

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abderrahmane Mira de Bejaia



Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département des Sciences Alimentaires

Filière : Science Alimentaire

Spécialité : Sciences des corps gras

Mémoire de Fin de Cycle
En vue de l'Obtention du Diplôme de Master
en sciences alimentaires

Thème

***Contribution à l'optimisation de l'extraction
assistée par ultrason de l'huile de graines de
Moringa oleifera***

 **Réalisé par :**

M^{elle} ATMANI SAIDA
M^{elle} KHELFAOUI SARAH

membres de jurys :

M^{me} GUENDOUZE. N *Présidente*
M^{me} MEDOUNI. S *Examinatrice*
M^r BENHAMICHE. N *Encadreur*

Soutenu le: 08/09/2020

Année universitaire 2019/2020

Remerciements

Avant tout, nous remercions Dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé, la volonté, le courage, la force et la patience pour mener à terme ce travail.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à notre promoteur, M. Benhamiche N., qui a aimablement accepté de diriger notre travail et pour l'honneur qu'il nous a accordé en nous encadrant. Nous le remercions très vivement pour ces connaissances. Il nous a permis de puiser de son expérience, de sa compétence et de ses connaissances très variées. Nous le remercions également pour ses conseils judicieux, sa disponibilité et sa bonté, Ce travail témoigne de sa confiance et de son soutien dans les moments les plus difficiles. Qu'il trouve ici l'expression de notre haute considération et notre profonde reconnaissance sans oublier Mlle Ladjouze Baya qui nous a tant aidé.

Nos remerciements s'adressent également à Mme Guendouz. N d'avoir accepté de présider le jury et Mme Medouni. S d'avoir accepté d'examiner cet humble travail.

Toute notre gratitude à tous nos enseignants qui nous ont formés.

Nous tenons à exprimer nos sincères reconnaissances et nos vifs remerciements à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail en l'occurrence nos familles qui n'ont jamais cessé de nous encourager en pensant, tout particulièrement à tous les doctorants du laboratoire 3BS pour leur présence et toute l'attention, la sollicitude avec laquelle ils nous ont entourés.

Merci à vous tous.

Dédicaces

Je remercie Dieu le tout puissant de m'avoir aidé pour achever ce modeste travail que je dédie avec l'expression de ma reconnaissance à:

A la mémoire de la lumière de mes yeux, l'ombre de mes pas et le bonheur de ma vie qui m'a apporté son appui durant toutes mes années d'études, pour son sacrifice et soutien qui m'ont donné confiance, courage et sécurité malgré ses souffrances jusqu'à ce que le destin a choisi de nous séparer mais je suis certaine qu'elle continue toujours à veiller sur moi à toi qui as tant souhaité me voir là où je suis loin des yeux mais toujours présente dans mon cœur à toi la plus belle perle au monde ma tendre mère.

A celui qui a toujours garni mon chemin avec force et lumière qui m'a appris le sens de la persévérance tout au long de mes études, pour son sacrifice, ses conseils et ses encouragements, à celui qui ma donné l'amour et la protection d'un père et la tendresse d'une mère à toi très cher père

A ma force qui m'a toujours poussé d'aller de l'avant à vos mes très chers soeurs et frères en particulier à ma très chère GHANIA qui nous a quitté trop tôt et nous a laissé un grand vide après celui de ma très chère mère, à toi ma belle-sœur, à vous mes chers neveux et nièces et à toi mon cher fiancé

À tous mes enseignants, particulièrement mon encadreur M. Benhamiche et à la doctorante Ladjouze Baya que je ne remercierai jamais assez. Vous serez toujours dans ma mémoire, un symbole de sagesse et de bravoure;

À ma collègue du travail, Melle Khelfaoui Sarah, et à l'autre binôme avec lequel j'ai beaucoup aimé travailler et tant apprécier. Je tiens à vous citer : Aguoune Karima et Boussekine Hicham. Je vous remercie du fond du coeur pour votre gentillesse et votre aide et pour les beaux moments que nous avons partagé ensemble

A toute ma famille à mes chers amis à ma belle famille et à toute personne qui m'a aidé de loin ou de près à franchir un horizon dans ma vie

Aimablement

Atmani saida

Je vous dédie ce modeste travail

Dédicace

Je remercie Dieu le tout puissant de m'avoir aidé pour achever ce modeste travail que je dédie avec l'expression de ma reconnaissance à:

A l'homme, mon précieux offre du dieu, qui doit ma vie, ma réussite et tout mon respect : mon cher père.

