et l'activité biologique d'une biomolécule (Azmir *et al.*, 2013; Silva *et al.*, 2020).

Pour chacune des biomolécules, il existe plusieurs méthodes d'extraction : traditionnelles (conventionnelles) et modernes (non conventionnelles) **Figure 11**, et chaque méthode influe sur les résultats finals, mais aucune n'est considérée comme standard pour l'extraction. Donc une biomolécule nécessite la méthode adéquate pour son extraction. L'efficacité de quelconque méthode dépend essentiellement de plusieurs facteurs : la nature du composé, le solvant, la température, la pression et le temps.

Les méthodes les plus écologiques sont : les méthodes modernes, car elles utilisent moins des produits chimiques, consomment moins d'énergie, prend peu de temps, en plus un meilleur rendement et qualité d'extrait. Simultanément, les méthodes d'extraction traditionnelles, sont toujours considérées comme l'une des méthodes de référence pour comparer l'efficacité de la méthodologie nouvellement développée (Azmir *et al.*, 2013).

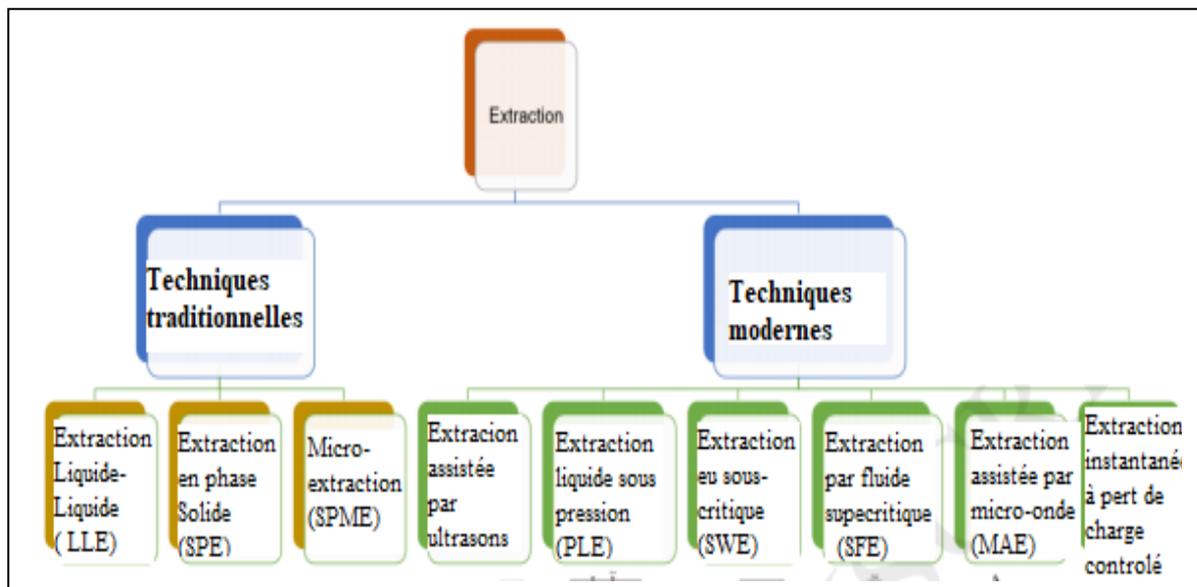


Figure 11 : les techniques d'extraction traditionnelles et modernes (Yahya *et al.*, 2018).

II. Séparation et Purification

La purification est un procédé essentiel après l'extraction, il consiste à éliminer les impuretés telles que les acides organiques et les sucres, qui peuvent interférer avec la quantification des substances à extraire, en utilisant différents moyens (**Silva et al., 2020**). parmi lesquels :

- **La filtration** : est un procédé mécanique qui sépare les constituants d'un mélange : des particules qui possède une phase solide, de la phase liquide où elles sont dispersées. Elle sépare les particules en fonction de leurs diamètres en utilisant : un filtre. Le liquide obtenu après filtration est appelé filtrat (**Andan., 2010**).
- **La centrifugation** : est une méthode par laquelle les constituants d'un mélange qui possède deux phases liquides ou un solide au sein d'un liquide, sont séparés selon leur densité en utilisant une centrifugeuse avec différentes vitesses de rotation (**Pomeranz et Meloan., 1994**).

- **La chromatographie** :

C'est une technique physico-chimique où les molécules sont séparées en fonction de leur taille, forme et charge. Au cours de la chromatographie, les molécules à analyser se trouvent dans un solvant et passent à travers une phase solide qui agit comme un matériau de tamisage. Au fur et à mesure que la molécule passe au tamis moléculaire, elle se sépare. La chromatographie sur papier et sur couche mince sont les techniques chromatographiques qui fournissent facilement des informations qualitatives et grâce auxquelles il devient possible d'obtenir des données quantitatives (**Coskun., 2016**).

Il existe plusieurs types de chromatographies qui sont :

- La chromatographie d'adsorption est basée sur les interactions du soluté avec la phase stationnaire. Les sites actifs de cette phase interagissent avec les groupements fonctionnels de la molécule à séparer par des liaisons non covalentes et non polaire, des interactions de Van der Waals et hydrophobes. Les composés qui ne se lient pas à cette phase sont élué en premier par la phase mobile et ainsi séparé ou purifié.
- La chromatographie de partage : dans celle-ci les molécules à séparer interagissent avec deux phases liquides non miscibles suivant leur solubilité relative. Ce procédé est aussi appelé la chromatographie liquide/liquide.

➤ La chromatographie échangeuse d'ions : permet la séparation des ions et des molécules polaires en se basant sur les propriétés électriques des molécules.

➤ La chromatographie d'affinité : où les séparations sont basées sur des liaisons spécifiques entre l'interaction entre une paire de molécules comme une macromolécule et son substrat, son cofacteur, son effecteur allostérique ou encore son inhibiteur. Durant cette chromatographie un mélange de substance est mis dans la colonne. Les substances qui n'ont aucune affinité avec le ligand sont élués grâce à un tampon et les molécules d'intérêts restent attaché au ligand.

La grande spécificité des molécules à leur ligand, fait que le facteur de purification par cette chromatographie peut atteindre 1000 à 10000 lors d'un seul passage contrairement aux autres techniques chromatographiques préalablement cités où le facteur de purification ne peut atteindre que 20, ce qui nous oblige à refaire plusieurs passage sur la colonne afin d'obtenir notre molécule purifié (**Hebert, 2000 ; Ingle et al., 2017**).

➤ La chromatographie d'exclusion : ou gel filtration ne fait intervenir aucune force chimique entre les solutés de la phase mobile et la phase stationnaire et donc les molécules sont séparés selon leur taille grâce à la présence de minuscules billes poreuses.

➤ La chromatographie sur papier où le papier est inerte. Le seul avantage de cette technique est qu'on peut utiliser un simple morceau de papier filtre qui agirait comme support et moyen de séparation. Celle-ci est basée sur le phénomène de capillarité que le solvant utilise pour traverser le papier tout en déplaçant avec lui les solutés qui y sont solubles.

➤ La chromatographie sur couche mince comparée à la chromatographie sur papier à plus d'avantages à savoir la polyvalence, la rapidité et la sensibilité. La CCM est une chromatographie d'adsorption où les échantillons se séparent selon les interactions sur la couche mince (silice, sephadex, aluminium, célite ou cellulose). Cette technique est souvent utilisée pour les molécules à faible poids moléculaire.

➤ La HPCCM (ou CCM à haute performance) est une chromatographie plane qui sépare les composés grâce à une couche mince ultra performante avec un module de détection et d'acquisition des données. Ces couches minces ultra-performantes sont préconçues et sont revêtues d'un sorbant d'une granulométrie de 5 à 7 microns et d'une épaisseur de couche de 150 à 200 microns. La réduction de l'épaisseur de la couche et de la taille des particules augmente l'efficacité de la plaque ainsi que la nature de la séparation. La HPTLC donne un chromatogramme (**Srivastava, 2010**).

➤ La chromatographie en phase gazeuse : est la méthode de séparation des molécules volatiles. Dans cette méthode les molécules sont distribuées entre une phase liquide et une phase gazeuse. cette dernière est la phase mobile et le liquide est stationnaire. Cette technique nécessite que l'échantillon soit vaporisé avant son injection dans la colonne.

➤ La chromatographie liquide à haute performance (ou pression) (HPLC) est une technique analytique pour la séparation et la détermination des solutés organiques et inorganiques dans n'importe quel échantillon et spécialement ; biologique, pharmaceutique, alimentaire, environnementale ou industriel. La séparation est basée sur les interactions entre les particules solides entassées sur la colonne et le solvant de la phase mobile.

Les HPLC modernes utilisent une phase solide apolaire, comme la C18 et une phase liquide polaire, généralement un mélange d'eau et un autre solvant. La haute pression plus de 400 bars est requise pour l'élution de la molécule à analyser à travers la colonne avant qu'elle traverse un détecteur à barrette diode (DAD). Celui-ci mesure l'absorption des molécules pour leur identification.

➤ la chromatographie laminaire à performance optimum (OPLC) : est un nouveau concept qui combine les avantages de la CCM et la HPCCM. L'OPLC est une puissante technique de séparation par chromatographie liquide qui combine l'interface conviviale et la résolution de la HPLC avec la capacité de la chromatographie flash et la multidimensionnel de la CCM. L'OPLC est basé sur le même principe que les autres techniques chromatographiques en plus d'une pompe utilisée pour forcer une phase mobile liquide à travers une phase stationnaire, telle que la silice ou un milieu de phase liée (C8, C18, amino-cyano, diol et échange d'ions). La structure du boîtier de la colonne OPLC permet d'utiliser des colonnes planes de la même manière que les colonnes cylindriques en verre ou en acier inoxydable. La colonne plate est pressurisée jusqu'à 50 bars et la phase mobile y est forcée à vitesse linéaire constante via une pompe de refoulement de solvant (**Ingle et al., 2017**) .

➤ Une fois ce molécules bioactives séparés et purifié, vont être identifié à travers différentes méthodes de détection à savoir ; le spectroscopie infra-rouge à transformé de fourier (FTIR), la spectrométrie de masse (SM) ou encore la résonance magnétique nucléaire (RMN)

III. Méthodes d'extraction

La parche de café est l'un des sous-produits du café les moins étudiés (Oliveira et al., 2021).

La parche de café est riche en molécules bioactives qui sont extraites par plusieurs techniques, dont certaines sont appliquées sur la parche et d'autres qui sont appliquées chez d'autres sous-produits et qui peuvent être réalisées dans les futures recherches de la parche.

1. Extraction des fibres

1.1. Méthode enzymatique-gravimétrique

- **matériels** : Après traitement humide de *Coffea arabica*, la parche de café a été broyée, tamisée et utilisée sous forme de flocons et farine obtenue a été stocké avec les flocons sec et frais jusqu'à l'extraction et l'analyse.
- **Principe** : l'élimination de l'amidon et des composants protéiques, en utilisant trois enzymes : α -amylase thermostable, protéase et amyloglucosidase dans des conditions d'incubation différentes.
- **Étapes** : Après la digestion enzymatique et l'élimination des composants non fibreuses, la fraction des fibres alimentaires reste intacte (non digestible).

Séparation : les fractions des fibres insolubles sont séparées des autres résidus par filtration, puis une précipitation avec de l'éthanol pour éliminer les fibres solubles (Benitez et al., 2019).

Avantage : L'utilisation de produits chimiques corrosifs est inutile.

1.2. Méthode d'extraction de l'eau

- **Matériels** : les mêmes échantillons stockés de flocons et de farine de la parche de la méthode précédente ont été utilisés.
- **Principe** : la température, l'agitation et la granulométrie sont les paramètres clé de cette technique. Aucune enzyme n'a été utilisée.
- **Les étapes** : l'application de cette méthode a été effectuée avec les mêmes températures et la même durée de la méthode précédente, sans utilisation des enzymes. Un mélange d'échantillon avec 40ml de l'eau désionisée a été incubés pendant 1h à 60°C et 30 minutes à 100°C.

Séparation : Après incubation, une filtration a été effectuée pour séparer les résidus insolubles.

- **Résultats**

La farine de parche présente une teneur 91% en fibres alimentaires, légèrement plus élevée de celle des flocons 89%. La nature botanique de parche de café conduit à explorer deux procédures d'extraction de FA avec ou sans utilisation d'enzymes. Le rendement de l'extraction aqueuse produit 86% de FAI et l'extraction enzymatique 89% des (FAT) (Benitez *et al.*, 2019).

L'extraction des fibres insolubles ne nécessite pas forcément l'utilisation d'enzymes.

