



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID – TLEMCE

MEMOIRE

Présenté à :

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour l'obtention du diplôme de :

MASTER EN CHIMIE

Spécialité : Chimie des Produits Naturels

Par :

Mlle DJEBBOUR Leila

Sur le thème

EXTRACTION ET ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES D'UNE SOURCE OLEAGINEUSE

Soutenue publiquement le 24/06/2025 à Tlemcen devant le jury composé de :

Mme BOUKLI HACENE Faiza
Mme ACHIRI Radja
Mme LAZOUNI Imane

Maître de Conférences B
Maître de Conférences B
Maître de Conférences B

Université de Tlemcen
Université de Tlemcen
Université de Tlemcen

Présidente
Examinatrice
Encadrante

REMERCIEMENTS

Avant tout, je rends grâce à Dieu Tout-Puissant, qui m'a accordé la santé, la volonté et la patience pour mener à bien ce travail.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à la Direction Générale de la Recherche Scientifique et du Développement Technologique (DGRSDT) pour les efforts continus qu'elle déploie pour promouvoir la recherche scientifique en Algérie, ainsi que pour son soutien aux chercheurs et étudiants à travers divers programmes et dispositifs.

Mes remerciements les plus sincères vont à Madame LAZOUNI Imane, mon encadrante, pour son accompagnement, sa disponibilité, ses conseils avisés et son soutien précieux tout au long de la réalisation de ce mémoire.

Je remercie également les membres du jury Dr. BOUKLI HACENE Faiza et Dr. ACHIRI Radja pour avoir accepté de lire, évaluer et commenter ce travail, apportant ainsi une valeur ajoutée à mon parcours.

J'ai eu le plaisir de réaliser ce travail de recherche au sein du laboratoire COSNA de la faculté des sciences de Tlemcen, sous la direction de Mme KENICHE Assia, à qui j'adresse mes sincères remerciements pour son accueil et son accompagnement.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à Monsieur ZIANI CHERIF pour son aide généreuse et la qualité de son accompagnement lors des analyses, réalisées au sein de son laboratoire Catalyse et Synthèse en Chimie Organique.

Un grand merci à ma famille, particulièrement mes parents, pour leur amour, leur soutien inconditionnel et leurs sacrifices tout au long de mon cheminement académique.

Enfin, je n'oublie pas mes amis et collègues, pour leur aide, leur bonne humeur et leur présence bienveillante, qui ont grandement contribué à rendre cette expérience enrichissante.

À toutes et à tous, je dis du fond du cœur : merci.

Dédicaces

J'ai le grand honneur de dédier ce modeste travail :

À mes chers parents, pour leur amour inconditionnel, leur soutien constant et leurs sacrifices précieux qui ont été la base de chaque pas que j'ai fait.

À mes chères sœurs, dont la présence chaleureuse et précieuse a eu un impact inoubliable dans mon parcours. Vous m'avez soutenue avec amour et patience, et vous avez été mes compagnes dans la joie et les défis.

À mes amis qui n'étaient pas de simples compagnons, mais plutôt des sœurs de cœur et de chemin dans la voie de la Daawah (el-khansawat), unis par une intention sincère et un engagement constant, ils ont été un soutien et une compagnie précieux.

À ma famille à Gaza – Palestine, symbole de patience, de dignité et de persévérance, je vous adresse tout mon amour, mes prières et ma lumière. Vous êtes dans mon cœur une prière constante et dans mon âme un espoir indéfectible.

À l'événement du Toufan d'Al-Aqsa, un événement qui a réorganisé nos priorités, ravivé la lumière dans nos cœurs et réinsufflé en nous la fierté.

À l'Association Chomoue Tlemcen et à l'Académie Tolaab Al-Maali, qui ont joué un rôle essentiel dans ma transformation, passant d'une personne en quête à une personne qui construit et influence ; je leur adresse toute ma gratitude pour leur soutien, leur formation et leur confiance.

Au Mosalla Khadija bint Khowailid, situé dans la cité universitaire Mansoura 5, où mon parcours spirituel a commencé, où les valeurs se sont ancrées et les premières lumières se sont allumées, marquant le début d'une transformation profonde dans ma vie.

Et à tous ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail, je présente mes sincères remerciements, mes prières abondantes et ma profonde gratitude.

Sommaire

REMERCIEMENTS	2
Dédicaces	3
Liste des Figures	6
Liste des tableaux	7
Liste des schémas	7
Liste des abréviations	8
Introduction générale	1
Chapitre (1) : Etude bibliographique	3
1. Généralités sur les oléagineuses	3
2. L'huile végétale	3
2.1. Définition	3
2.2. Composition chimique des huiles végétales	4
2.3. Classification des huiles végétales	5
2.4. Méthodes d'extraction des huiles végétales	7
3. La plante étudiée	10
3.1. Définition de la plante	11
3.2. Classification taxonomique	11
3.3. Caractéristiques botaniques	12
3.4. Usage du Ricin	14
3.5. L'huile du ricin	15
Conclusion	Erreur ! Signet non défini.
Chapitre (2) : Matériel et Méthodes	19
1. Introduction	19
1. Matériel végétal	19
2. Extraction de l'huile	19
2.1. Extraction par solvant (Soxhlet)	20
2.2. Extraction par macération	21
3. Caractérisation chimiques et physiques de l'huile	22
3.1. Indice d'acide	22
3.2. Indice de saponification	23
3.3. Indice d'ester	24
3.4. Indice de peroxyde	24
3.5. Indice d'iode	25
3.6. Indice de réfraction	26
3.7. Densité	27
4. Transestérification des acides gras	27
4.1. La transestérification par le méthanol en présence d'un acide fort (H ₂ SO ₄)	27
4.2. La transestérification par le méthanol en présence de trifluorure de bore	28

5. Screening phytochimique	29
5.1. Préparation des extraits.....	29
6. Activité antioxydante	33
6.1. Evaluation de l'activité antioxydante par piégeage du radical libre DPPH	33
6.2. Mode opératoire.....	33
6.3. Expression des résultats.....	33
Chapitre (3) : Résultats et discussions	34
1. Introduction	34
2. Extraction de l'huile	34
2.1. Extraction par solvant (Soxhlet).....	34
2.2. Extraction par macération.....	35
3. Caractérisation chimiques et physiques de l'huile	36
3.1. Indice d'acide	36
3.2. Indice de saponification.....	36
3.3. Indice d'ester	37
3.4. Indice de peroxyde	37
3.5. Indice d'iode.....	38
3.6. Indice de réfraction.....	38
3.7. Densité.....	39
4. Transestérification des acides gras	39
4.1. La transestérification en présence d'un acide fort (H_2SO_4).....	40
4.2. La transestérification en présence de trifluorure de bore.....	41
5. Screening phytochimique	41
5.1. Huile extraite à partir des graines sans tégument	42
5.2. Huile extraite à partir de graines avec tégument	43
6. Activité antioxydante	43
6.1. Définition.....	43
6.2. Principe de la méthode	44
6.3. Test de l'activité antioxydante.....	44
Conclusion générale	47
Références Bibliographiques	47
Résumé	

Liste des Figures

Figure 1: Quelques exemples des oléagineux	3
Figure 2: Quelques exemples des huiles végétales.....	4
Figure 3: Structures de quelques constituants des huiles végétales	5
Figure 4: Huile de palme	6
Figure 5: Huile d'olive.....	6
Figure 6: Huile de Tournesol.....	7
Figure 7: Huile de Lin	7
Figure 8: Méthodes d'extraction de l'huile végétale	8
Figure 9: Presses pour extraction mécanique des huiles	8
Figure 10: Extraction enzymatique	9
Figure 11: Extraction par micro-onde	10
Figure 12: Extraction par fluide supercritique.....	10
Figure 13: Ricin.....	11
Figure 14: Tige du ricin.....	12
Figure 15: Feuilles du ricin	12
Figure 16: Fleur du ricin.....	13
Figure 17: Fruit du ricin	13
Figure 18: Graines du ricin.....	13
Figure 19: Huile de ricin	15
Figure 20: Structures chimiques des acides gras présents dans l'huile.....	16
Figure 21: <i>Ricinus communis</i>	19
Figure 22: Matériel Végétal	20
Figure 23: Appareil soxhlet.....	21
Figure 24: Evaporateur rotatif	21
Figure 25: Les différentes étapes de l'extraction par macération	22
Figure 26: Réfractomètre	27
Figure 27: Différentes étapes de la transésterification par le méthanol en présence d'acide sulfurique	28
Figure 28: Différentes étapes de la transésterification par le méthanol en présence de trifluorure de bore.....	29
Figure 29: Préparation des extraits.....	30
Figure 30: Préparation de l'extrait éthanolique à partir des téguments	31
Figure 31: Spectre IR d'ester d'acide gras à partir de H_2SO_4	40
Figure 32 : Spectre IR des EMAG à partir de BF_3	41
Figure 33: Résultats des tests phytochimiques de l'huile extraite à partir des graines sans tégument	42
Figure 34: Résultats des tests phytochimiques de l'huile extraite à partir de graines avec tégument...	43
Figure 35: Le radical DPPH	44
Figure 36: Variation de l'intensité de la couleur du DPPH pour les différents échantillons.....	45

Liste des tableaux

Tableau 1: Teneur en vitamine E et phytostérols de quelques huiles végétales.....	5
Tableau 2: Teneurs en acides gras de quelques huiles végétales	7
Tableau 3: Classification du <i>Ricinus communis</i> L	11
Tableau 4: Propriétés physico-chimiques de l'huile du ricin.....	17
Tableau 5: Résultats des phytochimiques pour les graines sans tégument	42
Tableau 6: Résultats des tests phytochimiques de l'huile extraite à partir des graines avec tégument	43
Tableau 7: Pourcentage du DPPH réduit en fonction des concentrations.....	45

Liste des schémas

Schéma 1: Réaction de la saponification des triglycérides.....	24
Schéma 2: La réaction de la transestérification des triglycérides	39
Schéma 3: Mécanisme de la réaction de la transestérification catalysé par un acide	40

Liste des abréviations

IA : Indice d'acide

KOH : Hydroxyde de potassium

IS : Indice de saponification

IE : Indice d'ester

IP : Indice de peroxyde

I.I : Indice d'iode

n^D : Indice de réfraction

d : Densité

UV : Ultra-violet

DPPH : 1,1-diphényl-2-picrylhydrazyle

Abs c: Absorbance du contrôle négatif

Abs e: Absorbance de l'échantillon testé

CI₅₀ : Concentration inhibitrice 50%

CPG : Chromatographie en phase gazeuse

IR : Infrarouge

EMAG : Esters méthyliques d'acide gras

DCM : Dichlorométhane

Introduction générale

Les cultures oléagineuses occupent une place stratégique dans le commerce agricole mondial, répondant à une demande croissante en huiles comestibles raffinées et en huiles industrielles, accentuée par l'essor démographique. Le marché international est largement dominé par le soja, le colza et le tournesol, mais l'intérêt pour des cultures alternatives, telles que le lin et la caméline, ne cesse de s'intensifier. Leurs atouts agronomiques, alliés à une diversité d'applications alimentaires et non alimentaires, en font des candidates prometteuses pour diversifier et sécuriser l'approvisionnement en huiles végétales, tout en favorisant une agriculture plus durable et résiliente.

Dans une ère où l'exploitation optimale des ressources naturelles occupe une place centrale, les huiles végétales issues des graines oléagineuses se révèlent être des ressources incontournables, enrichissant de nombreux produits alimentaires grâce à leur profil nutritionnel exceptionnel. Leurs vertus thérapeutiques, reconnues depuis des siècles, apportent un soutien naturel aux soins de santé et soulignent leurs multiples bienfaits. Parmi les huiles végétales les plus renommées, l'huile de ricin se distingue par son origine naturelle et la richesse de ses applications. Issue de la plante *Ricinus communis*, elle est cultivée avec un soin méticuleux dans des régions bénéficiant d'un climat favorable, garantissant une croissance optimale et un rendement remarquable. Sa production mondiale, estimée entre 400000 et 500000 tonnes, atteste de son importance stratégique en tant que ressource précieuse, tant sur le plan économique qu'industriel.

Le présent travail consiste à analyser l'huile végétale issue de graine oléagineuse de ricin dans une approche combinant une recherche fondamentale en mettant l'accent sur l'optimisation du procédé d'extraction ainsi que sur l'étude des principales propriétés physico-chimiques de l'huile en question.

Objectifs

Cette étude se concentre principalement sur la mise en valeur du *Ricinus communis* de la wilaya de Tlemcen, en mettant en avant la production de son huile, ainsi que l'analyse de ses principales caractéristiques physico-chimiques.

Le travail est structuré en trois grands chapitres :

Le premier chapitre porte sur une étude bibliographique débutant par une présentation de la plante *Ricinus communis*, décrivant ses caractéristiques botaniques. Il aborde ensuite les méthodes d'extraction utilisées pour produire l'huile de ricin et examine ses principaux domaines d'application.

Le deuxième chapitre présente le matériel et les protocoles expérimentaux employés, en décrivant la procédure d'extraction de l'huile de ricin avec différents solvants, l'analyse physicochimique de l'huile extraite, la réalisation de tests phytochimiques, ainsi que l'évaluation de l'activité antioxydante par la méthode du DPPH.

Le troisième chapitre est dédié à la présentation des résultats obtenus lors des analyses chimiques et biologique, et à leur discussion approfondie.

L'étude se clôture par une conclusion générale, résumant les principales observations et les apports de cette recherche sur la plante du *Ricinus communis* de la wilaya de Tlemcen.

CHAPITRE (1) : Etude bibliographique

Chapitre (1) : Etude bibliographique

1. Généralités sur les oléagineuses

Ces dernières années, l'intérêt croissant pour les graines oléagineuses et les huiles qui en sont issues a favorisé leur intégration dans l'alimentation, entraînant une expansion rapide de leur culture à travers le monde. Les oléagineux désignent les graines de plantes cultivées pour l'extraction d'huile. Parmi les plus répandus, on retrouve l'arachide, le colza, ainsi que les graines de sésame et de tournesol. Bien que leur composition chimique varie, toutes renferment des protéines, des lipides, des glucides sous forme de sucre et d'amidon, ainsi que des vitamines, de l'eau et des minéraux (1).

Riches en matières grasses, elles en contiennent au moins 15 %, tout en offrant une source précieuse de protéines, avec des teneurs pouvant varier de 6 à 45 % (2).

Les sources d'oléagineux sont variées, on distingue :

- les graines oléagineuses, issues de plantes cultivées spécifiquement pour la production d'huile : colza, tournesol, arachide, soja, sésame, noix, amande, ou pour leurs pépins et dont l'huile est un produit accessoire : cotonnier, lin ;
- les fruits oléagineux produits par des arbres: palmier à huile, olivier, cocotier (coprah), noyé, noisetier, amandier.



Figure 1: Quelques exemples des oléagineux

2. L'huile végétale

2.1. Définition

Les huiles végétales sont des substances naturelles d'origine végétale, principalement composées d'un mélange d'esters issus du glycérol et d'acides gras. Ces derniers, constitués

de chaînes carbonées de 14 à 20 atomes, présentent divers degrés d'insaturation, conférant à chaque huile des propriétés uniques (3).