A la femme qui a souffert sans me laisser souffrir, qui n'a jamais dit non à mes exigences et qui n'a épargné aucun effort pour me rendre heureuse : mon adorable mère.

A ma chère sœur et mon cher frère qui n'ont pas cessée de me conseiller, encourager et soutenir tout au long de mes études. Que Dieu les protège et leurs offre la chance et le bonheur.

A mon cher oncle Djamel pour son appui et son encouragement

A mon très cher ami Adam pour son encouragement permanent, et son soutien moral, Merci d'être toujours là pour moi

A tous mes ami (e) s que j'ai connu jusqu'à maintenant spécialement : Sabrina, Siham, Leticia, Assia, Loubna, Radia, Amina

Merci pour votre amour et votre encouragement

À tous mes enseignants, particulièrement mon encadreur ^{Mr} benhamiche et à la doctorante ladjouze baya que je ne remercierai jamais assez, vous serez toujours en ma mémoire, un symbole de sagesse et de bravoure ;

À ma collègue du travail, ATMANI Célia, et à l'autre binome avec lequel j'ai beaucoup aimé travailler et tant apprécier je vous remercie du fond du cœur pour votre gentillesse et votre aide et pour les beaux moments qu'on a partagé ensemble

A toute personne qui m'a aidé de loin ou de près à franchir un horizon dans ma vie

Khelfaoui sarah

Je vous dédie ce modeste travail

Liste des abréviations

Liste des abréviations

ONG : Organisation non gouvernementale

ISO: Organisation internationale de normalisation

BBD: Plan Box-Behnken à trois facteurs

M: *Moringa*

US: Ultrasons

PZT: Piézoélectrique

Atm: Atmosphères

TGL: Triglycérides

AGS: Acides gras saturés

AGI: Acides gras insaturés

JMP: John's Macintosh project

RMS: Méthodologie de surface de réponse

Liste des figures

Liste des figures

Figure 1	Zones du monde où pousse la plante <i>Moringa oleifera</i>	2
Figure 2	Le domaine de variation d'un facteur	11
Figure 3	le domaine d'étude d'un plan d'expérience	11
Figure 4	l'espace expérimentale	12
Figure 5	Plan de Box- Behnken pour trois facteurs	13
Figure 6	Appareil d'ultrason et ses vibrations	15
Figure 7	Génération des bulles de cavitation par l'action des ultrasons	16
Figure 8	Photographie des graines de <i>moringa oleifera</i>	17
Figure 9	Photographie montrant les graines entières (1) et les amandes (2)	18
Figure 10	Photographie de broyeur et de la poudre des graines de <i>Moringa</i>	18
Figure 11	Photographie de l'appareil de l'ultrason	19
Figure 12	Effet de solvant sur le rendement en huile	22
Figure 13	Effet de la concentration du solvant sur le rendement en huile	23
Figure 14	Effet de la température sur le rendement en huile	24
Figure 15	Effet du temps sur le rendement en huile	25
Figure 16	Plan de prédiction d'extraction de l'huile	26
Figure 17	Surface de réponse pour l'interaction temps-température	28
Figure 18	Surface de réponse pour l'interaction concentration de solvant – temps	29
Figure 19	Surface de réponse pour l'interaction température – concentration de solvant	29

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau I	Classification systématique de <i>Moringa oleifera</i>	3
Tableau II	Description botanique de <i>Moringa oleifera</i>	3
Tableau III	Principales exigences écologiques de <i>Moringa oleifera</i>	5
Tableau IV	la Composition en minéraux dans les graines de <i>M. oleifera</i>	7
Tableau V	la Composition globale des graines de <i>M. oleifera</i>	7
Tableau VI	variation du solvant	20
Tableau VII	Variation de la température	20
Tableau IIX	Variation du temps	20
Tableau IX	Niveaux des variables choisies pour les essais	20
Tableau X	Optimisation des facteurs d'extraction par le plan Box-Behenken	26
Tableau XI	Coefficients de régression estimés du modèle polynomial de second degré	27
Tableau XII	Les conditions optimales de l'extraction de l'huile de <i>Moringa oleifera</i>	30