1.3. Extraction des fibres par extrusion

- **Matériels :** la même farine de la parche de café obtenue dans les méthodes précédentes.
- **Principe :** utilisation d'une extrudeuse pour l'extrusion.
- **Etapas :** une extrudeuse avec les caractéristiques particulières a été utilisée pour réaliser l'extrusion de la farine de la parche. Cette dernière a été traitée à différentes températures et degrés d'humidité . Après extrusion, le produits final a été broyé et stocké dans des sacs en plastique à -20 ° C jusqu'à l'analyse.

Séparation : l'extrusion est une technique qui permet l'extraction et donc la séparation des fibres alimentaires et des composés phénoliques les uns des autres.

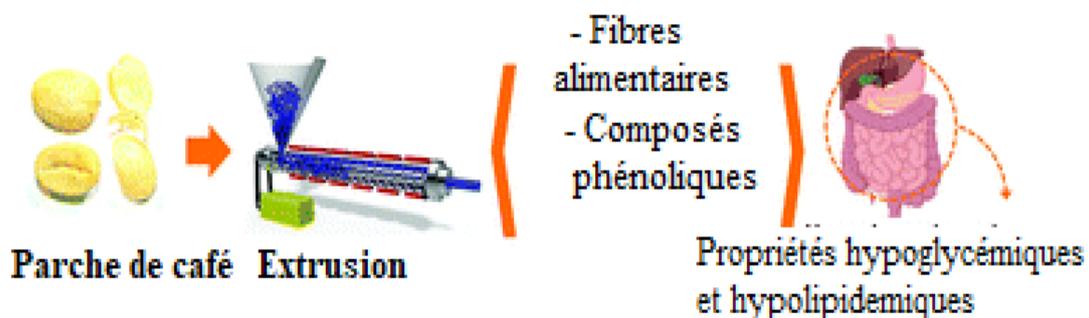


Figure 12 : extrusion des fibres alimentaire de la parche et ses effets bénéfiques pour la santé (Benítez *et al.*, 2021).

- **Résultats**

La teneur des fibres alimentaires de la farine de parche n'a pas été modifiée par l'extrusion, tandis que ses propriétés physico-chimiques et fonctionnelles ont été améliorées à haute température (175°C) et humidité (25%). Une solubilité légère et donc perte de FA a été produite par ce procédé. Les effets de l'extrusion dépendent de la substance à extruder et aux paramètres.

L'extrusion peut hydrolyser les liaisons glycosidiques dans les hémicelluloses ou celluloses et les liaisons éther de la lignine.

Comme dans la parche non extrudée, les FAI est la seule fraction qui a été détectée dans la farines de la parche extrudée, dont la teneur dépend de la température et le degré de l'humidité.

La teneur la plus élevée en FAI était 84. après traitement à 160-175 ° C et à 25% d'humidité. L'extrusion donne des substances poreuses. De bonne propriétés de gonflement ont été détectées dans la farine de parche extrudée. Lors de son incorporation dans un aliment, elle fournit une hydratation avec des effets physiologiques bénéfiques (**Benítez et al., 2021**) :

L'extrusion favorise la libération des FAI de la parche et permet l'utilisation de la farine de la parche comme ingrédient alimentaire fonctionnel.

1.4. Extraction des xylanes par autohydrolyse

- **Matériels** : La parche de café.
- **Principes** : l'obtention de xylane extrait de la parche de café par autohydrolyse.
- **Étapes** : une autohydrolyse sous chauffage jusqu'à 180°C a été effectuée en utilisant un réacteur de la série Parr-455 d'un volume de 3.75 l dans lequel la parche a été mise avec l'eau qui est le solvant d'extraction pour obtenir le xylane. Ensuite sous l'effet de l'échange de chaleur avec l'eau, le réacteur a été refroidi à température ambiante.

Purification : une filtration de la fraction liquide, puis une concentration à l'aide d'un Évaporateur rotatif. L'hydrolysate concentré a été congelé à -23 °C puis lyophilisé à -80 °C.

- **Résultats**

Obtention de xylane purifié (**Acosta-Fernandez et al., 2020**).

1.5. Extraction de la lignine et de l'hémicellulose

- **Matériel** : des fibres de la parche de café ont été broyées. Les flocons et la farine obtenues ont été stockés secs et frais jusqu'à l'analyse.
- **Les solvants utilisés** : éthanol, toluène, H₂SO₄, KOH.
- **Principe** : substrat : un extrait de 4g de parche a été préparé par l'extraction de Soxhlet, en utilisant un mélange de solvants éthanol et toluène (150 ml). Ensuite, l'extrait a été séparé, séché dans une étuve et pesé.
- **Etapas**

Extraction de la lignine : 1g de Substrat a été mise dans un mortier, et on y ajoute 17 ml d'une solution d'acide sulfurique (H₂SO₄) à 72%. Le tout a été agité vigoureusement jusqu'à une totale solubilisation. 24h plus tard, on dilue ce matériel hydrolysé avec l'eau désionisée pour obtenir une concentration de 4% d'acide sulfurique. On le chauffe ensuite au reflux pendant 4h. on le filtre, lavé à pH neutre puis on sèche dans un four à 105 °C pendant environ 2 h.

Extraction de l'hémicellulose : pendant 24h et à 25° C, une solution à 24% de KOH a été utilisée pour extraire le substrat. Puis un lavage des extraits avec de l'eau distillée s'ensuit, à un pH constant et enfin un séchage dans une étuve pendant 3h à 105 °C.

- **Résultats**

Une analyse thermogravimétrique montre que la dégradation thermique la plus difficile est celle de la lignine contrairement à celle de l'hémicellulose qui était facile. Avec une perte de masse de lignine et de l'hémicellulose 9,8% et 3% respectivement.

La méthode d'extraction par solvant provoque une amélioration de la stabilité thermique qui est un paramètre important pour le choix de la nanoparticule (**Reis et al., 2020**).

L'extraction par traitement alcalin suivi d'une explosion à la vapeur et traitement mécanique, montre une grande efficacité pour éliminer l'hémicellulose et la lignine.

1.6. Extraction de la cellulose

- **Matériel** : des fibres de la parche de café ont été broyées et la farine obtenue a été stockée sèche et fraîche jusqu'à l'analyse.

Les fibres ont été analysées, déterminées et quantifiées.

- **Le solvant utilisé** : NaOH.
- **Principe** : traitement chimique par NaOH, puis mécanique par explosion à la vapeur.
- **Étapes** : deux traitements chimiques et un traitement mécanique successifs :

Traitement par solution NaOH : élimine une fraction de la lignine et de l'hémicellulose, et augmente la rugosité de la surface pour faciliter la pénétration de l'eau de vapeur par les fibres.

Explosion à la vapeur : est une technique thermodynamique pour décomposer la cellulose. Les fibres de la parche ont été traitées à l'eau chaude à 120°C, puis décompressées rapidement. Cela empêche la forte décomposition de la fibre de cellulose et **purifie** les produits finaux. Le reste de l'hémicellulose est hydrolysé et la lignine est dépolymérisée par ce procédé.

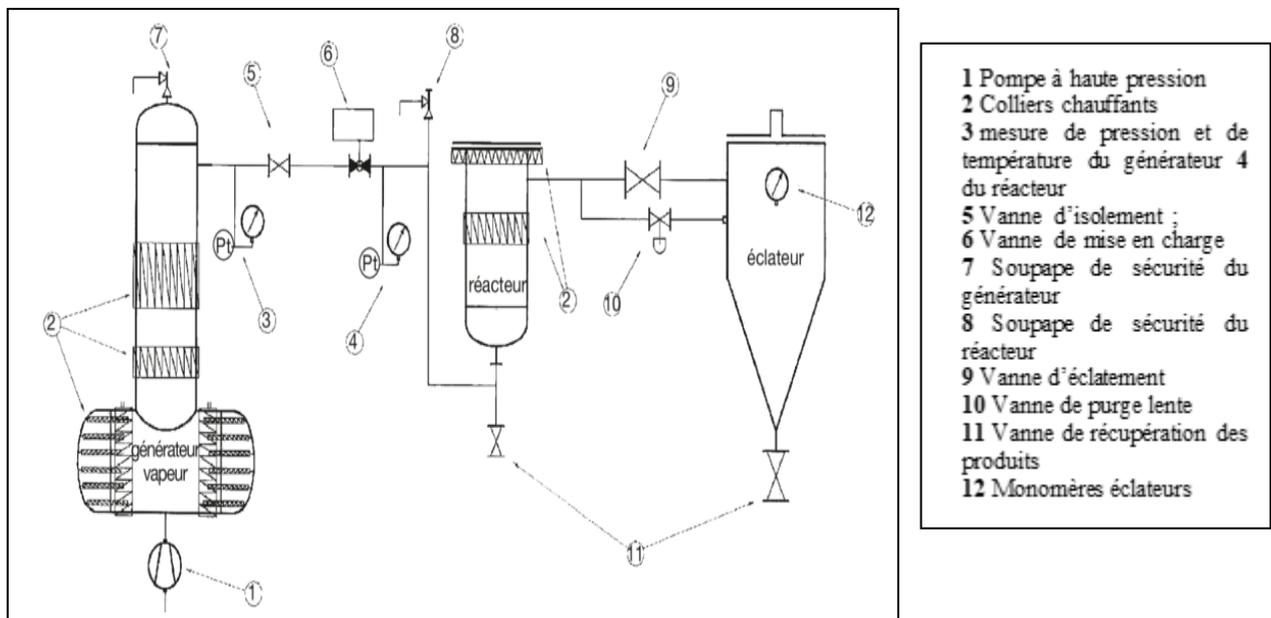


Figure 13 : Schéma général d'une explosion (site 10)

Traitement mécanique: les fibres de cellulose ont été cisailées mécaniquement pour produire une microfibrille de cellulose pure, plus parfaite et plus longue.

- **Résultats**

Le traitement alcalin forme des paquets de microfibrilles. Il améliore la structure cristalline des fibres, et ne modifie pas la stabilité thermique de la parche.

Ensuite, l'explosion à la vapeur dans des conditions douces est moins agressive et non destructive pour la fibre cellulosique et provoque sa séparation en micro et nanofibrilles séparées, qui renforcent le potentiel pour les biocomposants. De plus, elle consomme peu d'énergie. C'est un procédé prometteur et écologique.

Les conditions de l'explosion à la vapeur (le temps et la pression) dépendent de type et la qualité du produit final.

Après les traitements consécutifs : le rendement en microfibrilles obtenu était de 20,5 g / 100 g parche (**Reis *et al.*, 2020**).

- ❖ **Discussion**

Pour l'extraction des fibres alimentaires à partir de la parche du café on peut utiliser la méthode d'extraction par l'eau qui est simple, facile et indique que l'extraction des fibres alimentaires insolubles ne nécessite pas forcément l'utilisation d'enzymes. Ensuite, la méthode enzymatique est prioritaire et élimine l'utilisation des produits chimiques qui peuvent être corrosifs ou qui modifient la structure chimique et la quantité des composés et/ou réduisent leur propriétés bioactives (**Benitez *et al.*, 2019**).

Aussi l'extrusion est une autre technique simple et efficace pour l'extraction et la purification des fibres alimentaire et les composés phénoliques les uns des autres. A haute température elle augmente le rendement de composés phénoliques et leur propriétés physico-chimiques et fonctionnelles (**Benítez *et al.*, 2021**).

De plus, traitement alcalin améliore la structure cristalline des fibres, et ne modifie pas la stabilité thermique de la parche (**Acosta-Fernandez *et al.*, 2020**).

L'explosion à la vapeur est considéré comme procédé prometteur et écologique (**Reis *et al.*, 2020**).

2. Extraction des composés phénoliques

2.1. L'extrusion

L'extrusion est un procédé qui favorise la séparation et l'extraction de composés phénoliques de la matrice fibreuse.

- **Matériel** : le même matériel et principe de l'extrusion mentionnée précédemment ont été appliqués.
- **Etapas**

Extraction des composés phénoliques libres par méthanol : 50 ml de méthanol a été utilisé pour extraire 0.2g de l'échantillon. Après une sonication du mélange, agitation, et centrifugation, le surnageant a été collecté, évaporé, ensuite dissous dans le méthanol :HCl : eau, pour obtenir la fraction des composés phénoliques libres .

Extraction des composés phénolique liée : 10 ml d'hexane a été ajouté au culot et s'ensuit par une hydrolyse alcaline pendant 1 h à température ambiante.