Elles se distinguent par leur origine, leur composition, leur qualité et leurs arômes. Leur valeur nutritionnelle et leurs multiples usages en font des ingrédients précieux, adaptés à divers besoins et préférences (4).



Figure 2: Quelques exemples des huiles végétales

2.2. Composition chimique des huiles végétales

Les huiles végétales sont liquides à température ambiante, très visqueuses, à faible volatilité.

Les huiles végétales, obtenues par pressage ou extraction des graines oléagineuses, sont des substances hydrophobes essentielles en alimentation. Majoritairement constituées de triacylglycérols ($> 95 \%$), elles sont insolubles dans l'eau mais restent solubles dans les solvants organiques. Elles contiennent également de faibles proportions de mono- et diacylglycérols ($< 5 \%$), qui participent à la complexité de leur composition.

Les autres composants mineurs sont les tocophérols /tocotriénols (vitamine E) (jusqu'à 900 mg kg^{-1}) et les esters de phytostérols (jusqu'à 1%) mais contenant également des caroténoïdes, etc (5).

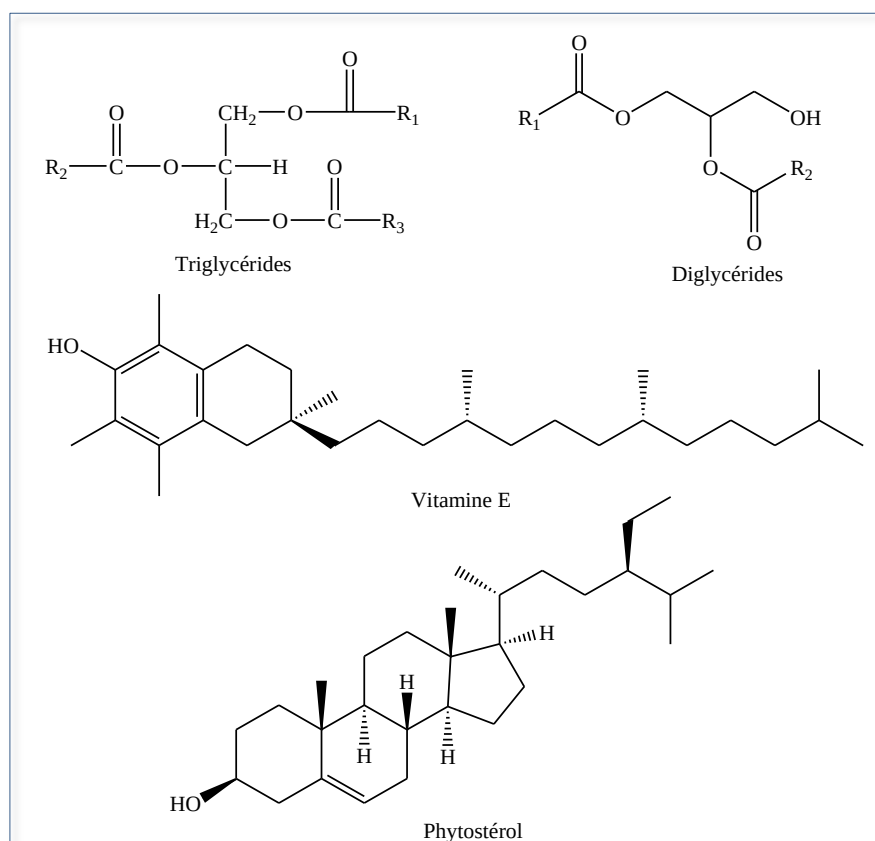


Figure 3: Structures de quelques constituants des huiles végétales

	Olive	Noix	Palme	Tournesol
Vitamine E	5-10	5-10	13	45-110
Phytostérols	80-221	176-250	49-90	100-500

Tableau 1: Teneur en vitamine E et phytostérols de quelques huiles végétales (6).

2.3. Classification des huiles végétales

Les huiles végétales se définissent avant tout par la richesse et la diversité de leur profil en acides gras, ces derniers ayant un nombre pair d'atomes de carbone en configuration *cis* (7).

Aucune huile végétale ne se limite à un seul type d'acides gras : il s'agit toujours d'une association complexe. Les huiles végétales n'ont cependant pas une composition fixe, car elle fluctue selon l'origine des récoltes, la génétique des plantes, les méthodes de culture et les variations saisonnières. Parmi les huiles végétales les plus courantes, plusieurs se distinguent par leurs particularités. Elles se répartissent en quatre grands groupes, leur classification reposant sur l'indice d'iode, un critère essentiel permettant de les différencier (8).

2.3.1. Les huiles à teneur élevée en acides gras saturés :

Les huiles à haute teneur en acides gras saturés possèdent des propriétés thérapeutiques notables, notamment des effets anti-inflammatoires et antimicrobiens, qui leur confèrent un intérêt particulier en santé et en nutrition, notamment l'acide laurique (coprah, palmiste, babassu,...), l'acide palmitiques (palme, buruti), l'acide stéarique (karité).



Figure 4: Huile de palme

2.3.2. Les huiles monoinsaturées (semi-siccatives) :

Elles sont principalement représentées par l'acide oléique, présent en grande quantité dans plusieurs huiles végétales. Parmi les plus riches, on trouve l'huile d'olive, l'huile de canola, l'huile d'arachide et l'huile de son de riz, dont les indices d'iode varient entre 50 et 100. D'autres sources végétales d'acide oléique incluent l'arachide, le colza, le sésame, le jatropha curcas et le ricin. Les huiles monoinsaturés ont été associées à des propriétés anti-inflammatoires et hypolipémiantes.



Figure 5: Huile d'olive

2.3.3. Les huiles di-insaturées (semi-siccatives) :

Ce sont des huiles riches en acide linoléique (oméga-6), comme l'huile de tournesol, de maïs et de soja, reconnues pour leurs bienfaits essentiels. Indispensable à la croissance et au développement, l'acide linoléique joue un rôle clé dans la structuration des membranes cellulaires, notamment celles de la peau, contribuant ainsi à son intégrité et à sa régénération.



Figure 6: Huile de Tournesol

2.3.4. Les huiles tri-insaturées (siccatives) : indices d'iode > 150

Les huiles à teneur élevée en acide gras tri-insaturés sont dotées de propriétés anti-inflammatoires et aident à apaiser les irritations et les rougeurs. Nourrissantes et légères, elles pénètrent rapidement dans la peau, offrant hydratation et protection en profondeur. On distingue : l'acide linoléique (oméga-3) : lin et l'acide éléostariques : huile de bois de chine.



Figure 7: Huile de Lin

	Tournesol	Olive	Lin
Acides gras saturés	10-16	9-26	6-9
Acides gras mono-insaturés	15-25	55-83	11-23
Acides gras polyinsaturés	62-70	4-22	70-80

Tableau 2: Teneurs en acides gras de quelques huiles végétales

2.4. Méthodes d'extraction des huiles végétales

L'extraction des triglycérides à partir des graines oléagineuses est un processus clé permettant leur séparation et leur récupération. Pour optimiser les rendements tout en préservant la qualité du produit, différentes techniques sont mises en œuvre, qu'elles soient chimiques, biochimiques ou mécaniques. Chacune de ces méthodes vise à maximiser l'efficacité de l'extraction tout en minimisant les altérations, garantissant ainsi des huiles de haute qualité aux propriétés préservées (9).

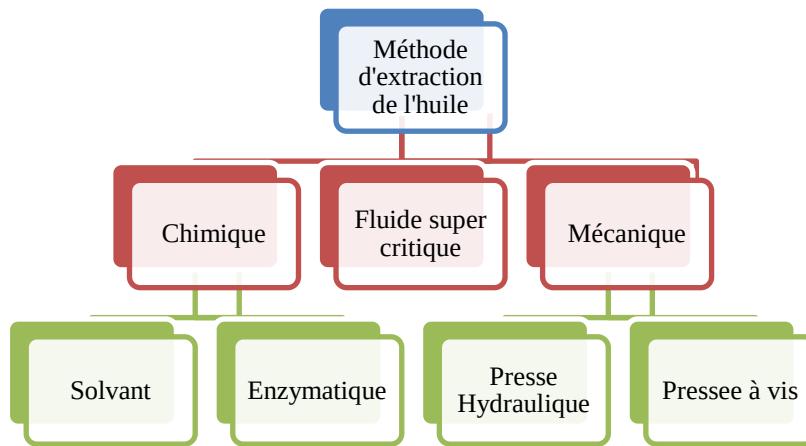


Figure 8: Méthodes d'extraction de l'huile végétale

2.4.1. Extraction mécanique

L'extraction mécanique des huiles repose sur la compression des graines oléagineuses à l'aide de presses hydrauliques ou à vis, permettant d'extraire l'huile en réduisant leur volume. Ce procédé peut être optimisé en ajustant des paramètres clés tels que la température, la pression et la vitesse de rotation des vis afin d'améliorer le rendement. Toutefois, un contrôle rigoureux des conditions de traitement est essentiel, car une température excessive pourrait altérer l'efficacité de l'extraction et la qualité de l'huile obtenue (10).



Figure 9: Presses pour extraction mécanique des huiles

2.4.2. Extraction par solvant

L'extraction conventionnelle par solvant repose sur la capacité du solvant à dissoudre l'huile des graines oléagineuses, garantissant ainsi une extraction efficace. Réalisée en mode discontinu ou continu, elle se déroule en trois étapes clés : le nettoyage et le conditionnement des graines, l'extraction de l'huile et sa séparation du solvant. Bien que cette méthode offre un rendement élevé pouvant atteindre 98 %, elle nécessite un investissement important, une forte

consommation énergétique et l'utilisation de solvants comme l'hexane, dont la toxicité suscite des préoccupations sanitaires et environnementales (11).

2.4.2.1. Extraction enzymatique

L'extraction assistée par enzymes (EAE) utilise des enzymes pour dégrader les parois cellulaires des graines oléagineuses et faciliter la libération de l'huile. Bien qu'elle fonctionne à basse température et optimise le rendement avec des combinaisons enzymatiques, son efficacité peut être limitée par des contraintes thermiques et la viscosité du milieu (12).

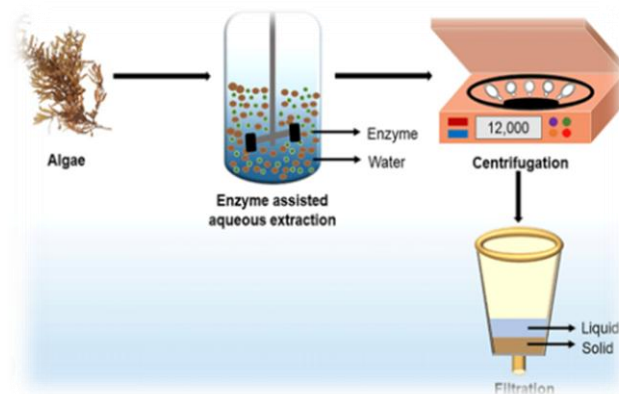


Figure 10: Extraction enzymatique

2.4.2.2. Extraction par Ultrasons

L'extraction assistée par ultrasons (UAE) repose sur la cavitation, un phénomène où des bulles microscopiques se forment et s'effondrent sous l'effet des ondes ultrasonores, provoquant des effets mécaniques et physico-chimiques qui facilitent la libération de l'huile. L'intensité ultrasonique, la durée et le volume de solvant influencent directement le rendement en améliorant la perméabilité des parois cellulaires et en accélérant le transfert de masse. Cette méthode se distingue par sa rapidité, son efficacité énergétique et sa capacité à augmenter l'extraction sans nécessiter des températures élevées, bien qu'un excès de puissance puisse dégrader la structure moléculaire de l'huile (13).

2.4.2.3. Extraction par micro-onde

L'extraction assistée par micro-ondes (MAE) repose sur l'échauffement rapide et la destruction des structures cellulaires par les micro-ondes, facilitant ainsi l'extraction de l'huile en un temps réduit avec une faible quantité de solvant. Ce processus, basé sur la

conduction ionique et la rotation dipolaire sous un champ électromagnétique, améliore le rendement tout en diminuant l'impact environnemental et les coûts énergétiques (14).

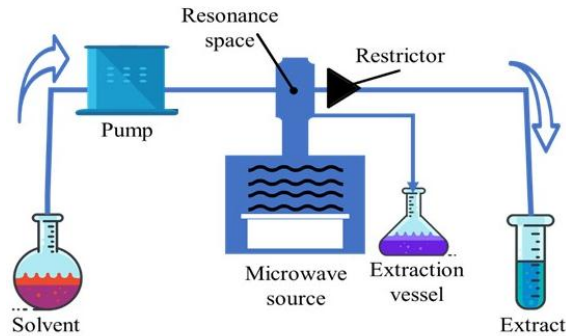


Figure 11: Extraction par micro-onde

2.4.2.4. Extraction par fluide supercritique

L'extraction par fluide supercritique (SFE) utilise un solvant porté à une température et une pression supérieures à son point critique, lui conférant des propriétés intermédiaires entre un liquide et un gaz, ce qui améliore l'extraction des composés lipidiques. Le dioxyde de carbone supercritique (SC-CO₂) est le solvant le plus couramment utilisé en raison de sa faible toxicité, de sa capacité de solvation modulable et de son élimination facile par simple dépressurisation, garantissant un procédé plus écologique et efficace (15).

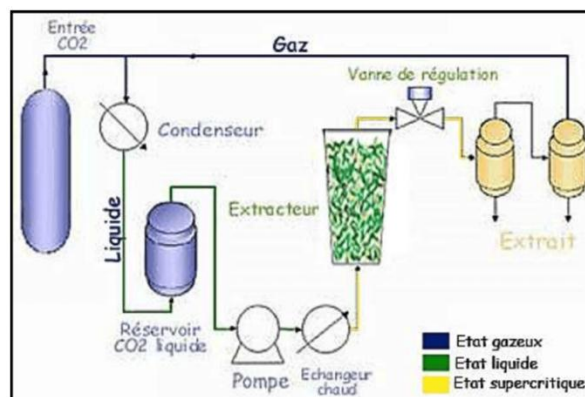


Figure 12: Extraction par fluide supercritique

3. La plante étudiée

Le choix de la plante étudiée s'est porté sur le ricin (*Ricinus communis* L.) en raison de son intérêt particulier tant sur le plan botanique que physico-chimique.

3.1. Définition de la plante

Le ricin (*Ricinus communis* L.) est une plante à fleurs appartenant à la famille des *Euphorbiacées*, un vaste groupe de plantes principalement originaires des régions tropicales. Ce végétal se distingue par son appartenance au genre monotypique *Ricinus*, dont le nom, issu du latin, signifie « tique », en référence à l'aspect de ses graines, marquées d'un motif et d'une excroissance rappelant ces petits parasites.

Le ricin est appelé également kharouâa en arabe, ricin en français et castor plant en anglais. Largement cultivé à travers le monde, le ricin prospère particulièrement dans les régions tropicales et subtropicales. L'Inde en est le principal producteur, suivie de près par la Chine et le Brésil, qui contribuent également de manière significative à sa production. Cette plante s'épanouit idéalement sous des températures comprises entre 20°C et 25°C, tandis que des variations en dessous de 12°C ou au-delà de 38°C peuvent compromettre sa germination et réduire son rendement (16).