Table des matières

Table des matières

Remerciements

Dédicaces

Résumé

Abstract

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

1. Introduction 1

Chapitre I Synthèse bibliographique

I.1 Généralités sur Moringa oleifera 3

I.1.1 Origine et répartition géographique 3

I.1.2 Systématique et nomenclature 3

I.1.3 Description botanique 4

I.1.4 Ecologie de la plante 6

I.1.5 Culture de *moringa oleifera* 6

I.1.6 Valeurs nutritionnelle et utilisation des graines et huile de *Moringa* 7

I.1.6.1 Composition chimique des graines de *Moringa* et valeurs 7

I.1.6.2 Composition globale des graines de *M. oleifera* 7

I.1.6.3 Différents domaines d'utilisation des graines de *Moringa oleifera* 8

I.1.7 Huile de *Moringa oleifera* 9

I.1.7.1 Composition chimique de l'huile de graines de *Moringa oleifera* 9

I.1.7.2 Utilisations de l'huile de *Moringa oleifera* 10

I.1.7.2.1 Utilisation alimentaire de l'huile 10

I.1.7.2.2 Utilisation non alimentaire de l'huile 10

I.2 Généralités sur le plan d'expérience 11

I.2.1 Définition d'un plan d'expérience 11

I.2.2 Principe d'un plan d'expérience 11

I.2.3 Terminologie des plans d'expérience 11

Facteur 11

Réponse 12

Domaine d'étude 12

Espace expérimental 12

Table des matières

I.2.4	Méthodologie des plans d'expérience	13
I.2.4.1	Recherche des facteurs influents	13
I.2.4.2	Modélisation	13
I.2.4.3	Optimisation	14
I.2.5	Plan Box-Behnken à trois facteurs (BBD)	14
I.2.5.1	Définition du plan	14
I.2.5.2	Modèles mathématiques	14
I.3	Extraction de l'huile de graine de <i>Moringa oleifera</i>	16
I.3.1	Extraction assisté par ultrasons	16
I.3.2	Principe des ultrasons	17
I.3.3	Avantages	17
I.3.4	Inconvénients	17
<i>Partie pratique</i>		
Chap.II	Matériel et méthodes	18
II.1	Matériel	
II.1.1	Matériel végétal	18
II.1.1.1	Provenance des échantillons	18
II.1.1.2	Préparation des échantillons	18
	Décorticage	18
	Broyage	18
II.2	Méthodes	19
II.2.1	Extraction par Ultrasons	19
II.2.1.1	Principe	19
II.2.1.2	Mode opératoire	20
II.2.3	Optimisation	20
II.2.3.1	Etude préliminaire	20
II.2.3.2	Optimisation des conditions d'extraction	21
II.2.3.3	Etude statistique	21
Chapitre.III	Résultats et discussions	23
III.1	Optimisation et conditions d'extraction d'huile de <i>Moringa</i>	23
III.1.1	Essais préliminaires	23
III.1.1.1	Choix de solvant	23

Table des matières

III.1.1.2	Effet de la quantité de solvant	24
III.1.1.3	Effet de température	25
III.1.1.4	Effet du temps	25
III.1.2	Optimisation par la méthodologie de surface de réponse	26
III.1.2.1	validation du modèle	27
III.1.2.2	coefficient de détermination (R^2)	27
III.1.2.3	Effet des facteurs	28
III.1.2.3.1	Effet linéaire	29
III.1.2.3.2	Effet quadratique	29
III.1.2.4	Effet d'interaction	29
III.1.2.5	Modèle mathématique	30
	Conclusion partielle	31
	Conclusion générale	32
	Références bibliographiques	33

Table des matières

Introduction

Introduction

1. Introduction

Dès son apparition sur terre, l'Homme s'oriente rapidement vers le monde végétal, omniprésent autour de lui, offrant déjà une source de nourriture, pour tenter de calmer ses maux (**Morin, 2008**).

Les lipides font partie des éléments essentiels de notre alimentation. Ils regroupent les huiles et les graisses d'origine animale et végétale. Ils représentent la source d'énergie la plus importante pour l'organisme avec des besoins qui peuvent atteindre 40% de l'énergie totale. Selon leurs sources et leurs compositions, les lipides alimentaires ont des propriétés physiques, chimiques et physiologiques très variées (**Warner et al., 2010**).