L'extraction des acides phénoliques : avant l'extraction des acides phénoliques, le pH a été ajusté à 2 en utilisant l'acide HCl. Ensuite, la technique a été effectuée avec un mélange d'éther éthylique et d'acétate d'éthyle. L'extrait a été collecté, filtrés et évaporés. Enfin, la reconstitution de l'échantillon a été effectuée dans du méthanol: eau.

- **résultats**

Les résultats montrent une teneur de 6,5 mg EAG / g, après traitement de la farine de parche à 160-175 ° C et à 25% d'humidité, avec une capacité antioxydante plus élevée.

L'extrusion peut modifier les composés phénoliques et par conséquent leur fonctionnalité. Ainsi, elle affecte la teneur totale en composés phénoliques, où la température est le paramètre clé.

La fraction des composés phénoliques libres (CPL) était plus abondante à celle des composés phénoliques liés (60 à 87%). L'extrusion augmente 3 à 4 fois les composés phénoliques libres et double les composés phénoliques liés.

L'extrusion améliore les effets bioactifs des composés de la parche de café en séparant les composés phénoliques de la fraction des fibres.

Les acides phénoliques peuvent être libérés du xylane et lignine par : extrusion en hydrolysant les liaisons entre les CPL comme l'acide p-coumarique et les hémicelluloses ou la lignine, sous l'effet d'une haute température et pression (**Figure 14**) (**Benítez et al., 2021**).

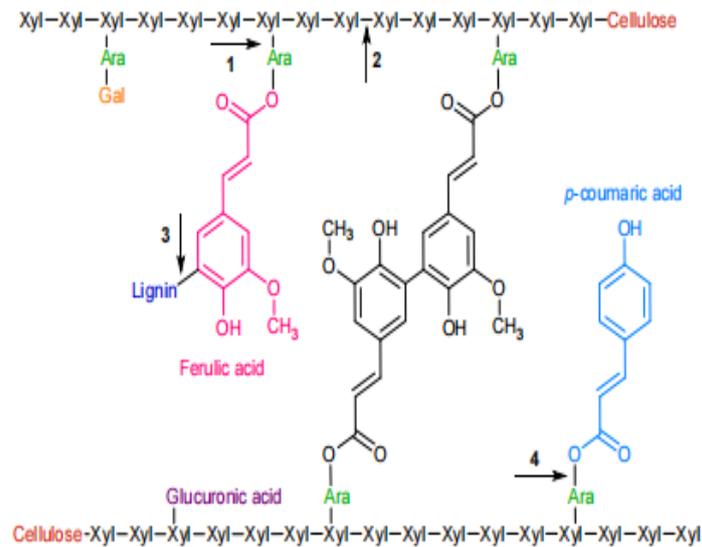


Figure 14 : la séparation de composés phénoliques et les fibres du parche par extrusion.

1) liaison xylose-arabinose glycosidique, 2) liaison xylose-xylose glycosidique, 3) liaison lignine-éther d'acide phénolique et 4) liaison ester arabinose-acide phénolique) (**Benítez et al., 2021**).

2.2. Extraction des composés phénoliques

- **Matériels** : la farine de parche.
- **Les solvants utilisés** : l'acétone, NaOH, HCl, méthanol.
- **Etape**

Extraction de composés phénoliques libres (solubles): un mélange de 2 g de farine de parche avec 30 ml d'acétone refroidi a été préparé, vortexé pendant 10 min, et centrifugé. Le surnageant a été collecté, évaporés jusqu'à 10% et conservé à -40 ° C jusqu'à l'analyse.

Extraction de composés phytochimiques liés : on rince le résidu de l'extraction précédente avec 20 ml de NaOH 4 M à température ambiante tout en les agitant pendant 1h . On acidifie le mélange avec HCl, le centrifuge et l'extrait avec de l'acétate d'éthyle. On évapore à sec la fraction produite et on la reconstitue dans 1,5 ml de méthanol et stockées à -40 ° C jusqu'à l'analyse (**Aguilera et al., 2015**).

- **Résultat**

La teneur la plus élevée en composés phénoliques a été trouvée dans la farine de parche et varie entre 1,2 à 3,1 mg/g EAG. Ce qui démontre que le broyage favorise l'extraction des composés phénoliques et augmente leur teneur. Par contre cette teneur est la plus inférieure par rapport aux autres sous-produits du café, et est diminuée en raison des polyphénols solubles dans le milieu d'extraction aqueux.

La teneur en composés phénoliques libres était la plus élevée et représente 61 et 83% (**Benitez et al., 2019**).

2.3. Extraction assistée par la chaleur (EAC)

C'est la technique la plus fréquente dans l'industrie alimentaire.

- **Matériel** : après séchage et décorticage des cerises du café *Arabica Caturra*, la parche a été obtenue, broyée, tamisée et conservée en obscurité pour empêcher l'oxydation jusqu'à l'extraction.
- **Principe** : l'extraction a été réalisée à diverses températures, durées, valeurs d'acidité et rapports solide/ liquide (S/L).
- **Etapes** : la technique a été effectuée en utilisant des bols fermés dans un bain-marie tout en agitant continuellement et contrôlant la température. Puis on sépare les composés bioactives solubilisés par centrifugation et on lyophilise le surnageant. Les échantillons ont été remis en suspension dans de l'eau et conservés à 20 °C jusqu'à l'analyse.
- **Résultat**

La température élevée est un paramètre clé de cette méthode d'extraction, elle augmente la solubilité des composés phénoliques comme il a été démontré sur l'extraction des flavonoïdes. A 60°C, cette méthode présente un rendement plus élevé en flavonols que celui obtenu par l'extraction assistée par ultrasons.

Le rapport S / L inférieur améliore l'extraction des composés phénoliques. C'est le principal paramètre qui rend l'extraction de Procyanidine difficile à cause de sa faible polarité. Un rendement maximal en Procyanidine nécessite un volume d'eau et une température très élevées.

La température et l'acidité affectent l'extraction des acides phénoliques, comme il a été démontré que l'acide chlorogénique nécessite une faible acidité pour son extraction car il est dégradé par la forte acidité. Le temps n'a pas affecté de manière significative l'extraction.

Avec une réduction de la durée d'extraction économise énergie mais réduit la concentration des composés phénoliques, et le broyage qui augmente le rendement des composés phénoliques de la parche (**Rebollo-Hernanz *et al.*, 2021**).

2.4. Extraction par solvant organique de composés phénolique

C'est une méthode traditionnelle qui utilise un solvant organique pour l'extraction.

Extraction des composés phénoliques libres : 1g de parche broyée a été macéré dans du méthanol: HCL: eau pendant 30min dans un bain à ultrasons, ensuite centrifugé pendant 15 min. Le surnageant a été collecté et évaporé du méthanol. La fraction des composés phénoliques libres a été conservée à 20°C jusqu'à l'analyse.

L'extraction des composés phénoliques liés : on rince puis on hydrolyse les résidus obtenus à partir de la première extraction avec 20 ml de NaOH à température ambiante tout en agitant continuellement. On acidifie le mélange avec HCl concentré, puis on le centrifuge.

Les fractions organiques ont été évaporées à sec à 30°C. Le produit final a été obtenu et conservée jusqu'à l'analyse.



Figure 15: Extraction par solvant (**Ingle et al., 2017**)

- **Résultat**

La faible polarité du solvant entraîne une difficulté pour l'extraction des protocyanidine.

Comparant l'extraction Assistée par chaleur avec l'extraction par solvant organique:

Le rendement de composés phénoliques de l'extraction aqueuse est encore plus élevé que celui de la méthode par solvant organique.

Le rendement des composés phénoliques varie d'une méthode à l'autre, ce sont les paramètres de la méthode et les conditions expérimentales qui l'affectent. En outre, le rendement dépend de la variété de café et son traitement, et l'impact des conditions environnementales sur la plantes (**Rebollo-Hernanz *et al.*, 2021**).

2.5. Extraction au bain-marie

C'est une méthode conventionnelle d'extraction par macération en utilisant comme solvant un mélange d'eau et d'éthanol et application de chaleur.

2.5.1. Technique 01

- **Matériel** : la parche de café séchée.
- **Les solvants utilisés** : l'eau (100%), l'éthanol (100%), et mélange d'eau et d'éthanol 50%.
- **Etape** : la parche séchée a été mélangée manuellement pendant 5 min avec le solvant d'extraction, après homogénéisation le mélange a été incubé dans un bain-marie à 60 °C pendant 1 h. Ensuite, centrifugé pendant 20 min à 10 °C, et le surnageant a été collecté et filtrés sur papier filtre.
- **Résultat**

Le mélange d'eau qui est un solvant hautement polaire, avec l'éthanol qui est moins polaire forme un solvant très efficace pour l'extraction des composés phénoliques.

La polarité du solvant utilisé fourni un milieu polaire qui facilite l'extraction de polyphénols et est considéré comme la meilleure techniques pour les extraire. L'extraction optimale des polyphénols est obtenue dans un solvant polaire car ils présentent une meilleure efficacité dans le processus de solvation grâce à l'interaction (ponts hydrogène) entre les sites polaires des composés antioxydants et le solvant.

Un meilleur rendement en composés phénoliques avec une haute activité antioxydante a été obtenue par cette méthode où la parche de café sèche a été macéré dans le mélange d'eau et d'éthanol ; et dans l'eau seulement.

L'acide gallique et les tanins condensés comme l'épicatéchine, ont été obtenus par cette méthode.

De même l'utilisation d'eau (100%) comme solvant de cette méthode avec la parche séchée a présenté la teneur la plus élevée en flavonoïdes, en acide chlorogénique et en acide gallique.

Un autre paramètre pertinent était l'humidité. En effet, le séchage de la parche est un facteur qui sert à éviter toute altération et changement indésirable dans la composition chimique de composés phénoliques et protège leur activités biologiques, ainsi pour obtenir un rendement élevé en composés bioactifs. De plus, il a été vérifié que les résultats les plus satisfaisants ont été présentés par les extraits qui ont utilisé la matière première déshydratée. Le processus de séchage a rendu les composés présents dans la parche de café plus concentrés lorsque la teneur en eau a été supprimée.

En conclusion à cette technique, la meilleure méthode conventionnelle pour l'extraction des composés phénoliques est en utilisant la cosse déshydratée et un mélange de solvant éthanol : eau (Silva et al., 2021).

2.5.2. Technique 02

- **Matériel** : le même échantillon de la méthode précédente a été utilisé.
- **Étapes** : 25g de l'échantillon a été mélangé avec l'eau distillée pendant 15 minutes à température ambiante, ensuite chauffé dans un bain-marie à des températures ascendantes pendant différents temps.
- **Résultats**

La parche de café Arabica présente une teneur plus élevée en composés bioactifs que la parche de café Robusta.

Le rendement le plus élevé en composés phénoliques extraites par cette méthode a été obtenu à 90°C (Thaiphanit et al., 2020).

2.6. Extraction assistée par ultrasons (EAU)

C'est un procédé moderne où les ondes se propagent à travers le conteneur d'échantillon tandis que la sonde agit directement sur la matrice et le solvant.

- **Matériel** : la parche de café séchée
- **Les solvants utilisés** : l'eau (100%), l'éthanol (100%), et mélange d'eau et d'éthanol (1 : 1).
- **Étapes** : la parche séchée a été homogénéisée avec le solvant d'extraction à une température ambiante. Ensuite, centrifugé pendant 20 min, et le surnageant a été collecté et filtré sur un papier filtre. Un bain à ultrasons a été utilisé à une fréquence de 40 kHz et une puissance de 220 V.
- **Résultats**

L'utilisation du solvant d'eau et d'éthanol avec la parche séchée a également montré des résultats satisfaisants. Mais le rendement des composés phénoliques par cette méthode était inférieur à celui de la méthode au bain marie.

L'utilisation du solvant d'eau et d'éthanol par cette méthode présente un meilleur rendement en flavonoïdes (Silva *et al.*, 2020).

2.7. Extraction par fluide supercritique (EFS)

- **Matériel** :
- **L'échantillon** : la parche de café a été obtenue, broyée, tamisée et conservée jusqu'à l'extraction.
- **Le solvant utilisé** : un solvant organique à haute pression (CO₂)
- **Principe** : faire circuler du CO₂ supercritique sous pression pour l'extraction des composés phénoliques puis le rendre à la phase liquide pour un nouveau cycle d'extraction.
- **Étapes** : la SFE a été effectuée selon des paramètres de pression, de température et un débit constant pendant 4.30h. Le CO₂ pur à 99.9% a été pressé par une pompe qui contrôle son débit et passé par une colonne en acier inoxydable jusqu'au bain thermostaté qui contrôle sa température. Le CO₂ coule une autre fois dans la colonne en atteignant la cuve où se trouve 15 g de l'échantillon homogénéisé avec un co-solvant d'éthanol. Ensuite il passe à un séparateur afin d'extraire les composés phénoliques. Après séparation il passe vers le

condensateur pour reprendre sa phase liquide et est stocké dans le réservoir pour un nouveau cycle d'extraction.