Figure 13: Ricin

3.2. Classification taxonomique

Règne	<i>Plantea</i>
Classe	Magnoliopsida
Sous-classe	<i>Rosidae</i>
Ordre	<i>Euphorbiales</i>
Famille	<i>Euphorbiaceae</i>
Sous-famille	<i>Acalyphoideaerbiales</i>
Embranchement	<i>Spermaphyte</i>
Sous-embranchement	<i>Angiosperme</i>
Genre	<i>Ricinus</i>
Espèce	<i>Ricinus Communis L</i>

Tableau 3: Classification du *Ricinus communis* L (17).

3.3. Caractéristiques botaniques

Originnaire d'Afrique, le ricin s'est répandu mondialement et se distingue par sa grande variabilité morphologique et sa croissance rapide en conditions favorables (18).

3.3.1. Partie souterraine

Les tiges du ricin sont creuses, robustes et peuvent varier en couleur, allant du vert au rougeâtre, avec une croissance rapide favorisant le développement de la plante.



Figure 14: Tige du ricin

3.3.2. Partie aérienne

3.3.2.1. Les feuilles

Les tiges du ricin sont rondes, parfois cireuses, de couleur verte, rouge ou violette, devenant grisâtres avec l'âge, et présentent des nœuds bien développés d'où émergent les feuilles et les inflorescences.



Figure 15: Feuilles du ricin

3.3.2.2. Les fleurs

Les fleurs du ricin, disposées en grappes pyramidales, sont majoritairement pollinisées par le vent et peuvent être mâles, femelles ou mixtes.



Figure 16: Fleur du ricin

3.3.2.3. Le Fruit

Le fruit du ricin est une capsule épineuse qui se fend à maturité pour libérer les graines, avec des variations de forme et de texture selon les variétés.



Figure 17: Fruit du ricin

3.3.3. Les graines

Les graines du ricin, généralement au nombre de trois par capsule, varient en forme, en taille et en couleur, avec un tégument mince et fragile entourant un amande blanche. Leur germination, de type épigée, peut être immédiate ou retardée par une dormance, qui peut être levée par trempage ou scarification.



Figure 18: Graines du ricin

3.4. Usage du Ricin

Le ricin est une plante médicinale largement utilisée dans le traitement de diverses affections grâce à ses propriétés purgatives, dermatologiques, antimicrobiennes et même anticancéreuses (19).

3.4.1. Propriétés purgatives et digestives

L'huile de ricin est principalement reconnue pour son effet laxatif et purgatif. En Inde, un mélange d'extrait de feuilles, de lait et de sucre est utilisé pour vider l'estomac, tandis qu'en Jordanie, une décoction des fruits sert de remède contre la dysenterie.

3.4.2. Usages dermatologiques et cosmétiques

En application externe, l'huile de ricin est exploitée en cosmétique dans la fabrication de crèmes solaires et antirides. Elle est également employée en dermatologie pour traiter les durillons, les kystes et certaines plaies ouvertes.

3.4.3. Effets anti-inflammatoires

Diverses parties de la plante ont aussi montré une efficacité contre les inflammations et les maladies du foie. Par ailleurs, ses fruits soulagent les douleurs glandulaires.

3.4.4. Activité antimicrobienne et hépatoprotectrice

Le ricin possède des propriétés antibactériennes et diurétiques, contribuant ainsi à la protection du foie et à l'élimination des toxines.

3.4.5. Potentiel anticancéreux et insecticide

Des recherches récentes ont révélé que la ricine, toxine propre au ricin, présente une activité contre certaines cellules cancéreuses. De plus, la plante est étudiée pour son effet larvicide contre certains insectes nuisibles.

3.4.6. Agent anti-parasitaire

Le ricin est utilisé comme culture résistante aux nuisibles, notamment dans les plantations d'arachides, réduisant ainsi le recours aux pesticides grâce à la diversité de ses feuilles, tiges et capsules. Son huile est également employée, que ce soit en Inde pour protéger les grains de café contre les insectes ou aux États-Unis pour éloigner taupes et campagnols des jardins.

3.4.7. Usages ornementaux et artisanaux du ricin

Le ricin est souvent cultivé comme plante ornementale dans les parcs et jardins, apportant une touche esthétique aux compositions florales. Ses graines, quant à elles, sont prisées pour la fabrication de bijoux artisanaux, tels que colliers et bracelets.

3.5. L'huile de ricin

L'huile de ricin, extraite principalement par n-hexane, est une ressource aux nombreuses applications. À l'état brut, elle se distingue par une teinte jaune paille et une odeur caractéristique, qui s'atténue après raffinage pour la rendre incolore et neutre. Composée majoritairement d'acide ricinoléique, un acide gras monoinsaturé et hydroxylé, elle joue un rôle clé dans les secteurs pharmaceutique, agricole et industriel. On la retrouve ainsi dans la fabrication de cosmétiques, parfums, lubrifiants, vernis, fluides hydrauliques, plastiques et textiles synthétiques, confirmant sa grande polyvalence (20).



Figure 19: Huile de ricin

3.5.1. Composition chimique

L'huile de ricin est principalement constituée d'acides gras et de lipides neutres, principalement des triglycérides. Elle renferme également des composés bioactifs en moindre quantité, regroupés dans la fraction insaponifiable, tels que les caroténoïdes, les composés phénoliques, les phospholipides, les phytostérols, ainsi que les tocophérols et tocotriénols. Les recherches menées sur ces composants ont mis en lumière leurs bienfaits nutritionnels et leur importance dans la graine de ricin (21).

3.5.1.1. Triglycérides

L'huile de ricin est majoritairement composée de triacylglycérides (TAG) contenant trois molécules d'acide ricinoléique, avec le triricinoléine comme TAG prédominant, dont la teneur varie en fonction de facteurs tels que la zone de production, le cultivar, le mode d'extraction, la période de récolte et les conditions de stockage.

3.5.1.2. Acides gras

L'huile de ricin est principalement composée d'acide ricinoléique (C18:1-OH) et contient également d'autres acides gras tels que l'acide linoléique, linolénique, oléique, palmitique et stéarique, dont les propriétés nutritionnelles et cosmétiques sont largement exploitées dans les domaines de la santé et de l'industrie.

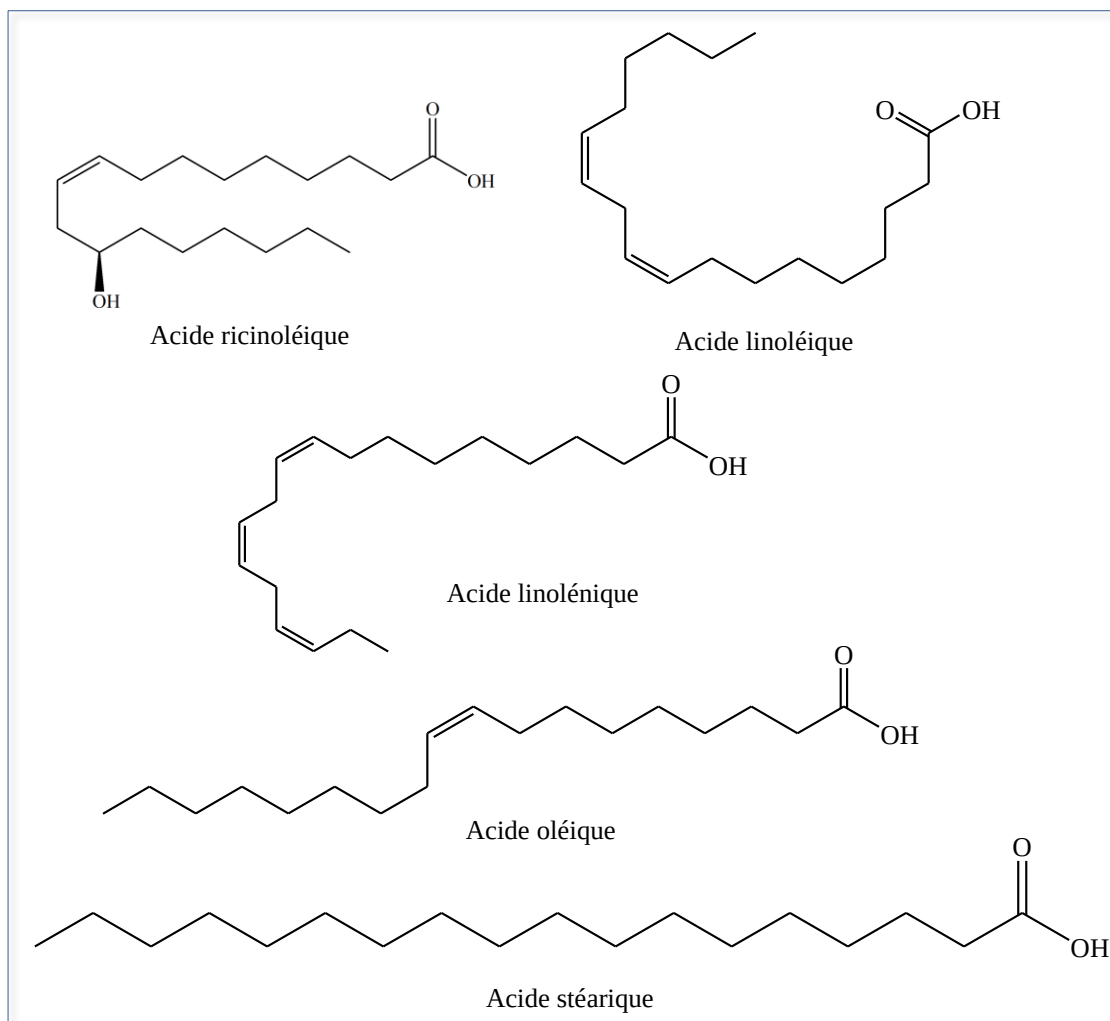


Figure 20: Structures chimiques des acides gras présents dans l'huile

3.5.1.3. Phytostérols

L'huile de ricin contient des phytostérols en faible quantité, principalement le β -sitostérol, dont les propriétés hypocholestérolémiantes pourraient élargir son utilisation dans l'industrie alimentaire.

3.5.1.4. Phospholipides

L'huile de ricin contient une faible proportion de phospholipides, principalement la phosphatidylcholine, la phosphatidylinositol et la phosphatidyléthanolamine, qui jouent un rôle clé comme émulsifiants dans les industries pharmaceutique et alimentaire.

3.5.1.5. Tocophérols et tocotriénols

Riches en tocophérols (α , β , γ et δ) et en tocotriénols, l'huile de ricin possède des propriétés antioxydantes, anti-inflammatoires et neuroprotectrices, contribuant à sa stabilité et à ses bienfaits pour la santé.

3.5.1.6. Composés phénoliques

L'huile de ricin renferme divers composés phénoliques, notamment des flavonoïdes et des acides phénoliques comme les hydroxycinnamiques et hydroxybenzoïques, qui influencent son arôme et renforcent son activité antioxydante.

3.5.2. Propriétés physico-chimiques

Omaria Athumani exploré les propriétés physico-chimiques de l'huile de ricin, mettant en lumière ses caractéristiques essentielles et son potentiel pour diverses applications industrielles (22).

Indice	Densité	Indice de réfraction	Indice d'acide	Indice de saponification	Indice d'iode
Huile du Ricin	961 Kg/L à 28°C	1.476 à 28°C	0.14-1.97 mg/g d'huile	165.50-187mg KOH/ g d'huile	83-93mg I ₂ /100g d'huile

Tableau 4: Propriétés physico-chimiques de l'huile du ricin

L'huile de ricin est une huile dense et visqueuse, stable et peu insaturée, ce qui la rend adaptée aux lubrifiants et aux carburants. Son faible indice d'acide indique une bonne qualité, tandis que son indice de saponification élevé la rend utile pour la fabrication de savons et de cosmétiques.

3.5.3. Usage médicinal

Reconnue pour ses puissantes propriétés laxatives et purgatives, l'huile de ricin agit rapidement, provoquant des spasmes intestinaux dans les heures suivant son ingestion, ce qui en fait un remède efficace pour purifier le système digestif en cas d'empoisonnement. Douce pour la peau, elle est largement utilisée en cosmétique et en médecine, notamment dans des

préparations aux vertus nourrissantes et réparatrices. En Inde, elle revêt une importance particulière dans les pratiques traditionnelles : appliquée en massage sur la poitrine des jeunes mères, elle favoriserait la lactation, tandis que sous forme de cataplasme, elle soulagerait les inflammations articulaires, illustrant ainsi la richesse de ses usages thérapeutiques (23).

CHAPITRE (2) : Matériel et Méthodes

Chapitre (2) : Matériel et Méthodes

1. Introduction

L'extraction des composés à partir des plantes permet d'obtenir des huiles fixes, présentes dans les graines oléagineuses, ainsi que des extraits riches en substances bioactives. Ces produits sont récupérés grâce à des solvants, en fonction de la solubilité des composés recherchés. Ils sont largement utilisés dans les domaines alimentaire, cosmétique et pharmaceutique.

1. Matériel végétal

Pour atteindre les objectifs de notre travail, la plante de ricin (*Ricinus communis*) a été récoltée en Janvier 2025 dans la région de Saf-Saf (Tlemcen). Après la récolte, les capsules ont été ouvertes pour récupérer les graines. Elles ont été séchées à l'ombre à l'abri de la poussière puis soigneusement stockées dans une boîte hermétique pour garantir leur intégrité avant extraction.



Figure 21: *Ricinus communis*

2. Extraction de l'huile

Le matériau analysé dans cette étude est l'huile obtenue à partir des graines de ricin, extraites suite au broyage des graines en une poudre grossière à l'aide d'un mortier.

En effet, deux types de graines ont été utilisés afin de comparer les rendements de l'huile extraite. Le premier type correspond à des graines entières, conservant leur tégument marron, tandis que le second type regroupe des graines dont le tégument a été retiré.

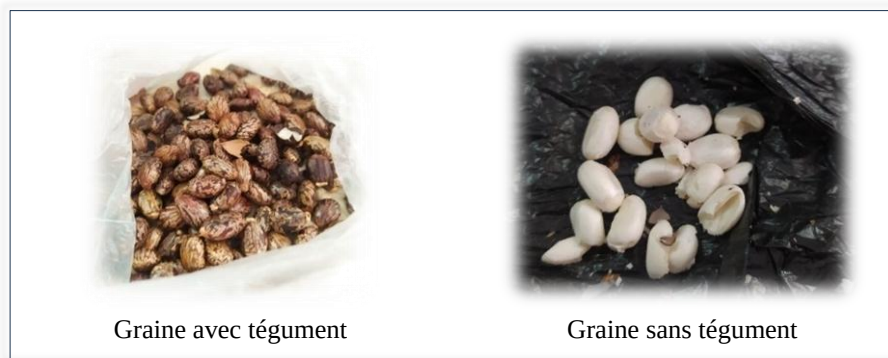


Figure 22: Matériel Végétal

L'extraction de l'huile a été réalisée par extraction liquide-solide selon deux méthodes : la macération et l'extraction par Soxhlet, utilisant plusieurs solvants tels que l'éther de pétrole, le cyclohexane et le dichlorométhane.