D'après Louni (**2009**) la valeur nutritive d'une huile végétale repose sur son apport en acides gras essentiels et en vitamines. Les recherches scientifiques (biochimie, physiologie, médecine clinique et épidémiologie) effectuées ces dernières décennies, viennent reconforter les attributs de santé des huiles mono insaturées et leurs propriétés thérapeutiques dans la prévention des maladies cardiovasculaires, ainsi qu'une meilleure tenue et une stabilité à la cuisson. Ces huiles sont représentées surtout par des huiles de type oléique, exemple ; huile d'olive, huile de *Moringa oleifera*

Moringa oleifera Lam., arbre tropical originaire d'Asie, est aujourd'hui largement répandu sur le continent africain (**Kokou et al., 2001**). D'après Louni(**2009**) ; Les nombreuses propriétés valorisables de cette plante en font un sujet d'étude très intéressant (**Foidl et al., 2001**). Le *Moringa oleifera* L. est un arbre aux multiples vertus médicinales, nutritionnelles et industrielles. De plus les graines peuvent être utilisées pour la clarification et la purification des eaux usées. Cette plante, très répandue dans le monde à usages multiple, était connue depuis longtemps et était utilisée traditionnellement à des fins thérapeutiques et alimentaires et prouvés scientifiquement (**Koul et Chase, 2015**).

D'après Louni (**2009**); Les graines de *Moringa* présentent une forte teneur en huile jusqu'à 40 %. Cette huile est de type oléique (jusqu' à 76 % d'acide oléique) et elle est très riche en Vitamine E (alpha tocophérol) qui est un antioxydant très puissant. Ainsi, le *Moringa* peut représenter une source alternative pour l'huile de table notamment à l'huile d'olive(**Anwar et Bangher, 2003**).

L'huile de *Moringa* est comestible et son extraction commence à être promue par des ONG en Afrique, où beaucoup de pays manquent d'huiles alimentaires. De grands raffineurs

Introduction

européens tels que Jan Dekker et Aarhus (1993) s'intéressent à l'huile de *Moringa* en tant que matière première de l'industrie cosmétique

Dans ce contexte, notre mémoire a pour objectif d'avoir les résultats les plus fiables possible en un minimum d'essais en faisant varier l'un de ces paramètres : le temps, la température, le solvant qui conduisent à obtenir des conclusions solides et adéquates d'une manière efficace et économique. Afin d'atteindre cet objectif, nous nous sommes basé sur l'application des techniques statistiques telles que les plans d'expérience.

Le présent manuscrit est structuré en trois chapitres comprenant :

- Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique et est scindée en trois volets : Le premier englobe des généralités sur les plans d'expérience; le deuxième, nous présente les propriétés des graines de *Moringa* tandis que le dernier, intitulé extraction de l'huile des graines de *Moringa oleifera*, expose deux titres principaux : le premier intitulé méthode d'extraction (ultrason), son principe, ses avantages et ses inconvénients et le second parle de la composition et des utilisations de l'huile de *Moringa oleifera*.
- Le deuxième chapitre, intitulé matériel et méthodes, comprend une présentation succincte du lieu de travail, la provenance du matériel végétal utilisé ainsi que les méthodes d'analyse employées pour la partie expérimentale.
- Le troisième chapitre présente les résultats et les interprétations.

Une conclusion générale est donnée à la fin de ce manuscrit, et fait ressortir l'essentiel des résultats de ce travail.

Chapitre I
Synthèse
bibliographique

I.1 Généralités sur *Moringa oleifera*

I.1.1 Origine et répartition géographique

Moringa oleifera est l'espèce la mieux connue parmi quatorze espèces du genre *Moringa* famille Moringaceae (Fuglie Lowell, 2002). Cet arbre, est passé, en une décennie, du statut de plante inconnue à celui de nouvelle ressource alimentaire et économique pour les pays du Sud (Atakpama et al., 2014). C'est une plante comestible, qui ne meurt jamais (Silvana.; 2013) ; Elle est aussi appelé arbre de vie ou arbre du paradis (Irénée Modeste Bidima,2016).

La plante *Moringa oleifera* est considérée comme l'un des arbres les plus utiles au monde. Elle possède de nombreuses propriétés intéressantes qui lui confèrent un grand intérêt scientifique. Elle est décrite comme l'arbre miracle, et le don de Dieu à l'homme (Ijarotomi et al., 2013 ; Haldar et Kosankar., 2017).

Le *Moringa oleifera* est une espèce qui semble être originaire des régions d'Agra et d'Oudh, au Nord-est de l'Inde, au Sud de la chaîne de montagne de l'Himalaya. Mais elle est cultivée aujourd'hui dans toutes les régions tropicales et subtropicales du monde (Rajangam et al., 2001) (figure.1). Son introduction en Afrique de l'Est a eu lieu au début du 20ème siècle par le biais du commerce et des échanges maritimes durant cette période (Foidl et al., 2001). On peut rencontrer cette espèce sur trois continents et dans plus de cinquante pays tropicaux et subtropicaux (Afrique, Arabie Saoudite, Sud-est asiatique, Iles du pacifique, Amérique du Sud)