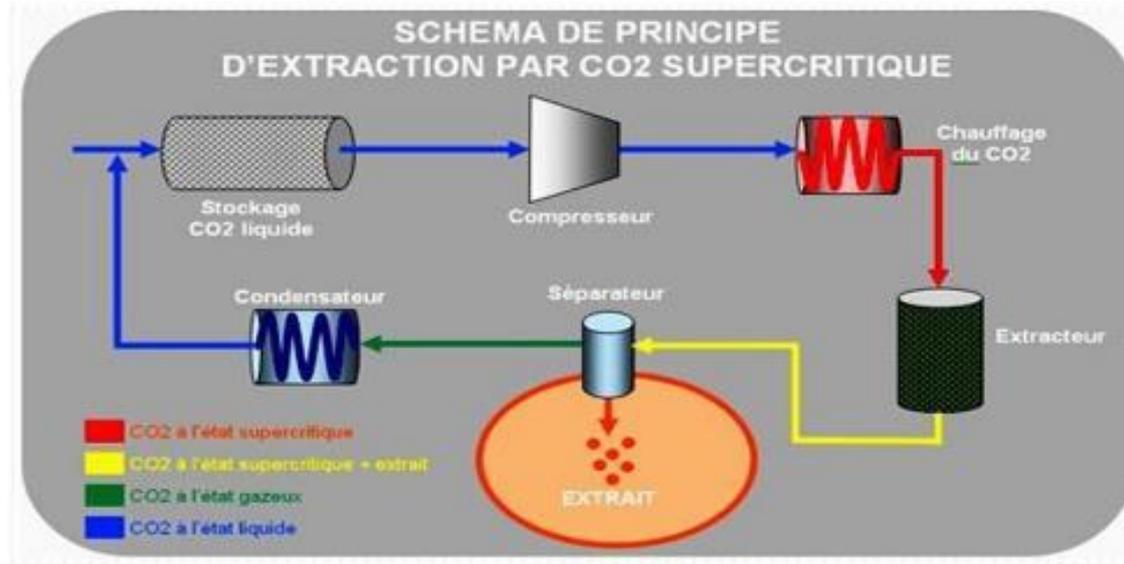


Figure 16 : principe d'extraction au CO₂ supercritique (site 11)

• Résultats

Le rendement est influencé par les conditions d'extraction. L'augmentation du rendement est due à l'augmentation de densité du solvant avec la pression élevée qui augmente la densité du solvant supercritique, à une température constante. La pression perturbe l'échantillon, ce qui facilite la libération d'un composé et augmente le rendement.

Une température élevée avec une pression constante réduit la solubilité du solvant à cause de la baisse de pression qui réduit le pouvoir de solvation de CO₂ et par conséquent le rendement diminue.

L'extraction à basse pression montre que l'éthanol est le meilleur solvant à utiliser comme cosolvant dans l'EFS (Andrade *et al.*, 2012).

2.8. L'extraction à basse pression

• Matériel :

- L'échantillon : la parche de café séchée
- Les solvants utilisés : hexane, dichlorométhane, acétate d'éthyle et éthanol.

• Principe : utilisation des solvants avec des polarités différentes.

➤ L'extraction par Soxhlet

Dans un appareil de Soxhlet, 150 ml de solvant a été recyclé sur 5 g d'échantillon pendant 6 h, à température d'ébullition du solvant utilisé.

Pour l'extraction Soxhlet le meilleur solvant est l'éthanol comme solvant.

➤ L'extraction assistée par ultrasons

7 g d'échantillon a été homogénéisée avec 210 ml de solvant, placés à l'intérieur d'un ballon d'évaporation pendant 2 h à température ambiante. Les extraits obtenus sont vaporisés afin d'éliminer les solvants utilisés, tout était effectué sous contrôle de température pour éviter la dégradation thermique des extraits.

• Résultats

L'extraction Soxhlet présente des meilleurs rendements en utilisant l'éthanol comme solvant.

Le rendement est plus faible avec l'extraction assistée par ultrasons qui utilise de l'hexane à faible polarité comme solvant.

Pour le même solvant, l'extraction Soxhlet présente des rendements plus élevés que ceux de la technique assistée par ultrasons. Dans l'extraction de Soxhlet la température de fonctionnement du solvant et les interactions entre solvant et l'échantillon, peuvent augmenter le rendement en augmentant la solubilité de composés à extraire.

Il a été rapporté que les rendements les plus élevés sont obtenus à partir des extractions qui utilisent les solvants de polarité plus élevée, ce qui indique que les composés de la parche ont une polarité intermédiaire ou élevée (**Andrade et al., 2012**).

2.9. Extraction assistée par micro-ondes

• Matériel

Préparation de l'échantillon : après traitement par voie humide de *Coffea arabica* la parche a été obtenue et à partir de *C. canephora* (Robusta) après traitement par voie sèche. Les parches ont été séchées, broyées, tamisées et conservées dans des sacs en aluminium scellés à température ambiante jusqu'à l'extraction.

- **Etapes**

Un mélange de 25g de l'échantillon avec l'eau distillée a été préparé pendant 15 minutes à température ambiante, ensuite chauffé dans un four à micro-ondes à des niveaux de puissance ascendants.



Figure 17 : extraction assistée par micro-ondes (**Ingle et al., 2017**)

- **Résultats**

L'extraction assistée par micro-ondes donne rendement très élevé en composés phénoliques à un niveau de puissance 450W à une courte durée (1min).

Cette technique produit des composés avec des activités antioxydantes plus élevées.

C'est une méthode très rapide et efficace que les méthodes d'extractions conventionnelles, avec un temps réduit (moins d'énergie utilisée) , réduction de l'utilisation des solvants organiques et c'est pour cette raison qu'elle est reconnue comme une technologie verte, pour préserver l'environnement (**Azmir et al., 2013 ; Thaiphanit et al., 2020**).

2.10. Extraction par solvant supramoléculaire

- **Matériel**

- **Préparation de l'échantillon:** après traitement humide de café la parche a été broyée en poudre homogène après un séchage à 60 °C pendant 8h. Ensuite, l'échantillon est stocké jusqu'à l'extraction.

- **Solvant utilisés (SUPRAS)** : l'acide décanoïque dissous dans l'éthanol et l'eau; l'acide octanoïque dissous dans l'éthanol et l'eau; solution d'équilibre (EqS).
- **Principe** : l'utilisation des solvants supramoléculaires et la solution (EqS).
- **Etapas** : des mélanges ont été préparés à partir de 200 mg de poudre de parche avec des volumes différents de SUPRAS et la solution (EqS). Ensuite, ils ont été vortexés pour les homogénéiser, puis centrifugés pendant 10min.

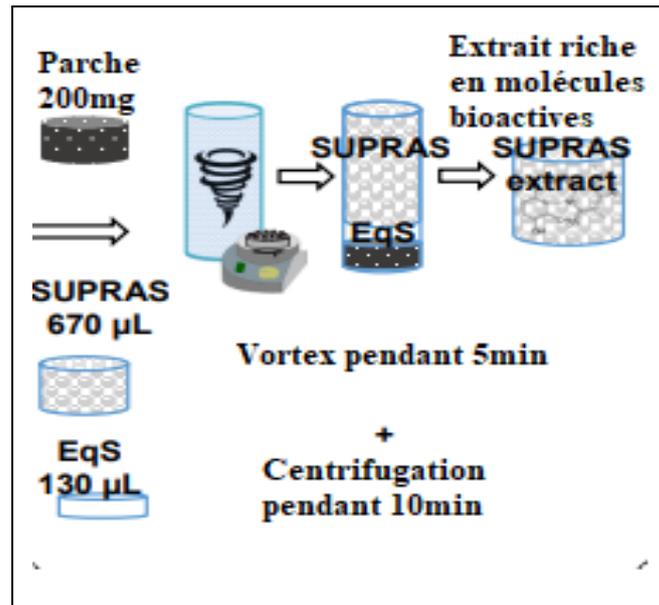


Figure 18 : schéma d'extraction SUPRAS (Torres-Valenzuela *et al.*, 2020)

- **Résultats**

L'utilisation de SUPRAS à base d'acide décanoïque présente des bons résultats par rapport au SUPRAS à base d'acide octanoïque en raison de la teneur élevée en l'éthanol et en eau utilisés pour la préparation de SUPRAS. D'autre part, l'utilisation de l'EqS favorise mouillage et la dispersibilité de l'échantillon.

Une faible perte d'acide protocatéchuïque en raison de sa faible polarité.

Cette méthode d'extraction produit l'acide chlorogénique et protocatéchuïque de la parche de café obtenue après traitement par voie humide ou semi-humide

Le même procédé de SUPRAS a été réalisé en utilisant des solvants polaires. Le SUPRAS présente un meilleur résultat pour l'acide chlorogénique et protocatéchuïque, cette technique a été très efficace avec un rendement beaucoup plus élevé que l'éthanol et les autres solvants organiques. Les sites de liaison multiples et l'équilibre adéquat des liaisons hydrogène et des

interactions de dispersion fournis par SUPRAS pourraient être la raison de cette efficacité d'extraction plus élevée (**Torres-Valenzuela *et al.*, 2020**).

❖ Discussion

La teneur en composés phénoliques se diffère d'une méthode à l'autre où les conditions et les paramètres d'extraction jouent un rôle important. Elles affectent la quantité et la qualité de composé à extraire.

En effet, dans toutes les techniques la température est un paramètre clé qui peut affecter les composés phénoliques quantitativement et qualitativement. A température optimale, la concentration des composés phénoliques est importante.

De plus, le séchage et donc un taux d'humidité réduit (ou supprimé) est nécessaire pour réduire les interactions d'eau et prolonger la durée de conservation de l'échantillon (**Reis *et al.*, 2020**).

La granulométrie est aussi un paramètre de très haute importance car le broyage facilite l'extraction des composés phénoliques et augmente leur teneur.

La réduction de la durée d'extraction économise l'énergie mais réduit la concentration des composés phénoliques sauf pour certaines techniques dites « vertes » comme l'extraction assisté par micro-ondes (**Azmir *et al.*, 2013**).

L'extraction assistée par la chaleur (EAC) est la technique la plus fréquente dans l'industrie alimentaire. La technique d'extraction aqueuse et celles réalisées par solvant eutectique, présentent des concentrations similaires en composés phénoliques. Mais cette concentration est bien inférieure à celles obtenues avec le solvant d'éthanol et le fluide supercritique. L'extraction par solvant supramoléculaire en utilisant des solvants SUPRAS présente un rendement élevées en acide chlorogénique et protocatéchuique (**Rebollo-Hernanz *et al.*, 2021; Reis *et al.*, 2020**).

Les composants de la parche ont une polarité intermédiaire ou élevée, donc ils nécessitent un solvant de polarité plus élevée pour leur extraction.

Les techniques d'extraction qui utilisent des mélanges aqueux avec des solvants affectent positivement l'extraction des composés bioactifs qui ont une faible polarité comme les flavonoïdes (**Azmir *et al.*, 2013**).

3. Extraction des alcaloïdes

La caféine est le seul alcaloïde qui a été détecté dans la parche de café et extraite par diverses méthodes.

3.1. Extraction par reflux

- **Matériel**

La parche de café a été obtenue après décorticage manuel, et est broyée pendant 2 min, tamisée et stockée jusqu'à l'extraction.

- **Solvant utilisé** : l'éthanol.

- **Principe** : la technique a été réalisée en basant sur trois facteurs : la température, le pourcentage d'éthanol et le rapport L/S.

Après préparation d'un mélange de la poudre de parche avec le solvant, une évaporation de solvant s'ensuit pour avoir un état sec. Le produit final a été dissous dans 2 ml du solvant initial.

La séparation a été réalisée par une chromatographie liquide à haute performance (HPLC).

- **Résultats**

La température et l'éthanol sont des paramètres clés pour cette méthode. Une teneur plus élevée en caféine a été obtenue en utilisant un mélange d'éthanol avec l'eau. Dans cette technique la température augmente la dynamique des molécules et la diffusion de solvant.

Cette méthode a également libéré des acides phénoliques (l'acide gallique, l'acide chlorogénique, de l'acide p-coumarique, l'acide sinapique) (Mirón-Mérida *et al.*, 2019).

3.2. Extraction assistée par micro-onde

- **Matériel**

Après torréfaction et broyage de grains de café la poudre obtenue a été utilisée pour effectuer d'extraction de caféine.