2.1.Extraction par solvant (Soxhlet)

2.1.1. Définition

L'extraction par Soxhlet est une méthode utilisée en laboratoire pour extraire des composés à partir de matières solides. Elle repose sur un cycle continu d'ébullition et de condensation du solvant, qui passe plusieurs fois à travers l'échantillon, assurant une extraction efficace des substances ciblées (24).

2.1.2. Principe

Le principe de l'extraction Soxhlet repose sur un cycle continu d'extraction par solvant. L'échantillon solide est placé dans une cartouche d'extraction à l'intérieur de l'appareil, au-dessus d'un ballon contenant le solvant. En chauffant, le solvant s'évapore, se condense dans un réfrigérant, puis s'égoutte sur l'échantillon. Une fois la chambre en verre remplie, le solvant chargé en composés extraits est évacué par un siphon vers le ballon. Ce processus se répète automatiquement, permettant une extraction efficace et exhaustive des substances solubles (25).

2.1.3. Mode opératoire

Pour l'extraction des corps gras à partir de la matière végétale, en l'occurrence le ricin, 12 g de poudre de graines ont été pesés puis placés dans une cartouche perméable au solvant. Celle-ci a été insérée dans un extracteur Soxhlet relié à un réfrigérant et à un ballon chauffant. Le solvant utilisé s'évapore sous l'effet de la chaleur, se condense et s'écoule sur l'échantillon jusqu'à remplir la chambre d'extraction. Une fois pleine, le siphon se déclenche automatiquement, permettant au solvant chargé en composés lipidiques de redescendre dans le ballon. Après 6 heures d'extraction, la cartouche est retirée et la solution contenant les lipides est concentrée à l'aide d'un évaporateur rotatif pour récupérer l'extraire huileux.

Le résidu obtenu est pesé et le rendement calculé par la formule ci-dessous :

$$\text{Rendement(\%)} = (\text{masse du résidu} / \text{masse initiale de la poudre}) \times 100$$



Figure 23: Appareil soxhlet



Figure 24: Evaporateur rotatif

2.2.Extraction par macération

2.2.1. Définition

La macération est un procédé d'extraction qui consiste à extraire, sur une durée prolongée, les composés solubles présents dans un solide tel qu'une plante, une graine ou un fruit, à l'aide d'un solvant liquide maintenu à température ambiante ou modérée (26).

2.2.2. Principe

Le solvant traverse les tissus végétaux et y extrait les composés solubles par simple contact prolongé, puis les libère progressivement dans le liquide d'extraction (27).

2.2.3. Mode opératoire

Un échantillon de 10 g de poudre a été soumis à une macération dans 75 ml de solvant (cyclohexane, ou éther de pétrole ou dichlorométhane), sous agitation, à température ambiante pendant 24 à 48 heures. Une fois le temps de macération écoulé, le mélange a été filtré à l'aide d'un papier filtre de type Whatman. Les filtrats ainsi obtenus ont été évaporés et les extraits en question ont été recueillis dans des flacons en verre hermétiquement fermés, puis conservés à l'abri de la lumière jusqu'à leur utilisation.

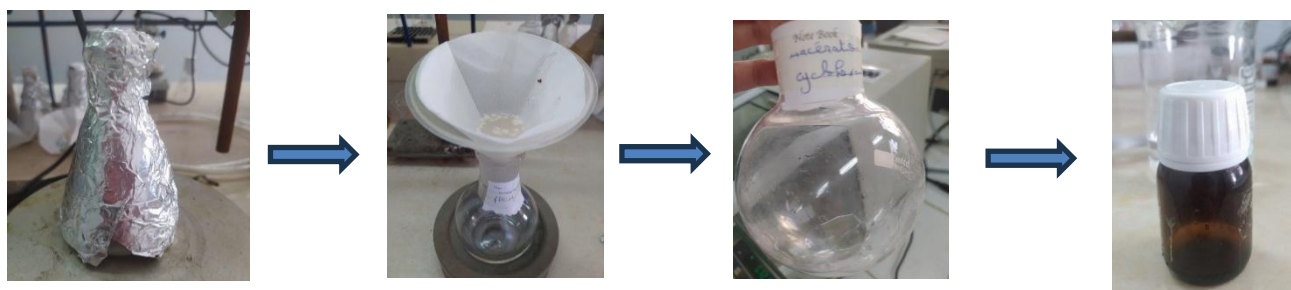


Figure 25: Les différentes étapes de l'extraction par macération

3. Caractérisation chimiques et physiques de l'huile

3.1. Indice d'acide

3.1.1. Définition

C'est la masse d'hydroxyde de potassium, exprimée en milligrammes, nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans un gramme de matière grasse. Les huiles contenant généralement une proportion significative d'acides libres, cette teneur est quantifiée à l'aide de l'indice d'acide.

Le calcul de l'indice d'acide est effectué par la formule suivante :

$$IA = \frac{V \times C \times 56.1}{m}$$

- 56,11 : la masse molaire de KOH (g/mole).
- V : volume de KOH au point d'équivalence (ml).
- C : masse concentration de KOH (mol/L).
- m : de l'huile dosée.

3.1.2. Principe

Consiste à titrer l'huile en solution dans un mélange d'éthanol et de solvant par une solution alcoolique de potasse.

3.1.3. Mode opératoire

Dans un erlenmeyer, introduire successivement 10 ml d'éthanol, 10 ml de cyclohexane, environ 0,41 g d'huile, ainsi que 2 gouttes de phénolphthaléine. Agiter le mélange à l'aide d'un agitateur magnétique jusqu'à dissolution complète. Procéder ensuite au titrage en ajoutant progressivement la solution de potasse jusqu'à l'apparition d'une coloration rose persistante.

3.2. Indice de saponification

3.2.1. Définition

L'indice de saponification correspond à la quantité, exprimée en milligrammes, d'hydroxyde de potassium requise pour saponifier un gramme de matière grasse (28).

Le calcul de l'indice de saponification est effectué par la formule suivante :

$$IS = \frac{(V_T - V_E) \times C \times 56.1}{m}$$

- V_T : volume à blanc.
- V_E : volume de l'échantillon.
- C: concentration molaire de HCl.
- M: masse molaire du KOH.
- m : masse de l'huile.

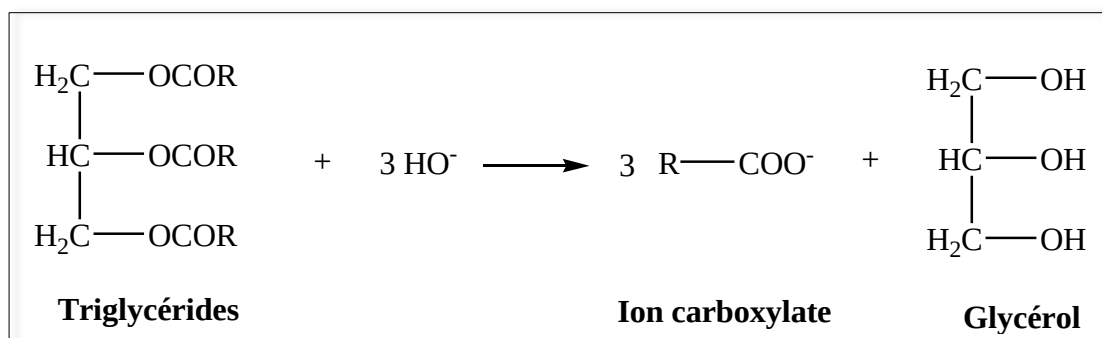


Schéma 1: Réaction de la saponification des triglycérides

3.2.2. Principe

L'échantillon est soumis à une ébullition sous reflux avec une solution d'hydroxyde de potassium, puis l'excès de réactif est titré à l'aide d'acide chlorhydrique (HCl), en présence d'un indicateur coloré, la phénolphthaléine.

3.2.3. Mode opératoire

Peser 1 g d'huile de ricin dans un ballon de 250 ml puis ajouter 25 ml d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (KOH) à 0,5 mol/L. Connecter un réfrigérant à reflux au ballon et chauffer doucement le mélange, en maintenant l'ébullition pendant au moins 60 minutes. À chaud, ajouter entre 0,5 et 1 ml de solution de phénolphthaléine, puis effectuer le titrage à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique normalisée (0,5 N) jusqu'à la disparition complète de la teinte rose.

Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions.

3.3. Indice d'ester

L'indice d'ester (IE) d'un corps correspond à la masse de KOH en mg nécessaire pour saponifier les acides gras estérifiés présents dans 1g de ce lipide.

Cet indice n'est pas mesuré, il est calculé suivant la formule suivante :

$$\text{Indice d'Ester} = \text{Indice de Saponification} - \text{Indice d'Acide}$$

3.4. Indice de peroxyde

3.4.1. Définition

Quantité de composés présents dans l'échantillon, exprimée en équivalent d'oxygène actif, capables d'oxyder l'iodure de potassium avec libération d'iode (29).

Calculé comme suit :

$$IP = \frac{(V - V_0) \times N \times 1000}{m}$$

- IP = Indice de peroxyde (en méq O₂ / Kg d'huile).
- V = Volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'échantillon (en mL).
- V₀ = Volume utilisé pour le blanc (en mL).
- N = Normalité du thiosulfate de sodium (en équivalents/L).
- m = Masse de l'échantillon d'huile (en g).

3.4.2. Principe

Dissoudre l'échantillon d'essai dans un mélange de chloroforme et d'acide acétique glacial, puis ajouter l'iodure de potassium. L'iode libéré par les peroxydes est ensuite titré visuellement à l'aide d'un indicateur à l'amidon et d'une solution étalon de thiosulfate de sodium. La fin du titrage est déterminée par un changement visuel de couleur.

3.4.3. Mode opératoire

Peser avec précision 1 g de l'échantillon, puis le dissoudre dans un mélange composé de 6 mL d'acide acétique glacial et 9 mL de chloroforme. Ajouter ensuite 0,25 mL de solution saturée d'iodure de potassium (KI) et laisser réagir à l'obscurité pendant environ une minute, afin de permettre l'oxydation de l'iodure en iode par les peroxydes présents. Ajouter 10 mL d'eau distillée pour favoriser la solubilité de l'iode formé, puis procéder immédiatement au titrage à l'aide d'une solution standard de thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃), en agitant doucement jusqu'à l'obtention d'une couleur jaune pâle. Vers la fin du titrage, ajouter quelques gouttes d'une solution d'amidon comme indicateur ; le virage de la coloration bleue à l'incolore indique la fin de la réaction.

3.5.Indice d'iode

3.5.1. Définition

L'indice d'iode correspond à la masse d'iode (I₂), exprimée en grammes, pouvant réagir avec les doubles liaisons des acides gras contenus dans 100 g de matière grasse (30).

L'indice d'iode (I.I) de l'échantillon d'huile de ricin a été déterminé conformément à l'équation de calcul.

$$I.I = \frac{(V_{E1} - V_{E2}) \times C \times 12,69}{m}$$

- C: concentration de thiosulfate.
- V_{E1} : volume à blanc.
- V_{E2} : volume de l'échantillon.
- m : masse de l'huile de ricin.

3.5.2. Principe

La valeur acide de l'échantillon d'huile de ricin a été déterminée par titrage avec une solution standard de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).

3.5.3. Mode opératoire

Une masse de 1,38 g d'huile de ricin a été introduite dans une fiole jaugée, à laquelle ont été ajoutés 15 mL de chloroforme et 25 mL de solution iodée. Après fermeture, le mélange a été agité manuellement pendant quelques minutes afin d'assurer une bonne homogénéisation. Ensuite, 15 mL d'une solution d'iodure de potassium (KI) à 10 % ont été incorporés, suivis de l'ajout de 100 mL d'eau redistillée. La solution obtenue a été immédiatement titrée par une solution de thiosulfate de sodium 0,1 M, sous agitation douce, jusqu'à l'apparition d'une coloration jaune pâle. À ce stade, 2 à 3 gouttes de solution d'amidon ont été ajoutées comme indicateur, induisant une coloration bleue. Le titrage a été poursuivi jusqu'à la disparition complète de cette teinte. L'opération a été répétée trois fois pour garantir la fiabilité des résultats.

3.6. Indice de réfraction

3.6.1. Définition

L'indice de réfraction d'un milieu transparent est le rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide et la vitesse de la lumière dans le milieu étudié.

3.6.2. Mode opératoire

Pour effectuer une mesure précise avec le réfractomètre, il est tout d'abord nécessaire de procéder à son étalonnage. Ensuite, une goutte de l'échantillon à analyser est déposée sur le prisme inférieur de l'appareil. Le prisme supérieur est ensuite abaissé délicatement afin d'assurer un bon contact entre les deux surfaces. En regardant dans l'oculaire, on ajuste le premier verrier du compensateur pour obtenir une image aussi nette que possible. Une fois l'image bien définie, on utilise le second verrier pour centrer avec précision la ligne de séparation clair-obscur sur le réticule. On peut alors relever la valeur de l'indice de réfraction directement dans l'oculaire.



Figure 26: Réfractomètre

3.7.Densité

3.7.1. Définition

La densité d'un corps correspond au rapport entre sa masse volumique et celle d'un corps de référence.

3.7.2. Mode opératoire

Peser à vide un flacon sec et propre. Verser 1 ml d'huile de ricin dans le flacon et peser l'ensemble.

m_1 : la masse du flacon sec et propre.

m_2 : la masse totale

Les mêmes étapes sont reproduites de la même manière avec l'eau distillée.

4. Transestérification des acides gras

La transestérification des fonctions ester présentes dans les huiles végétales est une réaction largement employée pour la synthèse de précurseurs tels que les oléates de méthyle, la modification des triglycérides ou encore la production de biodiesel (31). Cette réaction a suscité un intérêt considérable dans la recherche en raison de la diversité des applications de ses produits, notamment dans la synthèse de polyesters pour l'industrie des polymères (32), la fabrication d'intermédiaires pour l'industrie pharmaceutique (33), le durcissement des résines utilisées dans les peintures, ainsi que dans la production de biodiesel destiné à remplacer le diesel d'origine fossile.

4.1. La transestérification par le méthanol en présence d'un acide fort (H_2SO_4)

Mode opératoire (34)

On pèse 1 g de matière grasse dans un ballon de 250 ml, puis on ajoute 10 ml de méthanol sulfurique à 1 %. Le mélange est chauffé à reflux pendant 25 minutes. Après

refroidissement, on ajoute environ 10 ml d'eau distillée. Le contenu du ballon est ensuite transféré dans une ampoule à décanter. Le ballon est rincé avec 20 ml d'eau distillée, puis avec 20 ml de chloroforme ; ces rinçages sont également versés dans l'ampoule. La phase aqueuse est extraite trois fois avec 25 ml de chloroforme, les esters méthyliques se retrouvant dans la phase organique. Les phases organiques réunies sont lavées avec une solution saturée de bicarbonate de sodium pour éliminer l'acide sulfurique résiduel, puis avec de l'eau distillée. Après séchage sur sulfate de sodium anhydre, le mélange est filtré et le chloroforme est éliminé à l'aide d'un évaporateur rotatif.

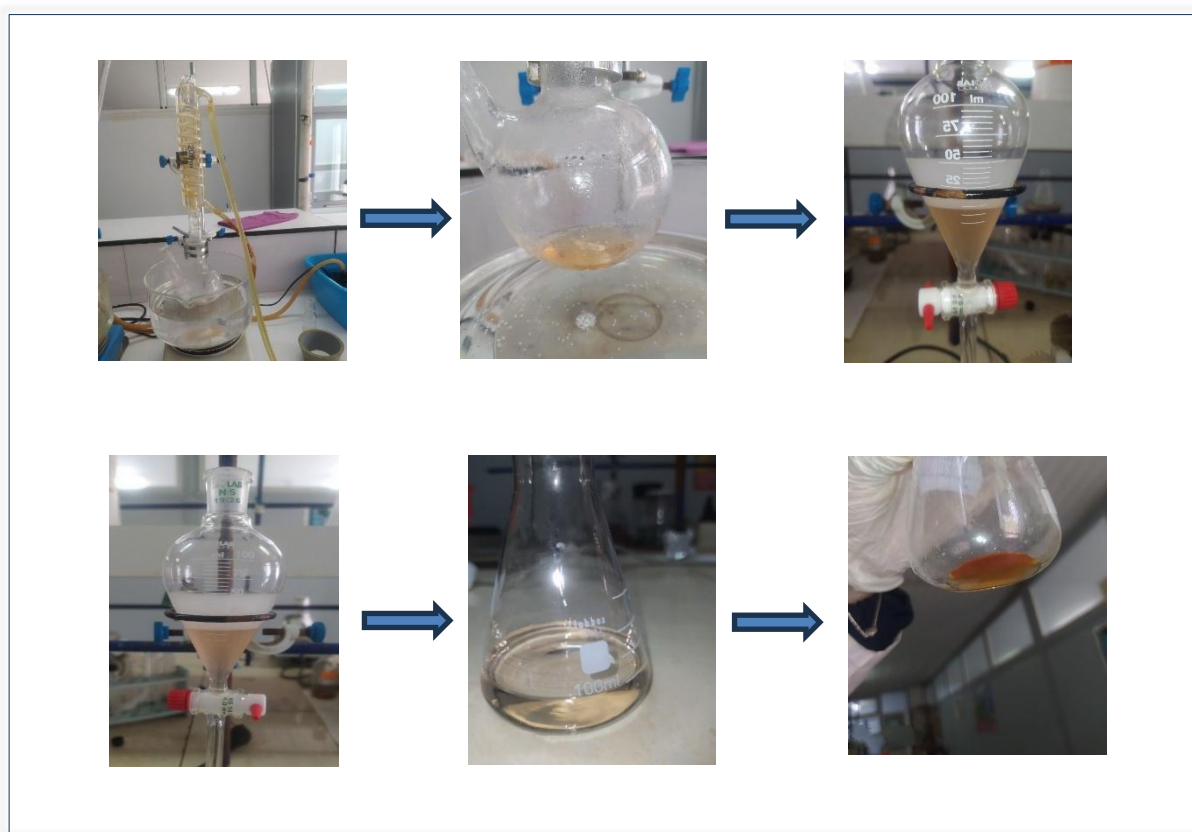


Figure 27: Différentes étapes de la transestérification par le méthanol en présence d'acide sulfurique

4.2.La transestérification par le méthanol en présence de trifluorure de bore

Mode opératoire (34)

On pèse 0,6 g de matière grasse dans un bicol de 250 mL, puis on ajoute 15 mL de solution méthanolique de fluorure de bore à 14 %. Le mélange est porté à ébullition sous reflux pendant 5 minutes à l'aide d'un réfrigérant, puis, après arrêt du chauffage, on ajoute environ 10 mL d'eau distillée. Une fois refroidi, le mélange est transvasé dans une ampoule à

décanter. Le bicol est rincé avec 20 mL d'eau distillée, puis avec 20 mL de chloroforme ; ces rinçages sont également versés dans l'ampoule. La phase aqueuse est extraite trois fois avec 25 mL de chloroforme, permettant d'isoler les esters méthyliques d'acides gras dans la phase organique. Les phases organiques sont ensuite réunies, lavées, puis séchées sur sulfate de sodium anhydre. Le mélange est enfin filtré et le chloroforme est éliminé à l'aide d'un évaporateur rotatif.

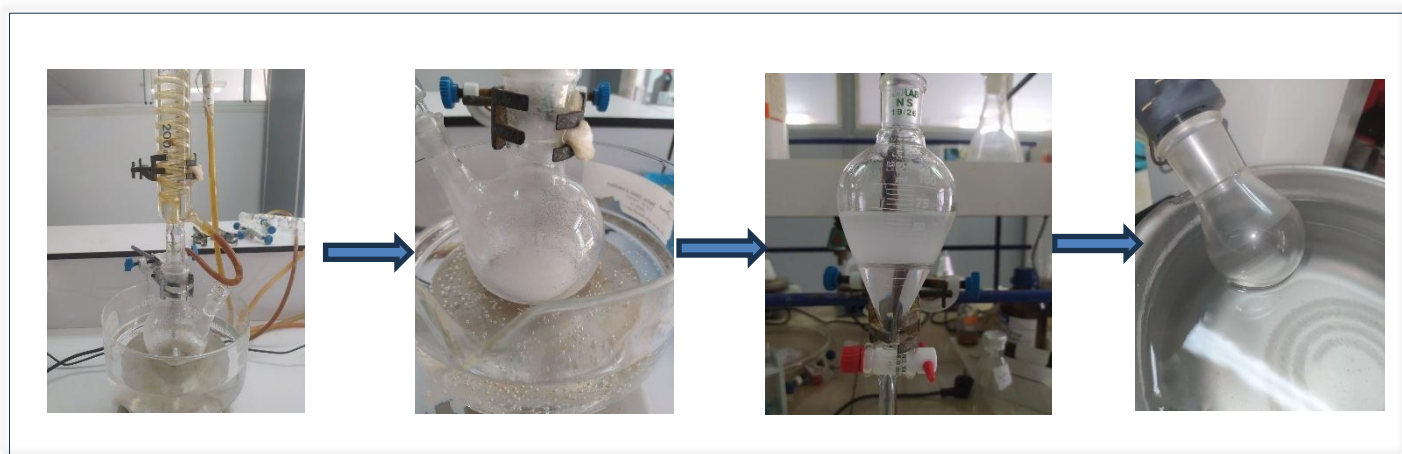


Figure 28: Différentes étapes de la transésterification par le méthanol en présence de trifluorure de bore

5. Screening phytochimique

Les tests phytochimiques constituent une méthode utilisée pour identifier les principaux groupes chimiques présents dans un matériel végétal. Ils reposent sur des réactions physico-chimiques spécifiques permettant de détecter la présence ou l'absence de certaines familles de molécules dans un extrait de plante. Ces réactions, généralement de complexation ou de précipitation, révèlent les substances ciblées par des signes distinctifs. Les réactions de complexation conduisent à la formation de complexes insolubles, souvent caractérisés par une couleur bien définie, résultant de la création de conjugaisons ou d'insaturations au sein des structures moléculaires. Quant aux réactions de précipitation, elles se manifestent par l'apparition d'un dépôt solide au fond du tube à essai, témoignant de la présence du groupe chimique recherché (35).

5.1.Préparation des extraits

5.1.1. Extraits du cyclohexane

20 g de broyat de graines, avec téguments bruns, ont été mis en macération dans 150 ml de cyclohexane, sous agitation à température ambiante, pendant deux jours. À la fin de cette

période, le mélange a été filtré à l'aide d'un papier filtre de type Whatman. Les filtrats obtenus ont ensuite été transférés dans des flacons en verre hermétiquement fermés et conservés à l'abri de la lumière jusqu'à leur utilisation. Une macération identique a été réalisée en utilisant les mêmes quantités de solvant et de matière végétale, cette fois avec des graines dépourvues de tégument.

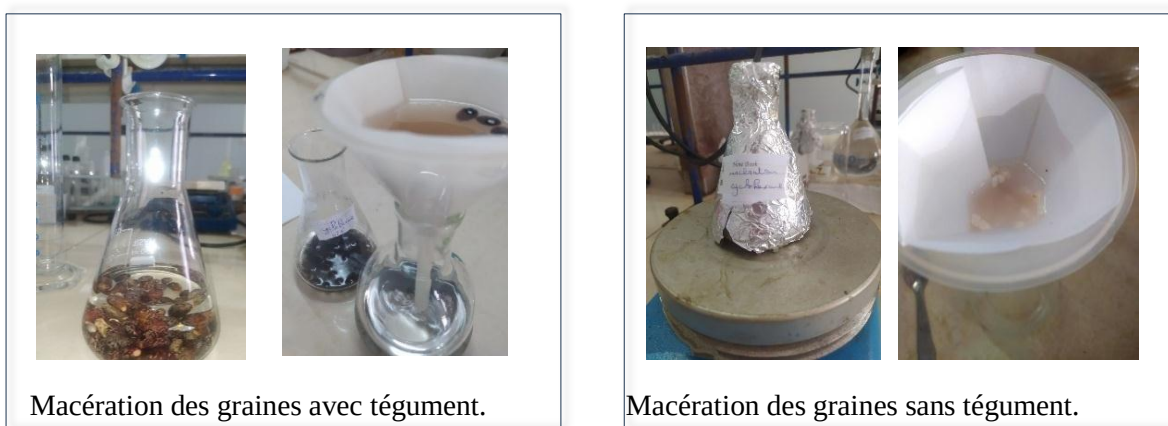


Figure 29: Préparation des extraits

5.1.2. Tests phytochimiques (36)

Pour l'extrait du cyclohexane de l'huile de ricin, des tests phytochimiques ont été réalisés afin d'identifier les principales familles de composés présents, notamment les stéroïdes et les terpénoïdes.

5.1.2.1. Test des stéroïdes

Dans un tube à essai, 1 ml d'huile de graines a été mélangé à 2 ml d'anhydride acétique, puis 2 ml d'acide sulfurique concentré ont été ajoutés progressivement. L'apparition d'une coloration allant du violet au bleu ou au vert indique la présence de stéroïdes.

5.1.2.2. Terpénoïdes

5 ml d'extrait ont été mélangés à 2 ml de chloroforme, puis 3 ml d'acide sulfurique concentré ont été ajoutés. L'apparition de deux phases distinctes, avec une coloration brune à leur interface, révèle la présence de terpénoïdes.

5.1.3. Extrait éthanolique

50 g de téguments bruns ont été macérés dans 250 ml d'éthanol, sous agitation mécanique à température ambiante, pendant 2 jours. À la fin de cette période, le mélange a été filtré, puis le filtrat obtenu a été concentré par évaporation à l'aide d'un évaporateur rotatif. L'extrait

recupéré, considéré comme extrait brut, a ensuite été transféré dans un flacon et conservé à l'abri de la lumière jusqu'à son utilisation.



Figure 30: Préparation de l'extrait éthanolique à partir des téguments

5.1.4. Tests phytochimiques (36)

Pour l'extrait éthanolique, des tests phytochimiques ont été réalisés afin de mettre en évidence la présence des principaux groupes de composés bioactifs.

5.1.4.1.Flavonoïdes

1 ml d'extrait est mélangé à 1 ml d'acide chlorhydrique concentré (37 %), puis quelques copeaux de magnésium sont ajoutés au mélange. L'apparition d'une coloration rouge, orange ou rose indique la présence de flavonoïdes.

5.1.4.2.Tanins

À 2 ml d'extrait, on ajoute 0,5 ml d'une solution de chlorure ferrique (FeCl_3 à 1 %). Après une incubation de 15 minutes à température ambiante, l'apparition d'une coloration verte révèle la présence de tanins catéchiques, tandis qu'une teinte bleu-noirâtre indique la présence de tanins galliques.

5.1.4.3.Test des alcaloïdes

La présence d'alcaloïdes dans les extraits est détectée à l'aide de deux réactifs classiques : celui de Mayer et celui de Wagner. Pour ce test, 0,5 ml d'extrait est dilué dans 5 ml d'acide chlorhydrique à 1 %, puis la solution obtenue est divisée en deux parts égales. La première est traitée avec 0,5 ml de réactif de Mayer, tandis que la seconde reçoit 0,5 ml de réactif de Wagner. La formation d'un précipité blanc avec le réactif de Mayer ou d'un précipité brun avec celui de Wagner confirme la présence d'alcaloïdes dans l'échantillon.

Préparation des réactifs :

- **Réactif de Wagner** : dissoudre 2 g d'iodure de potassium (KI) et 1,27 g d'iode (I_2) dans 75 ml d'eau distillée, puis ajuster le volume à 100 ml.
- **Réactif de Mayer** : dissoudre 1,358 g de chlorure mercurique ($HgCl_2$) dans 60 ml d'eau distillée, puis dissoudre séparément 5 g d'iodure de potassium (KI) dans 10 ml d'eau distillée. Mélanger les deux solutions et compléter le volume final à 100 ml.

5.1.4.4. Test des sucres réducteurs

Méthode 1 :

1 ml d'extrait est mélangé à 2 ml du réactif de Fehling, préparé en combinant à parts égales 1 ml de la solution A et 1 ml de la solution B. Le mélange est ensuite incubé dans un bain-marie bouillant pendant 8 minutes. L'apparition d'un précipité rouge brique révèle la présence de composés réducteurs.

Méthode 2 :

Une quantité de 0,5 g de l'échantillon est dissoute dans 5 ml d'eau distillée, puis filtrée. Le filtrat ainsi obtenu est ensuite chauffé pendant 10 minutes avec 5 ml de réactif de Fehling, préparé en mélangeant des volumes égaux des solutions A et B, tout en agitant vigoureusement. La formation d'un précipité rouge brique confirme la présence de sucres réducteurs.

5.1.4.5. Saponosides

10 ml d'extrait sont versés dans un tube à essai puis agités vigoureusement pendant 15 secondes. Après un temps de repos de 15 minutes, l'apparition d'une mousse stable et persistante, d'une hauteur supérieure à 1 cm, révèle la présence de saponosides.

5.1.4.6. Test des coumarines

Une quantité de 0,5 g d'extrait est dissoute dans 10 ml d'eau distillée dans un tube à essai. Un papier filtre imbibé d'une goutte de solution de KOH 0,5 N est placé à l'ouverture du tube afin d'être exposé aux vapeurs émises. Après exposition, le papier est examiné sous lumière UV ; l'apparition d'une fluorescence au niveau de la zone imprégnée révèle la présence de coumarines.

6. Activité antioxydante

6.1.Évaluation de l'activité antioxydante par piégeage du radical libre DPPH

L'activité antioxydante a été évaluée à l'aide du test DPPH. Le DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle) est un radical libre stable qui absorbe dans le domaine du visible. Lorsque ce radical est réduit par une substance capable de libérer des protons, sa couleur violette intense se transforme en jaune. L'intensité de cette décoloration est directement proportionnelle à la capacité des antioxydants à céder des protons (37).

6.2.Mode opératoire

Un volume de 50 µL de chaque extrait méthanolique, préparé à différentes concentrations, ou de la solution standard d'acide ascorbique, est ajouté à 1,95 mL de solution méthanolique de DPPH (0,025 g/L). Un témoin négatif est préparé en remplaçant l'extrait par 50 µL de méthanol, mélangé à 1,95 mL de la même solution de DPPH. Après une incubation de 30 minutes dans l'obscurité à température ambiante, l'absorbance est mesurée à 517 nm, en utilisant un blanc spécifique pour chaque concentration testée. Le témoin positif, constitué de la solution d'acide ascorbique, est analysé dans les mêmes conditions que les échantillons, afin de servir de référence pour l'activité antioxydante.