- **Principe** : la technique a été réalisée en utilisant des réacteurs placés dans un four à micro-ondes. L'appareil permet de surveiller et de contrôler la température intérieure

du récipient en temps réel, le contenu étant agité en continu avec une barre magnétique.

- **Etapas**

3.2.1. EAM : un mélange de 2g de poudre et d'eau distillée ont été agités en continuité, en utilisant une barre magnétique et est placée dans un four à micro-ondes à un niveaux de puissance précis pendant 2min. ensuite le produit final a été congelé et lyophilisé. L'MAE a été réalisé aussi à 80 °C.

3.2.2. Extraction solide-liquide : dans un erlenmeyer couvert, 1 g de poudre a été mélangé avec 30 ml d'eau distillée et est placée dans un bain-marie à température constante 80 °C avec agitation continue. Après, la solution a été filtrée. Ensuite, un lavage, une congélation et lyophilisation de filtrat obtenu s'ensuivent.

- **Résultats**

Le rendement était similaire pour les deux méthodes d'extraction, celle réalisée à 80 °C ou la méthode MAE. Il a été rapportée que la MAE améliore rendement d'extraction dans certaines conditions. La MAE augmente la températures en peu de temps, et qui restent constantes pendant toute la durée d'expérience (**Lopes et al., 2020**).

La méthode assistée par micro-ondes utilisée dans la partie d'extraction des composés phénoliques, où la température et les niveaux de puissance sont plus élevés avec un temps d'extraction plus long ont un effet efficace pour récupérer une quantité élevée de la caféine (**Thaiphanit et al., 2020**).

3.3. Extraction solide/liquide

Cette technique est nécessaire pour purifier la caféine, dans laquelle l'HCl a été utilisé pour acidifier l'extrait de la méthode précédente qui est riche en caféine et en impuretés comme le polyphénol, ensuite basifié par le NaOH. Sous une agitation l'extraction a été réalisée afin de traiter l'extrait avec le solvant utilisé. Ensuite, le solvant a été évaporée et les extraits ont obtenus et stockés dans une solution aqueuse jusqu'à l'analyse.

- **Résultats**

Le solvant organique est le plus important dans la méthode d'extraction liquide/liquide . Il doit être non miscible et a une grande affinité pour le soluté.

Dans l'extraction liquide/liquide, le dichlorométhane est un solvant favorable et permet d'obtenir 98 à 99 % de la caféine. Ce solvant est 10 fois plus efficace que l'acétate d'éthyle. Mais cette dernière est plus éco-compatible on l'appel solvant vert.

L'extraction liquide/liquide avec l'acétate d'éthyle et un pH basique permet d'obtenir 93,4 % de la caféine (**Vandepoosele *et al.*, 2021**).

3.4. Extraction liquide/liquide

Dans cette technique est nécessaire pour purifier la caféine, dans laquelle l'HCl a été utilisé pour acidifier l'extrait de la méthode précédente qui est riche en caféine et en impuretés comme le polyphénol, ensuite basifié par le NaOH. Sous une agitation l'extraction a été réalisée afin de traiter l'extrait avec le solvant utilisé. Ensuite, le solvant a été évaporée et les extraits ont obtenus et stockés dans une solution aqueuse jusqu'à l'analyse.

- **Résultats**

Le solvant organique est le plus important dans la méthode d'extraction liquide/liquide. Il doit être non miscible et a une grande affinité pour la soluté.

Dans l'extraction liquide/liquide, le dichlorométhane est un solvant favorable et permet d'obtenir 98 à 99 % de la caféine. Ce solvant est 10 fois plus efficace que l'acétate d'éthyle. Mais cette dernière est plus éco-compatible on l'appel solvant vert.

L'extraction liquide/liquide avec l'acétate d'éthyle et un pH basique permet d'obtenir 93,4 % de la caféine (**Vandepoosele *et al.*, 2021**).

3.5. Micro-extraction en phase liquide à base de solvant eutectique profond (SEP-MEPL)

C'est une nouvelle technique à base de solvant eutectique pour déterminer et extraire la caféine.

- **Matériel** : la matière utilisée est le café.

Solvant utilisé : (SEP) solvant eutectique profond composé en de chlorure de choline-phénol (1:3) et de tétrahydrofurane ; le tétrahydrofurane (THF)

- **Principe** : le solvant eutectique a été utilisé pour extraire de la caféine à partir de café.
- **Etape** : dans un « cezve » un mélange de 3g de café avec 50 ml d'eau a été préparé, chauffé, refroidi dans un tube, et centrifugé par la suite pendant 3min. Dans un tube, 5ml d'échantillon centrifugé a été mélangé, agité et vortexé pendant 10s avec 400 μ l de SEP. Ensuite, 800 μ l de THF ont été ajoutés, et le mélange de tube a été centrifugé pour séparer deux phases; la phase SEP et une deuxième phase, entre lesquelles une frontière était claire. A l'aide d'une micropipette la phase supérieure a été prélevée du tube et placée dans un flacon. La solution a été analysée dans la HPLC-UV pour déterminer la caféine. Le procédé est présenté ci-dessous. **Figure 19**.

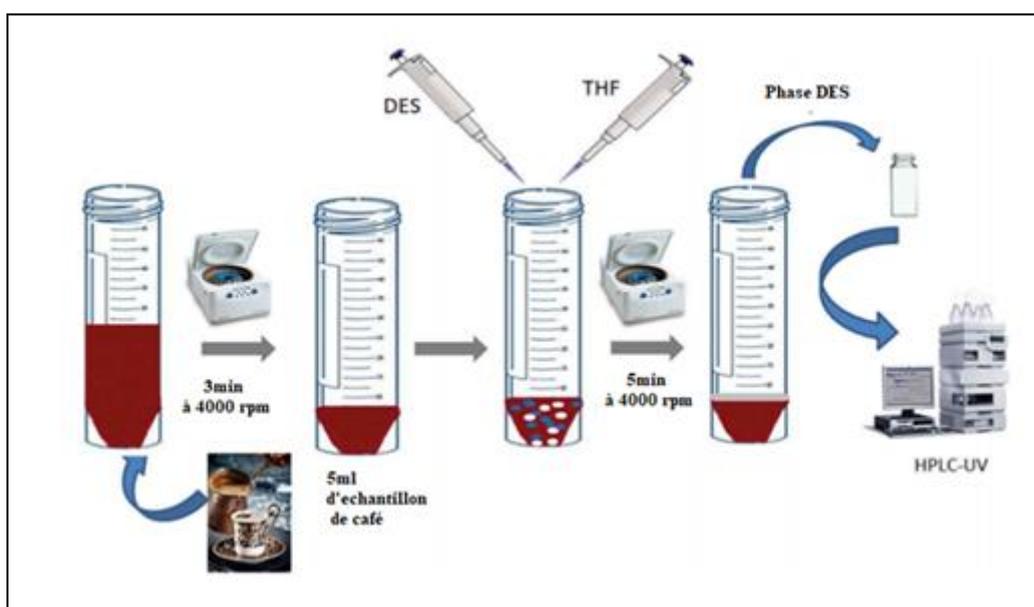


Figure 19 : procédé de micro-extraction (Sivrikaya., 2020)

- **Résultats**

Le choix de solvant est très important pour une extraction. Le SEP est le solvant puissant et efficace pour cette méthode. L'interaction entre le DES et la caféine forme des liaisons hydrogène qui assurent une extraction efficace de la caféine. Le volume optimal de SEP pour obtenir un rendement élevé de caféine est 400 μ l.

Dans cette méthode le tétrahydrofurane (THF) est aussi un solvant pour cette méthode. Et d'une autre par il est utilisé comme émulsifiant qui permet de séparer la phase SEP riche en caféine de la phase liquide. Le volume optimal de THF utilisé dans cette méthode était 800 μ l.

Le rendement de caféine obtenu par cette méthode était supérieur à 92%.

Selon certains paramètres comme la limite de détection, le type de solvant et le temps d'extraction ; la (SEP-MEPL) a été comparée avec d'autres méthodes d'extraction telles que l'extraction assistée par ultrasons et l'extraction en phase solide (Sivrikaya., 2020). Après comparaison on conclue :

La (DES-LPME) est une technique écologique, non toxique, simple avec une durée d'extraction courte et rapide.

Elle est moins couteuse et utilise de faible volume de solvant.

3.6. Extraction par CO₂ supercritique

Le même principe de l'extraction par CO₂ supercritique de la partie précédente a été utilisé pour l'extraction de la caféine par CO₂ supercritique à des températures (40- 80° C), et des niveaux de pressions précis, pendant une durée de 5 à 30 h.

Le CO₂ supercritique est efficace pour la décaféination, hautement sélective et n'affecte pas la saveur de grain de café (Vandepoosele *et al.*, 2021).

Comparant cette technique à la technique d'extraction par solvant organique on conclue que:

La technique qui utilise le CO₂ supercritique est plus coûteuse.

3.7. Extraction par solvant supramoléculaire SUPRAS

La méthode d'extraction par SUPRAS (expliquée dans la partie d'extraction des composés phénoliques) a extrait environ 7 fois plus de caféine que le méthanol et encore une teneur plus élevée pour l'éthanol et les autres solvants (Torres-Valenzuela *et al.*, 2020).

❖ Discussion

La température, la nature de solvant, le temps d'extraction sont des paramètres clés pour les méthodes d'extraction (Vandepoosele *et al.*, 2021)

Comparant la technique d'extraction par solvant organique avec la technique d'extraction par solvant supramoléculaire, cette dernière est beaucoup plus efficace. Aussi l'extraction par

CO₂ supercritique est plus efficace que la technique qui utilise le solvant organique, mais elle est coûteuse (Torres-Valenzuela et al., 2020 ; Vandepoosele et al., 2021).

L'extraction assistée par micro-ondes améliore le rendement d'extraction dans certaines conditions (Lopes et al., 2020).

D'après les résultats obtenus la (SEP-MELP) est une technique écologique, non toxique et simple avec une durée d'extraction courte et rapide. Elle est aussi moins coûteuse (Silva et al., 2020)

4. Extraction des protéines

Après les glucides et les graisses, les protéines sont l'un des principaux composants des produits agricoles. En raison de leur offre limitée, les protéines sont considérées comme le produit agricole le plus précieux.

De plus, compte tenu de l'abondance des ressources de sous-produits protéiques, il est obligatoire de trouver des moyens pragmatiques d'explorer de nouvelles applications à haute valeur ajoutée pour les matières protéiques en excès dans les applications alimentaires et non alimentaires. Récemment, les protéines ont été considérées comme un substrat pour la production de diverses applications à haute valeur ajoutée. Beaucoup de sous-produits agricoles sont utilisés pour leurs protéines à savoir les résidus issues du riz, du soja, tournesol, sésame, des fromageries, ainsi que beaucoup d'autres (Weisz et al., 2013 ; Dhillon et al., 2016 ; Görgüç et al., 2019)

Ainsi, les protéines issues de ses sous-produits industriels peuvent être utilisées pour la fabrication des produits laitiers, y compris les préparations pour nourrissons, les boissons, y compris les laits végétaux liquides et les boissons aux fruits, les soupes et les sauces, les barres énergétiques, les substituts de viande, y compris les produits alimentaires végétariens, les pains et les pâtisseries, les céréales pour petit-déjeuner et autres produits alimentaires nutritionnels, et les boissons protéinées à des fins de prise de poids (Caballero et Soto., 2019).

Dans le but d'extraire des protéines d'une cellule (procaryote ou végétale) ou d'une matrice, le chercheur doit se poser certaines questions à savoir, quelle méthode rentable utiliser ? Comment ces protéines vont être utilisées ? Est-ce que la protéine d'intérêt va servir pour la production de peptide, le séquençage ou le clonage ? Est-ce que c'est dans le but d'étudier leurs propriétés ou leurs activités biologiques ? Si c'est pour l'investigation de leurs

activités biologiques, il faut faire attention au maintien de la structure intacte de la protéine ainsi que sa forme active (**Ahmed., 2017**).

Par exemple, lors de l'extraction de protéines à partir des végétaux, quatre difficultés doivent être pris en compte : la sève cellulaire très acide ; la présence de phénolases ; de tanins et d'enzymes protéolytiques, qui peuvent dénaturer ; endommager ou rendre l'extraction difficile. Cependant ces limitations doivent être écartées avant l'extraction de la protéine.

L'extraction des protéines dépend de la source végétale et du type de la protéine à extraire. Les enzymes des plantes sont notamment isolées par l'extraction tampon en macérant le tissu végétal dans un excès d'acétone très froid à 20°C, ce dernier élimine la chlorophylle et la plupart des composants de faible poids moléculaire. Ensuite, la protéine est purifiée par fractionnement par le sulfate ammonium pour éliminer d'autres protéines et autres constituants de haut poids moléculaire comme les tannins (**Harborne., 1998**).