6.3.Expression des résultats

Le pourcentage de réduction du radical libre DPPH est exprimé par la formule suivante :

$$(\%) \text{ d'inhibition} = [(Abs \text{ c} - Abs \text{ e}) / Abs \text{ c}] \times 100$$

Abs c: Absorbance du contrôle négatif

Abs e: Absorbance de l'échantillon testé

Les concentrations induisant 50 % d'inhibition (**CI₅₀**) ont été déterminées par interpolation graphique, à partir des droites de régression linéaire établies entre les pourcentages d'inhibition et les différentes concentrations testées (38).

CHAPITRE (3) : Résultats et Discussions

Chapitre (3) : Résultats et discussions

1. Introduction

Cette étude a été menée dans le but d'analyser les caractéristiques physico-chimiques de l'huile obtenue à partir des graines de ricin. Pour ce faire, trois solvants différents : le cyclohexane, l'éther de pétrole et le dichlorométhane ont été utilisés selon deux méthodes d'extraction, à savoir la macération et l'extraction par Soxhlet. L'expérimentation a porté sur deux types de graines : avec tégument et sans tégument, afin d'évaluer l'influence de cette enveloppe sur le rendement, la qualité de l'huile extraite et de comparer les résultats obtenus.

2. Extraction de l'huile

Les résultats sont présentés dans les tableaux ci-dessous, sachant que les graines utilisées étaient décortiquées.

2.1. Extraction par solvant (Soxhlet)

Les rendements obtenus par extraction Soxhlet sont présentés dans le tableau 5, montrant les valeurs extraites pour chaque échantillon.

Solvant	Temps d'extraction	Rendement (%)
Dichlorométhane	4 h	28,83 %
	6 h	40,44 %

Tableau 5 : extraction par Dichlorométhane (soxhlet)

D'après les résultats obtenus, il s'avère qu'un rendement de 28,83 % a été atteint après 4 heures d'extraction, ce qui traduit une extraction encore incomplète de l'huile de ricin et pourrait être améliorée par un temps d'extraction plus long.

Par ailleurs, après 6 heures d'extraction, le rendement s'élève à 40,44 %, témoignant d'une amélioration significative de l'efficacité du procédé. Ces résultats indiquent que le dichlorométhane prolonge le processus d'extraction au-delà de 4 heures, favorisant une récupération plus complète des lipides présents dans les graines de ricin.

Solvant	Temps d'extraction	Rendement (%)
Ether de pétrole	4 h	31,02 %

Tableau 6 : extraction par Ether de pétrole (soxhlet)

Après 4 heures d'extraction, le rendement obtenu avec l'éther de pétrole est de 31,02 %, ce qui est légèrement supérieur à celui obtenu avec le dichlorométhane. Cela montre que l'éther de pétrole extrait un peu plus efficacement l'huile de ricin que le dichlorométhane sur ce même laps de temps, bien qu'il soit moins polaire.

Solvant	Temps d'extraction	Rendement (%)
Cyclohexane	4 h	24,33 %

Tableau 7 : extraction par Cyclohexane (soxhlet)

Le cyclohexane a donné le rendement le plus faible parmi les trois solvants testés, ce qui pourrait s'expliquer par sa faible polarité, limitant la solubilisation de certains composés présents dans les graines. 55,73 %

2.2. Extraction par macération

Les rendements de l'extraction par macération, réalisée sur une durée de 24 heures, sont présentés dans le tableau 8 :

Solvant	Temps d'extraction	Rendement (%)
Dichlorométhane	24 h	55,73 %
Ether de pétrole	24 h	16,81 %
Cyclohexane	24 h	34,74 %

Tableau 8 : extraction par macération

Après 24 heures de macération, les rendements varient en fonction du solvant utilisé. Le dichlorométhane montre le rendement le plus élevé (55,73 %) grâce à sa polarité modérée, ce qui le rend très efficace pour extraire une grande variété de composés lipidiques. Le cyclohexane donne un rendement intermédiaire (34,74 %), en raison de sa faible polarité. L'éther de pétrole, avec le rendement le plus faible (16,81 %), est le moins adapté à l'extraction complète de l'huile de ricin dans ces conditions à cause de sa faible polarité et de sa capacité limitée à extraire les composés plus lourds ou légèrement polaires.

Les rendements obtenus après 48 heures d'extraction par macération figurent dans le tableau ci-dessous :

Solvant	Temps d'extraction	Rendement (%)
Dichlorométhane	48 h	63,20 %
Ether de pétrole	48 h	41,50 %
Cyclohexane	48 h	66,00 %

Tableau 9 : extraction par macération

Après 48 heures d'extraction, les trois solvants ont permis d'obtenir des rendements significatifs. Le **cyclohexane** donne le rendement le plus élevé (66,00 %), indiquant une très bonne affinité avec les lipides. Le **dichlorométhane** offre également un rendement important (63,20 %) grâce à sa capacité à extraire à la fois les composés polaires et apolaires. L'**éther de pétrole**, bien qu'un peu moins performant (41,50 %), reste efficace pour extraire les lipides. Ces résultats montrent que le choix du solvant influence fortement l'efficacité d'extraction.

En conclusion, les rendements d'extraction obtenus mettent en évidence l'influence déterminante du type de solvant sur l'efficacité de l'extraction de l'huile de ricin, le dichlorométhane s'étant révélé le plus performant, suivi du cyclohexane, tandis que l'éther de pétrole présente le rendement le plus faible.

3. Caractérisation chimiques et physiques de l'huile

3.1. Indice d'acide

L'indice d'acide correspond à la quantité, exprimée en mg de KOH, nécessaire pour neutraliser l'acidité libre contenue dans un gramme de matière grasse. Il est calculé selon la formule :

$$IA = \frac{V \times C \times 56.1}{m}$$

Où : **V** est le volume de KOH au point d'équivalence (en ml), **C** la concentration molaire de la solution, **56,1** la masse molaire du KOH, et **m** la masse d'huile analysée.

I.A = 3,5 mg KOH/g pour l'huile de ricin.

Pour l'huile de ricin, un indice d'acide inférieur à 4 mg KOH/g est généralement considéré comme acceptable selon les normes industrielles, donc une valeur de 3,5 mg KOH/g indique la présence d'acides gras libres, suggérant un début d'hydrolyse, mais sans compromettre encore la qualité de l'huile.

3.2. Indice de saponification

C'est la masse de potasse, exprimée en mg, nécessaire pour saponifier les acides gras estérifiés contenus dans un gramme de corps gras. Le calcul de cette valeur est comme suit :

$$IS = \frac{(V_T - V_E) \times C \times 56.1}{m}$$

Où : V_T est le volume de HCl utilisé pour le blanc (mL), V_E est le volume de HCl utilisé pour l'échantillon (mL), C est la concentration molaire de l'HCl (mol/L), 56,1 est la masse molaire du KOH (g/mol), m est la masse de l'huile analysée (en grammes).

L'indice de saponification de l'huile de ricin est :

$$I.S = 196,35 \text{ mg KOH/g}$$

L'indice de saponification reflète la taille moyenne des acides gras : plus il est élevé, plus les acides gras sont courts.

L'indice de saponification de 196,35 mg KOH/g indique que l'huile de ricin est composée d'acides gras de longueur moyenne, ce qui reflète ses propriétés caractéristiques d'une huile à fort pouvoir saponifiant, adaptée à un usage industriel.

3.3.Indice d'ester

L'indice d'ester correspond à la quantité de matières grasses présentes sous forme estérifiée, principalement des triglycérides. Une valeur élevée traduit une faible dégradation, ce qui témoigne de la bonne qualité de l'huile.

Cet indice n'est pas mesuré, il est calculé par la formule suivante :

$$\text{Indice d'Ester} = \text{Indice de Saponification} - \text{Indice d'Acide}$$

Les valeurs respectives des indices de saponification et d'acide pour l'huile de ricin sont les suivantes : $IS = 196,35 \text{ mg KOH/g}$ et $IA = 3,50 \text{ mg KOH/g}$

$$\rightarrow \text{Indice d'ester} : 192,85 \text{ mg KOH/g}$$

La valeur d'indice d'ester de notre huile indique une forte proportion de triglycérides non hydrolysés, ce qui reflète une huile de ricin peu dégradée et de bonne qualité.

3.4.Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde (IP) mesure la quantité de peroxydes, premiers produits de l'oxydation des lipides. Il est calculé selon la formule :

$$IP = \frac{(V - V_0) \times N \times 1000}{m}$$

Avec : **V** : volume de thiosulfate pour l'échantillon (mL), **V₀** : volume pour le blanc (mL),
N : normalité du thiosulfate (éq/L), **m** : masse d'huile (g)

Le résultat obtenu pour l'huile de ricin est :

$$IP = 13,00 \text{ méq O}_2/\text{kg d'huile}$$

Cette valeur dépasse le seuil de stabilité (10 méq O₂/kg), indiquant un début d'oxydation. L'huile reste utilisable, mais une conservation rigoureuse est nécessaire pour éviter sa dégradation. (39)

3.5.Indice d'iode

L'indice d'iode (I.I) évalue le degré d'insaturation d'une huile. Il représente la masse d'iode (I₂), en mg, pouvant se fixer sur les doubles liaisons des acides gras insaturés contenus dans 100 g d'huile. Il est calculé selon la formule :

$$I.I = \frac{(V_{E1} - V_{E2}) \times C \times 12,69}{m}$$

Où : **C**: concentration de thiosulfate, **V_{E1}** : volume à blanc, **V_{E2}** : volume de l'échantillon, **m** : masse de l'huile de ricin

Le résultat obtenu pour l'huile de ricin est :

$$\text{Indice d'iode} = 87,35 \text{ mg I}_2 / 100 \text{ g d'huile}$$

L'indice d'iode de 87,35 mg I₂/100 g pour l'huile de ricin révèle un degré d'insaturation modéré, légèrement supérieur à la norme de référence de 85,5 mg I₂/100 g, ce qui reflète la présence caractéristique d'acide ricinoléique. Cette valeur souligne une bonne stabilité à l'oxydation et confirme que l'huile répond aux critères de qualité attendus.

3.6.Indice de réfraction

L'indice de réfraction des huiles augmente avec le degré d'insaturation des acides gras qu'elles contiennent.

L'indice de réfraction de l'huile extraite a été mesuré à 19 °C à l'aide d'un réfractomètre à lecture directe, donnant la valeur suivante :

$$n^D = 1,471 \text{ à } 19^\circ\text{C}$$

Cette valeur suggère un degré d'insaturation modéré, en accord avec la présence d'acides gras insaturés caractéristiques de cette huile.

3.7.Densité

La densité, qui correspond au rapport entre la masse volumique d'un liquide et celle de l'eau, permet de caractériser une substance par unité de volume. Cette valeur pour l'huile de ricin, mesurée à 20 °C, est de 0,9711.

4. Transestérification des acides gras

Pour analyser la composition d'une huile par chromatographie en phase gazeuse (C.P.G.), on procède à une transestérification avec du méthanol, transformant ainsi les triglycérides, composants du corps gras, en monoesters du méthanol. Ces derniers, ayant des points d'ébullition plus bas, permettent de réaliser l'analyse à des températures plus réduites, selon la réaction chimique suivante :

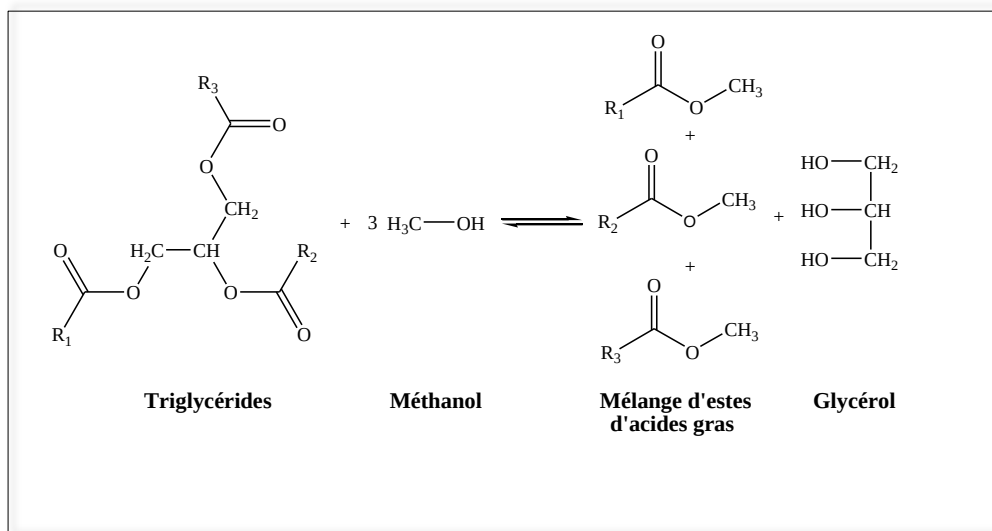


Schéma 2: La réaction de la transestérification des triglycérides

Le mécanisme de la transestérification catalysée par un acide, illustré ci-dessous, décrit le processus par lequel un ester réagit avec un alcool en présence d'un catalyseur acide, aboutissant à la formation d'un ester différent et d'un alcool.

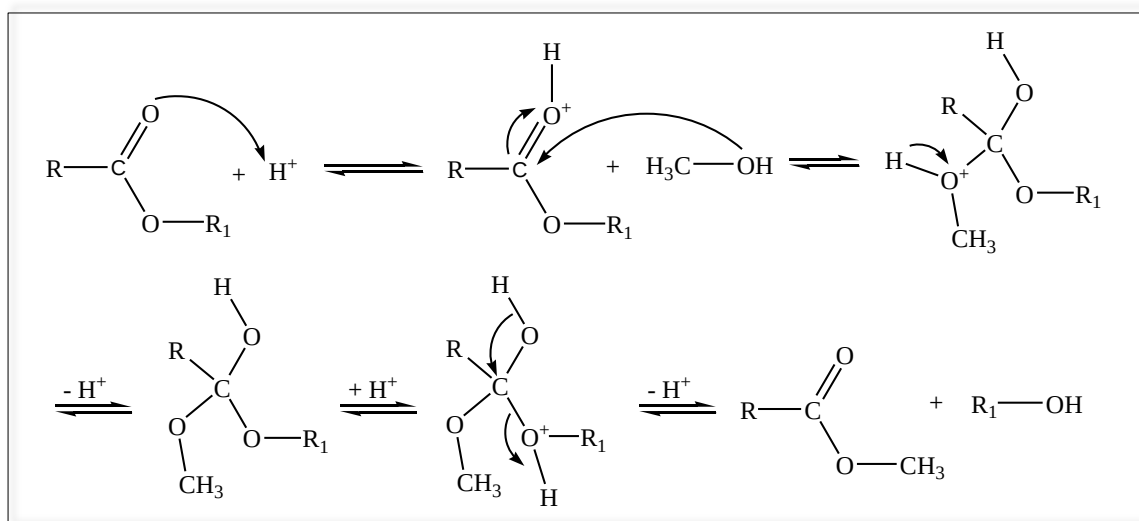


Schéma 3: Mécanisme de la réaction de la transestérification catalysé par un acide

Avant de procéder à l'analyse par chromatographie en phase gazeuse (C.P.G.), il est nécessaire de confirmer la présence de l'ester en effectuant une analyse par spectroscopie infrarouge (IR). Les spectres d'absorption IR ont été obtenus au Laboratoire de Catalyse et Synthèse en Chimie Organique, utilisant des pastilles de KBr. Les fréquences d'absorption ont été exprimées en cm^{-1} .

4.1.La transestérification en présence d'un acide fort (H_2SO_4)

La transestérification a été réalisée sur l'huile extraite à partir de l'éther de pétrole, en présence d'un de l'acide sulfurique comme catalyseur.

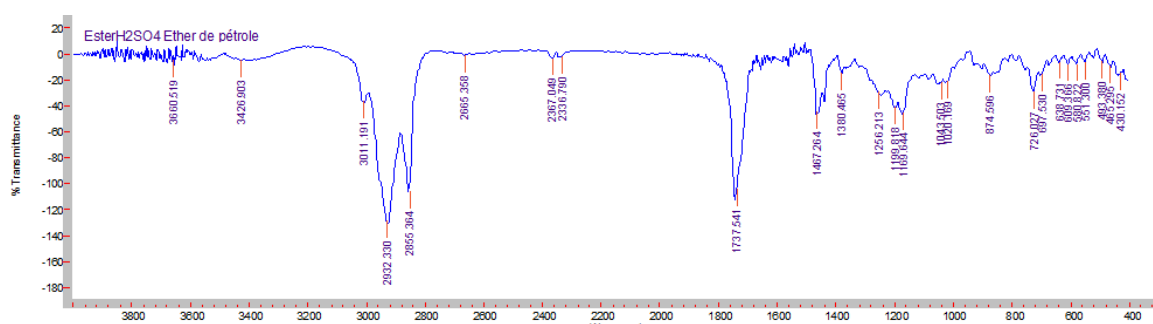


Figure 31: Spectre IR d'ester d'acide gras à partir de H_2SO_4

L'analyse du spectre infrarouge du produit obtenu montre une bande intense autour de 1737 cm^{-1} , caractéristique de la vibration d'élongation de la liaison $\text{C}=\text{O}$ d'un ester, ainsi qu'une bande à 1169 cm^{-1} correspondante à la liaison $\text{C}-\text{O}$. Ces bandes caractéristiques

confirment la présence d'ester dans le produit final. On peut donc conclure que la réaction de transestérification a bien fonctionné.

4.2. La transestérification en présence de trifluorure de bore

La transestérification de l'huile extraite a été réalisée en présence de trifluorure de bore (BF_3), un acide de Lewis puissant qui catalyse efficacement la formation d'esters à partir des triglycérides.

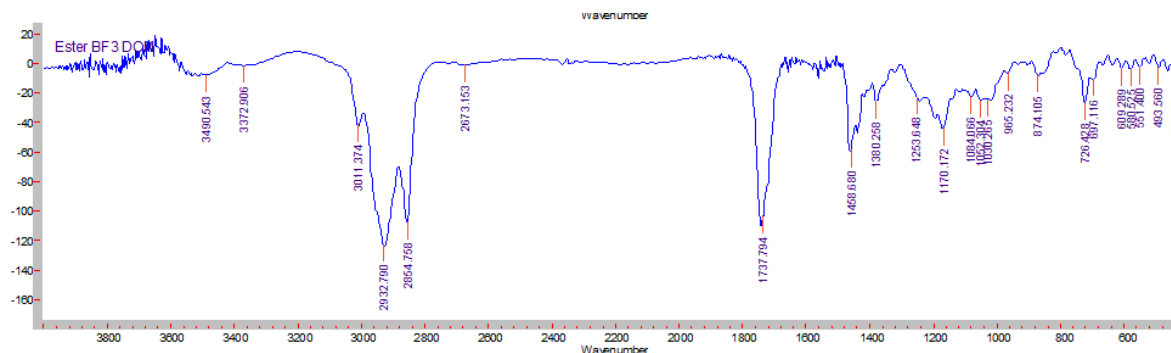


Figure 32 : Spectre IR des EMAG à partir de BF_3

Le spectre IR du produit montre une bande forte et nette autour de 1737 cm^{-1} , correspondant à la vibration d'élongation de la liaison $\text{C}=\text{O}$ (carboxyle) de l'ester, ainsi qu'une bande à 1170 cm^{-1} à la vibration de la liaison $\text{C}-\text{O}$. Ces bandes caractéristiques confirment la présence de la fonction ester, ce qui indique que le produit obtenu est bien celui attendu.

L'analyse du produit par chromatographie en phase gazeuse (CPG) n'a pas pu être réalisée pour confirmer sa composition exacte.

5. Screening phytochimique

Les tests phytochimiques ont pour but d'identifier les principales familles de composés présentes dans l'huile, en s'appuyant sur des réactions qualitatives et dans certains cas, quantitatives de caractérisation. Les résultats du criblage phytochimique sont présentés dans les tableaux (5) et (6) :

5.1. Huile extraite à partir des graines sans tégument

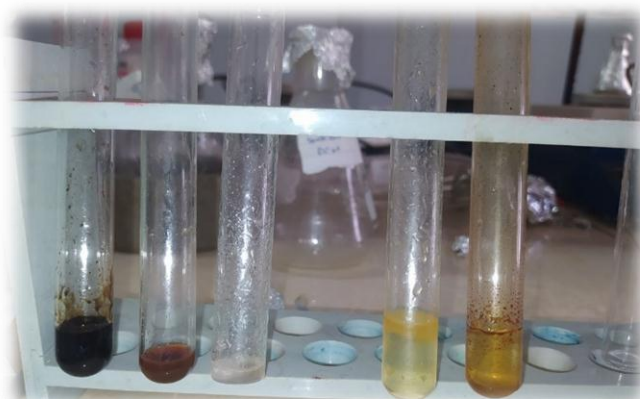


Figure 33: Résultats des tests phytochimiques de l'huile extraite à partir des graines sans tégument

Composite	Le résultat attendu
Stéroïdes	+
Terpenoïdes	+
Flavonoïdes	-
Tannins	+
Alcaloïdes	-
Sucres	-
Coumarines	-
Saponosides	+

Tableau 5: Résultats des phytochimiques pour les graines sans tégument

(+) : Positif; (-) : Négatif

L'huile de ricin présente un profil phytochimique caractérisé principalement par la présence des terpénoïdes et de tanins catéchiques, accompagnée d'une détection des stéroïdes. En revanche, aucun résultat positif n'a été obtenu pour les flavonoïdes, alcaloïdes, sucres réducteurs et coumarines.

Le profil phytochimique de l'huile de ricin (extraite à partir des graines sans tégument) confirme sa richesse en terpénoïdes, accompagnée d'une présence de tanins catéchiques et de stéroïdes. Bien que certaines familles de composés comme les flavonoïdes, alcaloïdes, sucres réducteurs et coumarines soient absentes, la concentration élevée en composés bioactifs ciblés justifie son fort potentiel pharmacologique et cosmétique. Ces résultats soutiennent l'intérêt croissant porté à cette huile dans les domaines médicaux et dermocosmétiques. (40)

5.2. Huile extraite à partir de graines avec tégument



Figure 34: Résultats des tests phytochimiques de l'huile extraite à partir de graines avec tégument

Composite	Le résultat attendu
Stéroïdes	+
Terpenoides	+
Flavonoïdes	+
Tannins	+
Alcaloïdes	-
Sucres	-
Coumarines	± (traces)

Tableau 6: Résultats des tests phytochimiques de l'huile extraite à partir des graines avec tégument

(+) : Positif; (-) : Négatif

La présence du tégument dans les graines de ricin enrichit l'huile extraite en composés secondaires bioactifs. La forte teneur en tanins apporte notamment des propriétés antioxydantes, tandis que la présence de flavonoïdes et coumarines, absents dans les graines sans tégument peut contribuer à des effets anti-inflammatoires et antimicrobiens. Les alcaloïdes restent absents (-). Les stéroïdes et terpénoïdes détectés participent également aux propriétés anti-inflammatoires et émollientes de l'huile. Enfin, l'absence de sucres (-) confirme la pureté lipidique de l'huile extraite.

L'ajout du tégument enrichit l'huile en substances potentiellement actives, ce qui peut renforcer ses applications pharmaceutiques, cosmétiques ou industrielles selon les besoins. (40)

6. Activité antioxydante

6.1. Définition

L'activité antioxydante d'un composé correspond à sa capacité à piéger les radicaux libres. Un antioxydant peut être défini comme une substance capable de piéger les radicaux libres, en les transformant en radicaux plus stables et moins réactifs. Ce mécanisme permet de

limiter les réactions en chaîne responsables des dommages oxydatifs dans les cellules et les tissus. (41)

Dans la littérature, plusieurs méthodes ont été développées pour évaluer l'état d'oxydation des lipides et mesurer l'activité antioxydante. Parmi elles, la méthode utilisant le radical libre DPPH (diphényl-picrylhydrazyle), que nous avons retenue et appliquée dans le cadre de notre étude. Le radical DPPH est l'un des substrats les plus utilisés généralement pour l'évaluation rapide et directe de l'activité antioxydante en raison de sa stabilité sous forme radicalaire et à la simplicité de l'analyse. (42)

6.2.Principe de la méthode

Le 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle (DPPH) est l'un des premiers radicaux libres utilisés pour étudier la relation structure-activité des antioxydants, notamment les composés phénoliques. Il possède un électron non apparié délocalisé sur le pont d'azote, ce qui le rend stable à température ambiante et empêche la formation de dimères. Cette délocalisation est aussi responsable de la couleur violette caractéristique de la solution de DPPH. L'efficacité d'un antioxydant est évaluée en mesurant la diminution de cette coloration, observable par spectrophotométrie à 517 nm. (37)

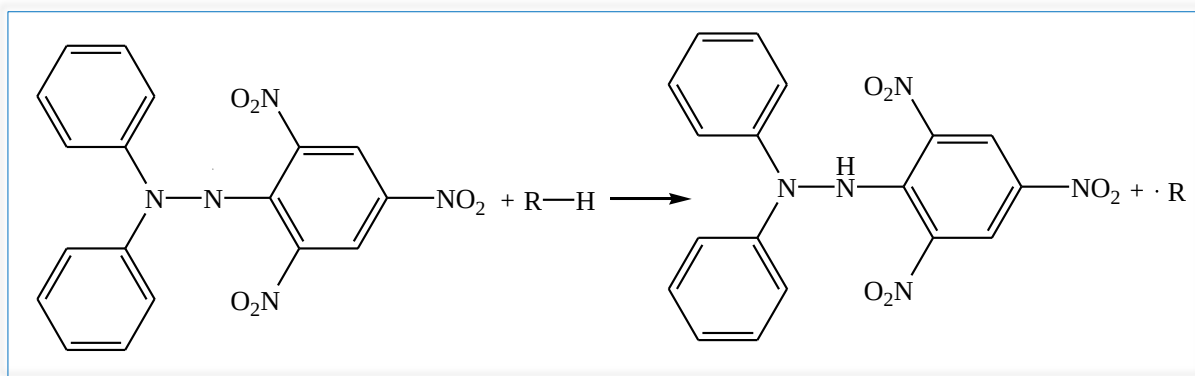


Figure 35: Le radical DPPH

6.3.Test de l'activité antioxydante

L'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile de ricin a été réalisée après son extraction à l'aide de divers solvants organiques, notamment le cyclohexane, le dichlorométhane, l'éther de pétrole, ainsi que l'extrait éthanolique. Pour mesurer cette activité, la méthode de piégeage du radical libre DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle) a été utilisée, en raison de sa fiabilité et de sa sensibilité dans la détection du pouvoir antioxydant des composés.

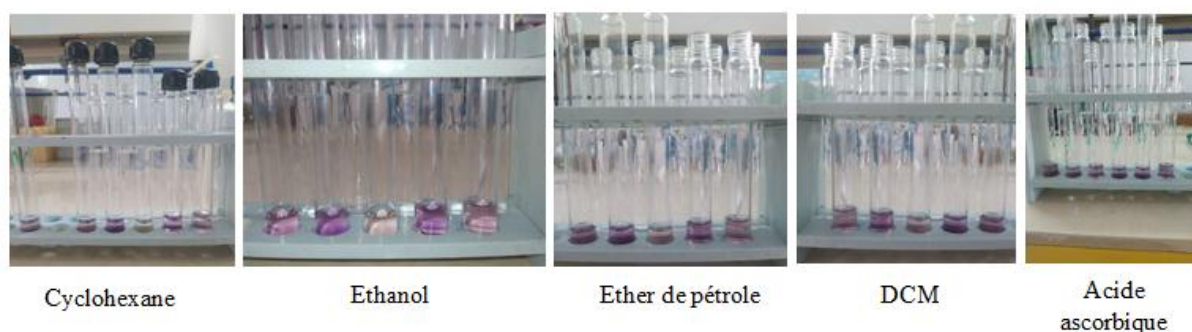


Figure 36: Variation de l'intensité de la couleur du DPPH pour les différents échantillons

Le pourcentage de réduction du radical libre DPPH est exprimé par la formule suivante :

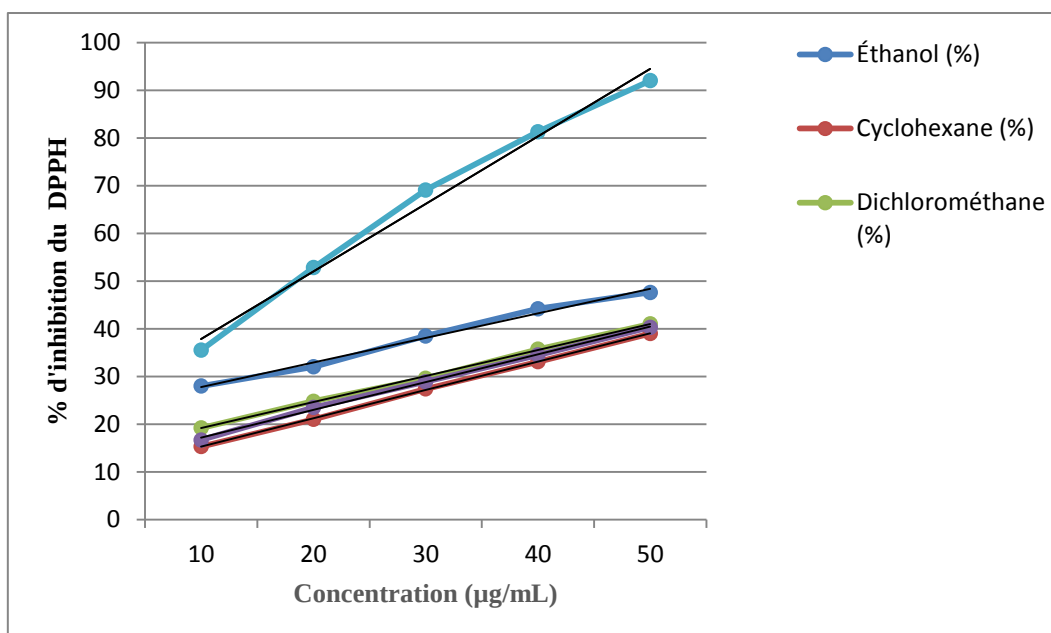
$$(\%) \text{ d'inhibition} = [(Abs \text{ c} - Abs \text{ e}) / Abs \text{ c}] \times 100$$

Abs c: Absorbance du contrôle négatif et **Abs e:** Absorbance de l'échantillon testé

Concentration ($\mu\text{L}/\text{mg}$)	Extrait éthanolique (%)	Huile du Cyclohexane (%)	Huile du Dichlorométhane (%)	Huile d'éther de pétrole (%)	Acide Ascorbique (%)
10	28	15,3	19,2	16,7	35,5
20	32	21	24,8	23,5	52,8
30	38,5	27,4	29,6	28,9	69,1
40	44,2	33,1	35,7	34,5	81,3
50	47,6	39	41	40,3	92

Tableau 7: Pourcentage du DPPH réduit en fonction des concentrations

Les résultats obtenus indiquent que, bien que tous les extraits montrent une certaine activité antioxydante, celle-ci reste modérée et inférieure à celle de l'acide ascorbique, qui a servi de référence positive dans cette étude. Les résultats sont représentés dans les graphes ci-dessous :



Parmi les différentes fractions testées, l'extrait éthanolique a affiché le pourcentage d'inhibition le plus élevé, suivi respectivement des extraits obtenus au dichlorométhane, à l'éther de pétrole, puis au cyclohexane. Toutefois, aucun de ces extraits n'a atteint un taux d'inhibition de 50 %, seuil généralement associé à une forte activité antioxydante. En comparaison, l'acide ascorbique, utilisé comme témoin positif, a révélé une inhibition nettement plus marquée, confirmant son efficacité en tant qu'antioxydant de référence. Ces résultats suggèrent que les extraits d'huile de ricin présentent une activité antioxydante modérée, vraisemblablement influencée par la polarité des solvants utilisés lors de l'extraction. Afin de mieux évaluer le potentiel antioxydant de ces extraits, il serait pertinent de reconduire l'expérience en testant différentes concentrations.