Voici donc deux exemples de méthode d'extraction de protéines, l'une à partir d'une matrice ligno-cellulosique comme la parche et une autre technique appliquée sur des graines.

4.1. Extraction et purification de la tyrase

Cette enzyme catalyse la désamination d'acide aminé tyrosine pour donner; l'acide p-coumarique, un élément constitutif de la lignine.

On commence par isoler l'enzyme sous forme de poudre d'acétone extrait avec du tampon borate de sodium ;10M pH 8,8 à température ambiante, filtré et centrifugé. Ensuite, le surnageant a été purifié en cinq étapes. Après chaque fractionnement au sulfate d'ammonium, on dissout l'enzyme dans un tampon puis on la dilue contre de l'eau pour éliminer le sel. On suit son activité en mesurant l'acide p-coumarique, le produit de la réaction enzymatique, par spectrophotométrie, fluorimétrie, ou marquage. La récupération globale d'enzyme pure à partir de la poudre d'acétone était d'environ 25 % (**Harborne., 1998**).

4.2. Isolement des protéines de graines

Les légumineuses et la viciline sont deux principales protéines globulaires isolées de la sorte: On broie les graines en une poudre fine et extraites pendant une nuit avec du NaCl tamponné à pH 7 avec du phosphate de sodium. Le surnageant est saturé en sulfate d'ammonium à 70 % de saturation suite à la centrifugation et on sèche le précipité recueilli. Puis on le fractionne grâce à une extraction avec du tampon acétate pH 4,5 contenant 0,2M NaCl. Après 24 heures on

recueille le composant le plus lourd (légumine, PM 330 000) par centrifugation, puis en le dissout dans un tampon pH 7 et dialysé contre de l'eau, lorsqu'il se sépare. On dialyse le surnageants contre de l'eau et la protéine viciline (PM 186 000) finit par précipiter. L'opération est répétée trois fois afin purifier les deux globulines.

Lorsqu'on isole les protéines de graines à forte teneur en huile, il est nécessaire d'effectuer un dégraissage préalable. Par exemple: pour les arachides, une macération dans de l'éther de pétrole est nécessaire, puis on extrait la protéine avec 0,1 % de NaOH, la solution est ensuite filtrée suit à quel on précipite la protéine par acidification à pH 5. On filtre la protéine, puis elle est lavée et séchée. Il est possible de le fractionner en deux composants, arachine et conarachine par extraction avec 10 % de NaCl. On élimine le solide et le surnageant est dilué avec de l'eau (4 volumes) afin de précipiter l'arachide. Enfin, on coagule la conarachine, puis on la récupère et on la sèche.

On doit ajouter la PVP au milieu d'extraction à chaque isolation des protéines à partir de graines à forte teneur en tanins (**Harborne., 1998**).

5. Extraction des lipides

Une autre catégorie de composé bioactif qui sollicite beaucoup d'intérêt est celle des lipides et des huiles. Beaucoup de résidus industriels sont concernés par l'extraction de ces composés ou de l'huile qui les contiennent à savoir, les résidus de l'industrie du poisson, l'industrie viticole, l'industrie du riz ainsi que tant d'autres. Vu que l'huile extraite est très riche en acides gras mono et polyinsaturés (comme les oméga 3, EPA et DHA) qui sont très bénéfiques pour la santé humaine, donc pouvant être valorisés dans les industries pharmaceutiques, agro-alimentaires et cosmétiques (**Rubio-Rodríguez et al., 2012 ; Caballero et Soto., 2019**).

Beaucoup de techniques sont mises au point afin d'extraire ses huiles à un meilleur rendement et avec une meilleure qualité sensorielle et qui se sont optimisées au fil des ans.

La technique d'extraction conventionnelle la plus utilisée est l'extraction par solvant apolaire (hexane, éther de pétrole ou encore le chloroforme) ou moins polaire comme des mélanges avec de l'éthanol en utilisant un appareil Soxhlet (**Ingle et al., 2017**).

D'autres méthodes modernes utilisant moins de solvant ont aussi été développées à savoir, l'extraction assistée par micro-onde, l'extraction aux ultrasons, l'extraction à haute pression, l'extraction enzymatique ou encore l'extraction par extrusion.

Par exemple l'extraction enzymatique a été décrite étant une alternative idéale pour l'extraction de composés bioactifs à partir des grains oléagineux à cause de ses propriétés non-toxique et non-inflammable. L'huile obtenue par cette méthode s'est avérée contenir une quantité importante d'acides gras libres et de phosphore en la comparant avec la méthode traditionnelle au solvant (hexane).

Le concept de la méthode d'extraction à haute pression est l'application d'une pression importante sur le solvant pour qu'il reste sur son point d'ébullition normal. Cette pression en se combinant avec la température facilite le procédé d'extraction en réduisant le temps, même en utilisant de petites quantités de solvant.

Ces extractions sont considérées comme étant respectueuses de la nature d'où leur appellation : techniques « verte » (**Caballero et Soto., 2019**).

Ceci est une technique standard d'extraction des lipides à partir de matière première végétale et qui peut servir aussi à être utilisée pour extraire les lipides à partir de notre résidu.

L'extraction a été réalisée par des étapes et dépend de chaque tissu :

Le tissu foliaire frais a été macéré dans 20 volumes d'isopropanol froid qui désactive les enzymes hydrolytiques. Ensuite, une réextraction a été effectuée en utilisant du chloroforme-méthanol (2:1).

Le tissu de graines a été extrait avec chloroforme-méthanol (2:1) ou avec du pétrole.

Le solvant chloroforme-éthanol-eau (200:95:5) est conseillé pour l'extraction des lipides qui sont très fortement liés à la matière végétale. Ensuite, l'extrait soit est utilisé immédiatement soit conservé à - 5° avec un antioxydant comme le BHT (butylhydroxytoluène) afin que les lipides restent stables, ne s'oxydent pas.

La séparation et la purification des lipides a été effectuée en utilisant une technique principale de chromatographique qu'est la CCM (**Harborne., 1998**).

6. Extraction des minéraux

Extraction du calcium

Pour ses nombreux vertus et bienfaits sur la santé humaine, beaucoup de travaux porte sur l'enrichissement de denrées alimentaire ou pharmaceutiques par du calcium afin de fortifier l'aliment en question (produits laitiers, additifs ou compléments alimentaires). Pour cela plusieurs techniques d'extractions ont été développé et optimiser afin de pouvoir l'extraire à partir de résidus industriels à savoir ; le lactosérum issu des fromageries, les ossement de poisson et de viandes, la peau de certains fruits comme les oranges et les bananes et t'en d'autres (**Carbonaro et al., 2000 ; Kao et al., 2003 ; Xavier et al., 2003 ; Bratovic., 2020 ; Palacios et al.,2021**).

La parche de café en contient une quantité considérable (**0,37 g/100g**) (**Gemechu., 2020**), qui nous donne la possibilité de le réutiliser comme additifs ou comme compléments alimentaires

Parmi ces nombreuses méthodes d'extraction, nous citons ici la technique la plus couramment utilisée et standardisée par les chercheurs dans ce domaine.

6.1. Technique des champs électriques pulsés à haute intensité (CEP)

Cette technique a été utilisée pour améliorer l'efficacité de l'extraction du calcium à partir de l'arête de poisson (**Zhou et al., 2012**).

Principe : cette technique détruit la structure de la membrane cellulaire grâce à un potentiel électrique afin d'augmenter l'extraction (**Azmir et al., 2013**).

Les facteurs qui sont importants de l'efficacité cette technique sont : le nombre d'impulsions qui était de 8, l'intensité du champ électrique 25 kV/cm, le rapport massique de l'acide citrique 1:1 g/g. la proportion de charge acide était de 1:1 g /g, et le rapport eau-poudre était de 12:1 ml/g.

Dans des conditions optimales, 84,2% de calcium a été obtenue à partir de 4 g d'hydrolysate d'arêtes de poisson, beaucoup plus élevé du taux de calcium obtenue après extraction par traitement alcalin l'os de poulet qui était 31% (**Kettawan et al., 2002 ; Zhou et al., 2012**)

Comparant cette technique à la technique par ultrasons :

Cette technique prend une courte durée avec une efficacité d'extraction plus importante (**Zhou et al., 2012**).

Cela a conduit de nombreux chercheurs à tenter d'identifier diverses fractions de calcium dans les tissus végétaux

6.2. L'extraction du calcium à partir d'un tissu végétal par divers solvants

Le Principe est de faire passer successivement le tissu végétal dans une séquence de solvants : eau, acide acétique pour éliminer le calcium lié dans le pectate (pectine), et l'acide chlorhydrique pour dissoudre l'oxalate de calcium (les cristaux), avec le résidu contenant peut-être le silicate de calcium. Certains chercheurs ont utilisés l'eau froide, HCl chaud et oxalate d'ammonium chaud, tandis que autres ont extrait le calcium en utilisant l'éthanol, HCl, acide perchlorique et soude, et en outre séparé l'acide nucléique et le résidu insolubles dans la fraction d'acétone.

- **Matériel :** la matière végétale utilisée a été lyophilisée, broyée, séchée et conservée congelée.
- **Principe :** c'est une méthode standard qui utilise l'acide acétique et de HCl pour l'extraction du calcium
- **Etapes :** 100 mg de l'échantillon a été extrait avec 3,5 ml d'acide acétique contenant la cystéine (qui empêche l'oxydation des composés phénoliques qui peuvent affecter le calcium), sous agitation pendant 30 min à 25°C. Après centrifugation le surnageant a été collecté dans une fiole jaugée de 20 ml, après chaque extraction l'extrait a été ajouté dans la même fiole. L'échantillon a ensuite été extrait deux fois avec 5 ml HCl contenant la cystéine, et après centrifugation le surnageant a été mis dans une deuxième fiole de 20 ml. Une digestion acide s'ensuit.

Ensuite le calcium a été mesuré par spectrophotométrie d'absorption atomique.

6.3. Extraction à la température :

- **Matériel :** zeste d'orange/citron séché.
- **Etapes :** 5 g de ont été mélangée avec 100 ml d'eau distillée, chauffés à 62°C et 92°C tout en agitant pendant 15 min. Une filtration s'ensuit. Puis, les extraits ont été conservés à 4°C. jusqu'à l'analyse.

Les concentrations de calcium (Ca) et de potassium (K) ont été déterminées par la méthode photométrique de flamme.

- **Résultat**

L'effet de la température d'extraction : à température élevée la concentration de calcium et de potassium augmentent. La concentration de potassium était 5 fois plus élevée que la concentration de calcium dans les extraits d'orange et de citron. Cette teneur élevée confirme que les deux zestes sont considérés comme une source riche en potassium et en calcium qui sont des micronutriments nécessaires et bénéfiques pour la santé (**Bratovic., 2020**).

6.4. Extraction du calcium par solvant microfluidique

- **Matériel :**

- **Réactifs :** chlorure de calcium, dicyclohexano-18-crown-6 (DC18C6), de l'acide picrique et l'hydroxyde de sodium ont été utilisés.
- **Le solvant organique :** l'acétate de butyle car il satisfait les conditions de l'expérience.

Deux phases doivent être préparées :

- La phase organique a été préparée à partir de DC18C6 dissous dans le solvant organique.
- La phase aqueuse a été obtenue en homogénéisant 0,01 M d'acide picrique et 0,005 M de CaCl_2 dans l'eau désionisée. Et le pH de cette phase a été ajusté en utilisant NaOH.

- **Etapas**

Réaction d'équilibre : la même proportion de chaque phase a été prélevée, puis elles sont mélangées et agitées pendant 2 h. Les deux phases sont non miscibles, et elles ont été séparées par centrifugation pendant 5 min. Ensuite, la phase aqueuse a été collectée à l'aide d'une seringue et conservée pour l'analyse de concentration (**Abdollahi et al., 2020**).

Extraction par solvant microfluidique : cette technique utilise une puce microfluidique en forme de Y-Y, qui contient deux plaques d'aluminium, quatre joints et connecteurs. Les deux phases ont été injectées dans la jonction Y par en utilisant une seringue.

l'extraction de calcium se produit principalement à l'interface de deux phases non miscibles (**Abdollahi et al., 2020**).

➤ **La spectrophotométrie de flamme**

La spectrophotométrie de flamme est appliquée à l'analyse et la quantification des minéraux, c'est une technique qui donne des bons résultats (Pinta et Bove., 1956).