Conclusion Générale

Conclusion générale

Le ricin (*Ricinus communis*), plante appartenant à la famille des Euphorbiacées, est largement exploité pour ses graines riches en huile. Il est reconnu pour ses multiples usages dans les domaines médicinal, industriel et agricole. Les graines de ricin constituent une source importante de composés bioactifs, notamment d'huile aux propriétés intéressantes.

L'huile extraite de ses graines est particulièrement riche en acide ricinoléique, un acide gras hydroxylé qui lui confère une viscosité élevée, une bonne stabilité. Grâce à ces caractéristiques, elle est largement utilisée dans divers domaines notamment en cosmétique, pharmaceutique, ainsi que comme matière première dans la fabrication de lubrifiants, plastifiants.

Dans le cadre de cette étude, les caractéristiques physicochimiques de l'huile extraite ont été évaluées. Les résultats obtenus révèlent une faible acidité, une teneur adéquate en acides gras, une insaturation modérée et un niveau d'oxydation acceptable, témoignant d'une huile de bonne qualité, adaptée à différentes applications industrielles et chimiques.

Par ailleurs, une transestérification de l'huile a été réalisée en laboratoire en utilisant deux méthodes distinctes, faisant appel à l'acide sulfurique (H_2SO_4) et au trifluorure de bore (BF_3) comme catalyseurs acides. Ces essais ont permis de convertir efficacement les triglycérides en esters méthyliques, mettant en évidence le potentiel de l'huile de ricin comme ressource pour la production de biodiesel.

L'analyse phytochimique menée dans cette étude a mis en évidence la présence de divers métabolites secondaires dans les huiles obtenues. L'huile extraite à partir de graines sans tégument a révélé la présence de terpénoïdes, de tanins catéchiques et de stéroïdes, tandis que celle issue de graines avec tégument contenait des tanins, des flavonoïdes, des coumarines et des terpénoïdes. Ces composés sont connus pour leurs propriétés biologiques potentielles.

Enfin, l'activité antioxydante des différents extraits a été évaluée par la méthode DPPH. Les résultats ont montré que l'extrait éthanolique possédait la meilleure capacité de piégeage des radicaux libres, suivi des extraits obtenus avec le dichlorométhane, l'éther de pétrole et le cyclohexane. Tous les extraits testés ont présenté une activité antioxydante modérée par rapport à l'acide ascorbique, utilisé comme témoin.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

- (1) Fatima Arrutia, Eleanor Binner, Peter Williams, Keith W. Waldron. Trends in Food Science & Technology, Volume 100, 2020, Pages 88-102.
- (2) Klaudia Kotecka-Majchrzak, Agata Sumara, Emilia Fornal, Magdalena Montowska. Trends in Food Science & Technology. Volume 106, 2020, Pages 160-170.
- (3) Encyclopedia of Food Microbiology (Second Edition) 2014.
- (4) Lecerf, J.-M.. (2011). Les huiles végétales : particularités et utilités. Médecine des Maladies Métaboliques, 5(3), 257–262.
- (5) Jana Orsavova ,Ladislava Misurcova, Jarmila Vavra Ambrozova. Int. J. Mol. Sci. 2015, 16(6), 12871-12890.
- (6) Lecerf, J.-M.. (2011). Les huiles végétales : particularités et utilités. Médecine des Maladies Métaboliques, 5(3), 257–262.
- (7) Evrard J, Pagès-Xatart-Pares X, Argenson C, Morin O. Procédés d’obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. Cah Nutr Diét 2007;42 (Hors série 1): 13-23.
- (8) Jean-Michel Lecerf. 2011Médecine des Maladies Métaboliques 5(3):257–262.
- (9) Gnansounou, E.; Raman, J.K. Life cycle assessment of algal biorefinery. In Life Cycle Assessment of Biorefineries; Gnansounou, E., Pandey, A., Eds.; Elsevier: Cambridge, UK, 2017; pp. 199–219.
- (10) Gnansounou, E.; Raman, J.K. Life cycle assessment of algal biorefinery. In Life Cycle Assessment of Biorefineries; Gnansounou, E., Pandey, A., Eds.; Elsevier: Cambridge, UK, 2017; pp. 199–219.
- (11) Adepoju, T.F.; Olawale, O. Int. J. Chem. Mat. Res. 2015, 3, 1–10.
- (12) Amudan, R.; Kamat, D.V.; Kamat, S.D. Enzyme-assisted extraction of essential oils from Syzygium aromaticum. South Asian J. Expt. Biol. 2011, 1, 248–254.
- (13) Senrayan, J.; Venkatachalam, S. J. Food Proc. Eng. 2018, 42, 12950.
- (14) Sun, Y.; Xue, H.K.; Liu, C.H.; Liu, C.; Su, X.L.; Zheng, X.Z. Int. J. Agric. Biol. Eng. 2016, 9, 186–199.
- (15) Nuttawan,Y. Int. J. Chem. Eng. Appl. 2013, 4, 187.

- (16) SALIHU Bolaji Z., GANA, Andrew K., APUYOR Benson O. IJSR. 2014, 3, 1333-1341.
- (17) Severino, L. S., Auld, D. L., Baldanzi, M., Cândido, M. J., et al. *Agronomy Journal*. 2012, 104, 853-880.
- (18) SALIHU Bolaji Z., GANA, Andrew K., APUYOR Benson O. IJSR. 2014, 3, 1333-1341.
- (19) SALIHU Bolaji Z., GANA, Andrew K., APUYOR Benson O. IJSR. 2014, 3, 1333-1341.
- (20) Ramanjaneyulu, A. V., Anudradha, G., Ramana, M. V., Reddy, A. V. V., & Gopal, N. M. (2017). Multifarious uses of castor (*Ricinus communis* L.). *International Journal of Economic Plants*, 4(Nov, 4), 170-176.
- (21) H. Harhar, S. Gharby, D. Pioch, B. Kartah, M. Ibrahimi, Z. Charrouf. Harhar & al. / *Mor. J. Chem.* 4,(2016), 279-284.
- (22) A.YEBOAH, S. YING, J. LU, Yu. XIE, H. AMOANIMAA-DEDE. *Food Sci. Technol*, 41,399-413, 2021.
- (23) Omari, A., Mgani, Q. A., Mubofu, E. B. (2015). *Green and Sustainable Chemistry*, 5(4), 154-163.
- (24) Zainurin N.A.A., Hashim, Y.Z.H-Y. *Food Research*. **2020**. 4, 63 – 73.
- (25) Zainurin N.A.A., Hashim, Y.Z.H-Y. *Food Research*. **2020**. 4, 63 – 73.
- (26) Purnomo, T., A, Kurniawan, Y., S. *Indonesian Journal of Natural Pigments*. **2020**, 2, 8–12.
- (27) Purnomo, T., A, Kurniawan, Y., S. *Indonesian Journal of Natural Pigments*. **2020**, 2, 8–12.
- (28) Journal Officiel de la République Algérienne Démocratique et Populaire. (2011). *Détermination de l'indice de saponification des corps gras d'origine animale et végétale*. J.O. n° 64, 27 novembre 2011.
- (29) Journal Officiel de la République Algérienne Démocratique et Populaire. (2011). *Détermination de l'indice de saponification des corps gras d'origine animale et végétale*. J.O. n° 64, 27 novembre 2011.
- (30) Mandal, Š. (2023). Physical and Chemical Properties of Selected Sample of Castor Oil, *Ricinus communis* L. *Kemija u industriji: Časopis kemičara i kemijskih inženjera Hrvatske*, 72(3-4), 187-192.
- (31) Boyer, A. (2010). Design de nouveaux synthons dérivés de l'acide oléique : application à la synthèse de polyuréthanes (Thèse de Doctorat, Ecole doctorale des sciences chimiques, Université de Bordeaux 1, France).

Références Bibliographiques

- (32) Meyer, U., and Hoelderich, W. F. (1999). Transesterification of methyl benzoate and dimethyl terephthalate with ethylene glycol over basic zeolites. *Applied Catalysis A : General*, 178(2), 159-166.
- (33) Barrault, J., Pouilloux, Y., Clacens, J. M., Vanhove, C., and Bancquart, S. (2002). Catalysis and fine chemistry. *Catalysis Today*, 75(1), 177-181.
- (34) Wolf. J.P. Manuel d'analyse des corps gras, 1968, Ed. Azoulay, Paris.
- (35) François Nsemi,M. (2010).Identification de polyphénols ,évaluation de leur activité antioxydant et étude de leurs propriétés biologiques. Thèse de Doctorat : Chimie organique. France : Université Paul Verlaine-Metz, p238.
- (36) K.Sahira Banu, L.Cathrine (2015). *International Journal of Advanced Research in Chemical Science*, 2, 25-32.
- (37) Williams W.B., Cuvelier M.E . et Berset C.1995. Use of Free Radical Method to Evaluate Antioxidant Activity. *Lebensm-Wiss U-Technol*, 28: 25-30.
- (38) Scherer, R., & Godoy, H. T. (2009). Antioxidant activity index (AAI) by the 2, 2-diphenyl-1-picrylhydrazyl method. *Food chemistry*, 112(3), 654-658.). Fabri, R.L., Nogueira, M.S., Braga, F.G., Coimbra, E.S., Scio, E., 2009. *Mitracarpus frigidus* aerial parts exhibited potent antimicrobial, antileishmanial, and antioxidant effects. *Bio. Technol.* 100, 428–433.
- (39) Buthelezi, N. M. D., Tesfay, S. Z., Ncama, K., & Magwaza, L. S. (2019). Destructive and non-destructive techniques used for quality evaluation of nuts: A review. *Scientia Horticulturae*, 247, 138–146.
- (40) Hertog M. G. L., Feskens E. J. M., Hollman P. C. H. (1993), *The lancet*, 42, 1007-1011.
- (41) J.Tabart , C. Kevers, J. Pincemail, J.Defraigne. (2009), *J. Food Chemistry*, 113, 1226-1233.
- (42) E.R Shervin. (1968), *Journal of the American Oil Chemists Society.*, 45, 632-634.

Résumé

Le ricin (*Ricinus communis*), plante de la famille des Euphorbiacées, est reconnu pour la richesse de ses graines en huile, notamment en acide ricinoléique. Cette huile se distingue par ses propriétés physicochimiques favorables telles qu'une acidité réduite, une insaturation modérée et une bonne stabilité, ce qui la rend appropriée pour divers usages industriels, cosmétiques et pharmaceutiques. Dans cette étude, deux approches de transestérification acide utilisant le H_2SO_4 et le BF_3 ont permis la conversion efficace des triglycérides en esters méthyliques. L'analyse phytochimique a mis en évidence une diversité de métabolites secondaires, dont des tanins, terpénoïdes, flavonoïdes, stéroïdes et coumarines, selon la nature des graines. Les extraits testés ont montré une activité antioxydante modérée, avec une efficacité maximale pour l'extrait obtenu à l'éthanol.

Mots clés : *Ricinus communis*, huile de ricin, analyse phytochimique, l'activité antioxydante.

Abstract

Ricinus communis, known as castor plant, is part of the Euphorbiaceae family and is highly valued for its seed oil rich in ricinoleic acid. This oil exhibits desirable physicochemical traits low acidity, moderate unsaturation, and high viscosity making it suitable for pharmaceutical, cosmetic, and industrial uses. In this research, two acid-catalyzed transesterification methods (H_2SO_4 and BF_3) were employed to efficiently convert triglycerides into methyl esters, highlighting its suitability for biodiesel production. Phytochemical analysis revealed a variety of secondary metabolites such as terpenoids, tannins, flavonoids, coumarins, and steroids, depending on the seed type. Antioxidant testing using the DPPH assay showed moderate activity, with the ethanolic extract demonstrating the strongest radical scavenging effect.

Keywords: *Ricinus communis*, castor oil, phytochemical analysis, antioxidant activity.

الملخص

يُعدّ نبات الخروع من النباتات التابعة للفصيلة الفُرفُرية، ويتميّز بزيت بذوره الغنيّ بحمض الريسينوليكي. يتمتع هذا الزيت بخصائص فيزيائية وكيميائية ملائمة مثل الحموضة المنخفضة والتشبع المعتدل واللزوجة العالية، مما يجعله ملائمًا لمجالات صناعية، دوائية وتجميلية. تم خلال هذه الدراسة استخدام طريقتين مختلفتين لـ التحويل الإستيري الحمضي باستخدام حمض الكبريتيك وفلوريد البورون، ما أتاح تحويلًا فعالًا للثلاثيات الغليسيريديّة إلى إسترات ميثيلية، مما يدعم إمكانية استعماله في إنتاج البيوديزل. كما كشفت التحاليل عن وجود مركّبات ثانوية مختلفة مثل التانينات، التربينويدات، الفلافونويدات، الكومارينات والستيرويدات، باختلاف نوع البذور. وأظهرت النتائج أن جميع المستخلصات تمتلك نشاطًا مضادًا للأكسدة بدرجة متوسطة وكان أقواها للمستخلص الإيثانولي.

الكلمات المفتاحية

نبات الخروع ، زيت الخروع، التحليل الفيتوكيميائي، النشاط المضاد للأكسدة