Principe : à l'aide d'un détecteur les émissions lumineuses provenant de l'excitation d'un échantillon des ions métalliques chauffé ont été détectées. Dans un système à un gaz vecteur, l'extraction à lieu dans l'échantillon nébulisé dans une flamme (site 12).

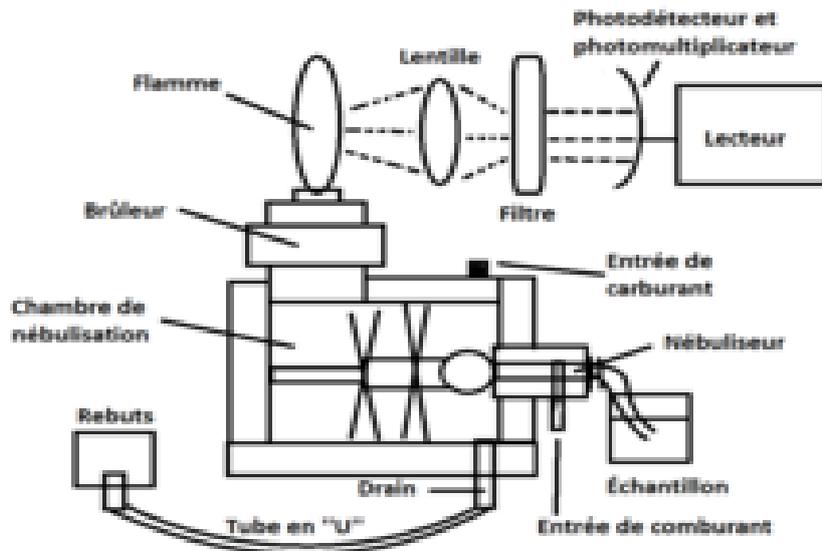


Figure 21 : spectrophotométrie de flamme (site 12)

➤ **La spectrophotométrie d'absorption atomique**

La spectrométrie d'absorption atomique permet de quantifier les éléments métalliques en solutions. Chaque élément a un nombre spécifique d'électrons associés à son noyau. La configuration orbitale normale et la plus stable des électrons est appelée état de base. Lorsque qu'une énergie est fournie à un atome, ce dernier l'absorbe et adopte une configuration électronique appelée état d'excitation. Cet état est instable et l'atome retourne immédiatement à son état de base libérant ainsi une énergie lumineuse.

Lors du procédé d'absorption atomique l'énergie fournie à l'atome provient d'une source lumineuse appelée lampe à cathode creuse. L'atome dans son état de base absorbe l'énergie lumineuse à une longueur d'onde spécifique et passe à un état d'excitation. Un détecteur mesure la quantité de lumière absorbée et un signal électronique est produit en fonction de l'intensité lumineuse. Ce signal est traité et la quantité de l'analyte dans l'échantillon est déterminée en fonction de l'absorbance mesurée.

Le calcium peut être dosé par spectrophotométrie d'absorption atomique, avec une flamme air acétylène réductrice en utilisant une lampe à cathode creuse au calcium, à la longueur d'onde de 422,7 nm. La mesure s'effectue en présence de Chlorure de lanthane appelé "modificateur de matrice".

La lampe à cathode creuse émet le spectre lumineux spécifique à l'élément analysé **(André 2017 ; OIV 2019)**.

Conclusion

Conclusion

La forte demande du café dans le monde génère une quantité énorme de sous-produits tels que la parche, au cours de procédé de transformation du café, qui représentent un grave problème écologique. Donc leur réduction représente un défi pour l'industriel et la communauté scientifique.

Dans ce contexte, l'objectif principale de ce travail était la détermination des molécules bioactives de la parche qui ont des activités biologiques nombreuses, dont la principale et la plus étudiée est l'activité antioxydante. Ainsi que leurs utilisations et les méthodes d'extraction conventionnelles et non conventionnelles de ses molécules bioactives, dont certaines ont été appliquées sur la parche et d'autres qui ont été appliquées chez d'autres sous-produits et qui peuvent être réalisé dans les futures recherches sur la parche.

Tout ça à fin de valoriser la parche et réduire les déchets industriel du café et par conséquent diminuer les problèmes environnementaux.

*Références
bibliographiques*



- Abdollahi P., Karimi-Sabet J., Moosavian M. A., Amini Y. (2020).** Microfluidic solvent extraction of calcium: Modeling and optimization of the process variables. *Separation and Purification Technology*, 231, 115875.
- Acosta-Fernández R., Poerio T., Nabarlatz D., Giorno L., Mazzei R. (2020).** Enzymatic Hydrolysis of Xylan from Coffee Parchment in Membrane Bioreactors. *Industrial Engineering Chemistry Research*, 59(16), 7346-7354.
- Aguilera Y., Herrera T., Liébana R., Rebollo-Hernanz M., Sanchez-Puelles C., Martín-Cabrejas M. A. (2015).** Impact of melatonin enrichment during germination of legumes on bioactive compounds and antioxidant activity. *Journal of agricultural and food chemistry*, 63(36), 7967-7974.
- Ahmed H. (2017).** Principles and reactions of protein extraction, purification, and characterization. *CRC press*.
- AL-Asmari K. M., Zeid I. M. A., & Al-Attar A. M. (2020).** Medicinal Properties of Arabica coffee (*Coffea arabica*) Oil: An Overview. *Advancements in Life Sciences*, 8(1), 20-29.
- Andan S. (2010).** Modeling of drainage in coalescence filtration (Doctoral dissertation, University of Akron).
- Andrade K. S., Gonçalves R. T., Maraschin M., Ribeiro-do-Valle R. M., Martínez J., Ferreira S. R. (2012).** Supercritical fluid extraction from spent coffee grounds and coffee husks: antioxidant activity and effect of operational variables on extract composition. *Talanta*, 88, 544-552.
- André Anatole (2017),** Gestion des déchets dangereux GCI LABORATOIRE Description des appareils et procédures Département de génie civil Université Laval.
- Avallonne S. (1999).** Thèse de doctorat : Etude de la fermentation naturelle de *Coffea arabica* L et des mécanismes de fluidification du tissu mucilagineux . *Thèse université Montpellier 2*.
- Chandrasekara A., Shahidi F. (2018).** Herbal beverages: Bioactive compounds and their role in disease risk reduction-A review. *Journal of traditional and complementary medicine*, 8(4), 451-458.

Azmir J., Zaidul I. S. M., Rahman M. M., Sharif K. M., Mohamed A., Sahena, F., Omar A. K. M. (2013). Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: A review. *Journal of food engineering*, 117(4), 426-436.

B

Benitez V., Rebollo-Hernanz M., Hernanz S., Chantres S., Aguilera Y., Martin-Cabrejas M. A. (2019). Coffee parchment as a new dietary fiber ingredient: Functional and physiological characterization. *Food research international*, 122, 105-113.

Benítez V., Rebollo-Hernanz M., Aguilera Y., Bejerano S., Cañas S., Martín-Cabrejas M. (2021). Extruded coffee parchment shows enhanced antioxidant, hypoglycaemic, and hypolipidemic properties by releasing phenolic compounds from the fibre matrix. *Food & Function*, 12(3), 1097-1110.

Bernhoft A., Siem H., Bjertness E., Meltzer M., Flaten T., Holmsen E. (2010). Bioactive compounds in plants—benefits and risks for man and animals. *The Norwegian Academy of Science and Letters, Oslo*.

Biesalski H. K., Dragsted L. O., Elmadfa I., Grossklaus R., Müller, M., Schrenk D., Weber P. (2009). Bioactive compounds: Definition and assessment of activity. *Nutrition*, 25(11-12), 1202-1205.

Bratovcic A. (2020). Effect of Temperature Extraction on the Potassium and Calcium Content in the Lemon and Orange Water Peel Extracts. *Journal of Advances in Chemistry*, 17.

(Bribi., 2018) Bribi N. (2018). Pharmacological activity of alkaloids: a review. *Asian Journal of Botany*, 1(1), 1-6.

C

Caballero E., Soto C. (2019). Valorization of agro-industrial waste into bioactive compounds: techno-economic considerations. In *Biorefinery* (pp. 235-252). Springer, Cham.

Caldeira, C., Vlysidis, A., Fiore, G., De Laurentiis, V., Vignali, G., & Sala, S. (2020). Sustainability of food waste biorefinery: A review on valorisation pathways, techno-economic constraints, and environmental assessment. *Bioresource Technology*, 312, 123575.

Références bibliographiques

Carbonaro M., Lucarini M., Di Lullo, G. (2000). Composition and calcium status of acid whey from pasteurized, UHT-treated and in-bottle sterilized milks. *Food/Nahrung*, 44(6), 422-425.

Cabrejas, M. A. (2019). Coffee parchment as a new dietary fiber ingredient: Functional and physiological characterization. *Food research international*, 122, 105-113.

Coskun, O. (2016). Separation techniques: chromatography. *Northern clinics of Istanbul*, 3(2), 156.

D

de Melo Pereira G. V., de Carvalho Neto D. P., Júnior A. I. M., do Prado F. G., Pagnoncelli M. G. B., Karp S. G., Soccol C. R. (2020). Chemical composition and health properties of coffee and coffee by-products. In *Advances in food and nutrition research (Vol. 91, pp. 65-96)*. Academic Press.

Dei Piu L., Tassoni A., Serrazanetti D. I., Ferri M., Babini E., Tagliazucchi D., Gianotti A. (2014). Exploitation of starch industry liquid by-product to produce bioactive peptides from rice hydrolyzed proteins. *Food chemistry*, 155, 199-206.

Del Ángel-Meraz E., de Jesús Orantes-Flores H., Morales E. R., Sevilla-Camacho P. Y., Castillo-Palomera R. (2020). The use of activated carbon from coffee endocarp for the manufacture of supercapacitors. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 31(10), 7547-7554.

Del Valle H. B., Yaktine A. L., Taylor C. L., Ross A. C. (Edition). (2011). Dietary reference intakes for calcium and vitamin D.

Dhillon G. S., Kaur S., Oberoi, H. S., Spier M. R., Brar S. K. (2016). Chapter 2—Agricultural-Based Protein By-Products: Characterization and Applications. Protein byproducts-transformation from environmental burden into value-added products.

E

Echeverria M. C., Nuti M. (2017). Valorisation of the residues of coffee agro-industry: perspectives and limitations. *The Open Waste Management Journal*, 10(1).

Esquivel P., Jimenez V. M. (2012). Functional properties of coffee and coffee by-products. *Food Research International*, 46(2), 488-495.

F

Fraga-Corral M., Otero P., Echave J., Garcia-Oliveira P., Carpena M., Jarboui A., Prieto M. A. (2021). By-Products of Agri-Food Industry as Tannin-Rich Sources: A Review of Tannins' Biological Activities and Their Potential for Valorization. *Foods*, 10(1), 137.

G

Gemechu F. G. (2020). Embracing nutritional qualities, biological activities and technological properties of coffee byproducts in functional food formulation. *Trends in Food Science & Technology*.

Geromel C., Ferreira L. P., Guerreiro S. M. C., Cavalari A. A., Pot D., Pereira L. F. P., Marraccini P. (2006). Biochemical and genomic analysis of sucrose metabolism during coffee (*Coffea arabica*) fruit development. *Journal of Experimental Botany*, 57(12), 3243-3258.

Görgüç A., Bircan C., Yılmaz F. M. (2019). Sesame bran as an unexploited by-product: Effect of enzyme and ultrasound-assisted extraction on the recovery of protein and antioxidant compounds. *Food chemistry*, 283, 637-645.

Guaadaoui A., Benaicha S., Elmajdoub N., Bellaoui M., Hamal A. (2014). What is a bioactive compound? A combined definition for a preliminary consensus. *International Journal of Nutrition and Food Sciences*, 3(3), 174-179.

H

Harborne A. J. (1998). Phytochemical methods a guide to modern techniques of plant analysis. (pp 233- *springer science & business media*).

Hejna A. (2021). Potential applications of by-products from the coffee industry in polymer technology—Current state and perspectives. *Waste Management*, 121, 296-330.

I

Ingle K. P., Deshmukh A. G., Padole D. A., Dudhare M. S., Moharil M. P., Khelurkar V. C. (2017). Phytochemicals: Extraction methods, identification and detection of bioactive compounds from plant extracts. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*, 6(1), 32-36.

Iriondo-DeHond A., Garcia N. A., Fernandez-Gomez B., Guisantes-Batan E., Escobar F. V., Blanch G. P., del Castillo M. D. (2019). Validation of coffee by-products as novel food ingredients. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 51, 194-204.

Iriondo-DeHond A., Iriondo-DeHond M., Del Castillo M. D. (2020). Applications of compounds from coffee processing by-products. *Biomolecules*, 10(9), 1219.

J

Jin J., Ohanenye I. C., Udenigwe C. C. (2020). Buckwheat proteins: functionality, safety, bioactivity, and prospects as alternative plant-based proteins in the food industry. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 1-13.

K

Kao F. J., Su N. W., Lee M. H. (2003). Effect of calcium sulfate concentration in soymilk on the microstructure of firm tofu and the protein constitutions in tofu whey. *Journal of agricultural and food chemistry*, 51(21), 6211-6216.

Kettawan A., Sungpuag P., Sirichakwal P., Chavasit V. (2002). Chicken bone calcium extraction and its application as a food fortificant. *Warasan Samnakngan Khanakammakan Wichai Haeng Chat*.

L

Law-Ogbomo K. E., Law-Ogbomo J. E. (2009). The performance of Zea mays as influenced by NPK fertilizer application. *Notulae Scientia Biologicae*, 1(1), 59-62.

Littardi P., Rinaldi M., Grimaldi M., Cavazza A., Chiavaro, E. (2021). Effect of Addition of Green Coffee Parchment on Structural, Qualitative and Chemical Properties of Gluten-Free Bread. *Foods*, 10(1), 5.

Lopes G. R., Passos C. P., Rodrigues C., Teixeira J. A., Coimbra M. A. (2020). Impact of microwave-assisted extraction on roasted coffee carbohydrates, caffeine, chlorogenic acids and coloured compounds. *Food Research International*, 129, 108864.

M

Mariana M., Mulana F., Juniar L., Fathira D., Safitri R., Muchtar S., Huda N. (2021). Development of biosorbent derived from the endocarp waste of Gayo coffee for lead removal in liquid wastewater—effects of chemical activators. *Sustainability*, 13(6), 3050.

M dos Santos É., de Macedo L. M., Tundisi L. L., Ataide J. A., Camargo G. A., Alves R. C., Mazzola P. G. (2021). Coffee by-products in topical formulations: A review. *Trends in Food Science & Technology*.

Minjares-Carranco A., Trejo-Aguilar B. A., Aguilar G., Viniegra-González G. (1997). Physiological comparison between pectinase-producing mutants of *Aspergillus niger* adapted either to solid-state fermentation or submerged fermentation. *Enzyme and Microbial Technology*, 21(1), 25-31.

Mirón-Mérida V. A., Yáñez-Fernández J., Montañez-Barragán B., Huerta, B. E. B. (2019). Valorization of coffee parchment waste (*Coffea arabica*) as a source of caffeine and phenolic compounds in antifungal gellan gum films. *Lwt*, 101, 167-174.

Muzaiifa M., & Rahmi F., Syarifudin. (2021). Utilization of Coffee By-Products as Profitable Foods-A Mini Review. In *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science* (Vol. 672, No. 1, p. 012077). IOP Publishing.

O

Oliveira W. E., Franca A. S., Oliveira, L. S., Rocha S. D. (2008). Untreated coffee husks as biosorbents for the removal of heavy metals from aqueous solutions. *Journal of Hazardous Materials*, 152(3), 1073-1081.

Références bibliographiques

Oliveira G., Passos C. P., Ferreira P., Coimbra M. A., & Gonçalves I. (2021). Coffee By-Products and Their Suitability for Developing Active Food Packaging Materials. *Foods*, *10*(3), 683.

L'Organisation Internationale de la Vigne (OIV), (2019). Recueil des méthodes internationales d'analyse des boissons spiritueuses d'origine vitivinicole. IV-Calcium dosage par absorption atomique ; référence : OIV-MA-BS-29

P

Palacios C., Cormick G., Hofmeyr G. J., Garcia-Casal M. N., Peña Rosas J. P., Betrán A. P. (2021). Calcium fortified foods in public health programs: considerations for implementation. *Annals of the New York Academy of Sciences*, *1485*(1), 3.

Pinkert C. J. (2004). Nutrient and quality analysis of coffee cherries in Huong Hoa district, Vietnam (No. 280). *Plant Research International*

Pinta M., Bove C. (1956). Application de la spectrophotométrie de flamme à l'analyse du milieu végétal. *Microchimica Acta*, *44*(12), 1788-1817.

Pomeranz Y., Meloan C. E. (1994). Centrifugation. *In Food Analysis* (pp. 409-418). Springer, Boston, MA.

R

Rebollo-Hernanz M., Cañas S., Taladrid D., Benítez V., Bartolomé B., Aguilera Y., Martín-Cabrejas M. A. (2021). Revalorization of Coffee Husk: Modeling and Optimizing the Green Sustainable Extraction of Phenolic Compounds. *Foods*, *10*(3), 653.

Reis R. S., Tienne L. G., de HS Souza D., Maria de Fátima V. M., & Monteiro, S. N. (2020). Characterization of coffee parchment and innovative steam explosion treatment to obtain microfibrillated cellulose as potential composite reinforcement. *Journal of Materials Research and Technology*, *9*(4), 9412-9421.

Rubio-Rodríguez N., Sara, M., Beltrán S., Jaime, I., Sanz, M. T., Rovira J. (2012). Supercritical fluid extraction of fish oil from fish by-products: A comparison with other extraction methods. *Journal of Food Engineering*, *109*(2), 238-248.

Références bibliographiques

Ruta L. L., Farcasanu I. C. (2021). Coffee and Yeasts: From Flavor to Biotechnology. *Fermentation*, 7(1), 9.



Sikorski Z. Z., Kolakowska A. (Edition). (2010). Chemical, biological, and functional aspects of food lipids. (pp 1-2-24-25). CRC Press.

Silva M. D. O., Honfoga J. N. B., Medeiros L. L. D., Madruga M. S., Bezerra T. K. A. (2021). Obtaining Bioactive Compounds from the Coffee Husk (*Coffea arabica* L.) Using Different Extraction Methods. *Molecules*, 26(1), 46.

Sinha D., Tandon P. K. (2020). An Overview of Nitrogen, Phosphorus and Potassium: Key Players of Nutrition Process in Plants. *Sustainable Solutions for Elemental Deficiency and Excess in Crop Plants*, 85-117.

Sivrikaya S. (2020). A deep eutectic solvent based liquid phase microextraction for the determination of caffeine in Turkish coffee samples by HPLC-UV. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 37(3), 488-495.

Site 01:

<http://www.hotellerierestaurant.acversailles.fr/documents/cafeologie/culture/p5.htm#:~:text=Le%20fruit%20du%20caféier%20que,cerises%20sont%20jaunes%20à%20maturité.>

Site 02: <https://www.thoughtco.com/what-is-arabica-coffee-2353016>

Site 03 : <https://library.sweetmarias.com/arabica-coffee-cherry-cross-section/>

<https://essense.coffee/en/coffee-the-journey-from-the-seed-to-your-cup/>

site 04 : <https://torrefacteur-aveyron.fr/content/10-traitement>

site 05 : <https://ukersallaboutcoffee.wordpress.com/chapter16/>

[https://endes-welten.de/produkt/der-aufbau-einer-kafeeekirsche/#iLightbox\[product-gallery\]/3](https://endes-welten.de/produkt/der-aufbau-einer-kafeeekirsche/#iLightbox[product-gallery]/3)

site 06 : <https://sinouk-coffee.com/anatomy-of-coffee-cherry-fw>

site 07 : <https://ramenetessciences.wordpress.com/2018/11/28/polymeres-bio-sources-ou-issus-de-ressources-fossiles/>

Références bibliographiques

site 08 : https://www.researchgate.net/figure/Structure-de-base-des-tanins-condenses-Li-2004_fig3_318405784

site 09 : <https://www.techno-science.net/glossaire-definition/Cafeine.html>

Site 10 : https://www.researchgate.net/figure/Schema-general-dune-installation-de-steam-explosion-General-scheme-of-a-steam-explosion_fig1_49587889

Site 11 : https://elearning-deprecated.univ-annaba.dz/pluginfile.php/47848/mod_resource/content/1/extraction%20%20des%20SN.pdf

Site 12 : https://fr.wikipedia.org/wiki/Spectrophotométrie_d%27émission_de_flamme

Socala K., Szopa A., Serefko A., Poleszak E., Wlaż P. (2021). Neuroprotective Effects of Coffee Bioactive Compounds: A Review. *International Journal of Molecular Sciences*, 22(1), 107.

Srivastava, M. (Ed.). (2010). High-performance thin-layer chromatography (HPTLC). *Springer Science & Business Media*.

T

Thaiphanit S., Wedprasert W., Srabua A. (2020). Conventional and microwave-assisted extraction for bioactive compounds from dried coffee cherry peel by-products and antioxidant activity of the aqueous extracts. *SCIENCEASIA*, 46, 12-18.

Torres-Valenzuela L. S., Ballesteros-Gómez A., Rubio S. (2020). Supramolecular solvent extraction of bioactives from coffee cherry pulp. *Journal of Food Engineering*, 278, 109933.

V

Vandepoosele A., Draye M., Piot C., Chatel G. (2021). Study of Influential Parameters of the Caffeine Extraction from Spent Coffee Grounds: From Brewing Coffee Method to the Waste Treatment Conditions. *Clean Technologies*, 3(2), 335-350.

W

Weisz G. M., Carle R., Kammerer D. R. (2013). Sustainable sunflower processing—II. Recovery of phenolic compounds as a by-product of sunflower protein extraction. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 17, 169-179.

Wondemagegnehu E. B., Gupta N. K., Habtu E. (2019). Coffee parchment as potential biofuel for cement industries of Ethiopia. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, 1-12.

X

Xavier K. A. M., Prabhu U. A., Nair K. G. R., Mathew P. T. (2003). Utilization of fish bone as calcium supplement.

Y

Yahya N. A., Attan N., Wahab R. A. (2018). An overview of cosmeceutically relevant plant extracts and strategies for extraction of plant-based bioactive compounds. *Food and Bioproducts Processing*, 112, 69-85.

Z

Zhou Y., Sui S., Huang H., He G., Wang S., Yin Y., Ma Z. (2012). Process optimization for extraction of fishbone calcium assisted by high intensity pulsed electric fields. *Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering*, 28(23), 265-270.

Zoca S. M., Penn C. J., Rosolem C. A., Alves A. R., Neto L. O., Martins M. M. (2014). Coffee processing residues as a soil potassium amendment. *International Journal of Recycling of Organic Waste in Agriculture*, 3(4), 155-165.

المخلص

تمت دراسة الألياف الغذائية والمركبات الفينولية والعديد من الجزيئات النشطة بيولوجيا الأخرى التي تشكل رق البن ، بالإضافة إلى مختلف أنشطتها البيولوجية وطرق استخراجها. ويهدف ذلك إلى تقييم إمكانية استخدام رق البن لأغراض طبية أو غذائية زراعية من أجل التقليل من نفايات البن وأثرها الضار على البيئة.

بالنسبة لكل جزيء ، تم وصف طرق استخلاص تقليدية وغير تقليدية مختلفة ، والهدف منها هو تحديد أفضل طريقة التي تستخدم قدرأ أقل مواد كيميائية أقل (المذيبات) ، وتستهلك قدرأ أقل من طاقة ووقتأ أقل ، وتعطي عائداً وجودة أفضل.

الكلمات المفتاحية: رق البن ، الجزيئات النشطة بيولوجيا ، طرق الاستخلاص.

Résumé :

Les fibres alimentaires, les composés phénoliques et bien d'autres molécules bioactives constituants de la parche de café, ainsi que leur diverses activités biologiques et leur méthodes d'extraction ont été étudiés . Et ceci pour évaluer la possibilité d'utiliser la parche à des fins médicales ou agro-alimentaire à fin de réduire les déchets du café et leurs impact néfaste sur l'environnement.

Pour chaque molécules, différentes méthodes d'extraction conventionnelles et non conventionnelles ont été décrites dont le but est de déterminer la meilleure méthode qui utilise moins des produits chimiques (solvants), consomment moins d'énergie et de temps, et qui donne un meilleur rendement et qualité d'extrait.

Mots clés : la parche, molécules bioactives, méthodes d'extraction.

Abstract :

Dietary fibers, phenolic compounds and many other bioactive molecules that make up coffee parchment, as well as their various biological activities and extraction methods have been studied. And this to assess the possibility of using parchment for medical or agro-food purposes to reduce coffee waste and its negative impact on the environment.

For each molecule, different conventional and unconventional extraction methods have been described, the aim of which is to determine the best method which uses less chemicals (solvents), consumes less energy and time, and which gives a better yield. and extract quality.

Keywords: coffee parchment, bioactive molecules, extraction methods.