Figure 01: Zones du monde où pousse la plante *Moringa oleifera* (Rongead., 2014)

I.1.2 Systématique et nomenclature

Moringa oleifera appartient à la famille mono générique des arbustes et arbres des *Moringaceae* qui comprend environ 14 espèces, dont la plus connue et répandue est l'espèce

Moringa oleifera (Chukwuebuka., 2015). La plupart des langues utilisent un dérivé phonétique de ce mot pour désigner la plante. *Moringa oleifera* est un arbre qui est connu sous diverses appellations. En Afrique francophone, le nom le plus général est nébéday, nom vraisemblablement dérivé de l'anglais "never die" (immortel). Ce nom fait référence à sa capacité de résistance à la sécheresse, à son aptitude à se propager rapidement à partir de semis ou de boutures et à se régénérer même après des coupes très sévères. En Inde, il est appelé Dumstick pour rappeler la forme du fruit qui ressemble à une baguette (Fuglic., 2001; Lim, 2012). La classification systématique de *Moringa oleifera* est représentée dans le (Tableau I)




Tableau I: Classification systématique de *Moringa oleifera* (Laleye et al., 2015)

Botanique de la plante	
Règne	Plantae
Sous-règne	Tracheobionta
Classe	Magnoliopsida
Ordre	Capparales
Famille	Moringaceae
Division	Magnoliopyte
Genre	<i>Moringa</i>
Espèce	<i>oleifera</i>

I.1.3 Description botanique

Les différentes parties de *Moringa oleifera* sont décrites dans le tableauII.

Tableau II: Description botanique de *Moringa oleifera*

<p>L'arbre peut atteindre 12 mètres de hauteur et son diamètre peut atteindre jusqu'à 40 centimètres.</p>	
<p>Le tronc est généralement droit, mais il est parfois très peu développé. En général, il atteint 1,5 à 2m de haut avant de se ramifier, bien qu'il puisse parfois atteindre les 3m.</p>	
<p>Les branches poussent de manière désorganisée et la canopée est en forme de parasol.</p>	

Les feuilles sont caduques, duveteuses, recouvertes d'un duvet gris lorsqu'elles sont jeunes, et se développent principalement dans la partie terminale des branches, ont un long pétiole mesurant 20 à 70 cm de long, comptent 2 à 6 paires de pinnules comprenant chacune 2 à 5 paires de pinnules secondaires, divisées elles-mêmes en 1 à 2 paires de folioles opposés plus une foliole terminale à l'apex plus grande que les autres, de forme ronde ou ovale de 1 à 2 cm de long



(Ijarotomi et al., 2013; Hédji et al., 2014; Agroconsult., 2016)

Les fleurs après 8 à 12 mois, l'arbre commence à fleurir sur une base continue tout au long de l'année. Le *Moringa* est considéré comme une plante ornementale à cause de sa floraison exubérante. L'inflorescence est en panicule axillaire et tombante de 10 à 25 cm, aux fleurs irrégulières mesurent 2,5 cm de large. Ces dernières sont de couleur blanche tirant sur le crème, avec des points jaunes à la base, délicatement parfumées, se composent de 5 sépales sont symétriques et lancéolés, 5 pétales inégaux, sont minces et spatulés, symétriques à l'exception du pétale inférieur, et entourent, 5 étamines et 5 staminodes. L'ovaire a une seule loge.



Les fruits forment des gousses à trois lobes, mesurant 20 à 60 cm de long et de 2 cm de diamètre, ses côtés forment un triangle, la capsule à une extrémité aiguë, une surface bosselée qui pendent des branches. Les fruits (gousses) sont initialement vert clair, minces et tendres, devenant finalement marron et ferme. Lorsqu'ils sont secs, ils s'ouvrent en trois parties, en libérant 12 à 35 graines de forme ronde. Un arbre peut produire 15 000 à 25 000 graines par an.).



(Hédji et al., 2014 ;Agroconsult., 2016 ; Yusoff ., 2016)

Les graines sont globulaires, à trois angles, elles ont un diamètre de 10 à 12 mm, avec une coque marron semi-perméable légèrement boisée. La coque présente trois ailes latérales blanches qui s'étendent de la base au sommet à 120 degrés d'intervalle, sont de 2 à 2,5 cm de long, de 0,4 à 0,7 cm de large. (Ijarotomi et al., 2013; Hédji et al., 2014; Agroconsult, 2016). Le poids moyen d'une graine est de 0,3 g, le noyau est blanc ou crème et est responsable de 70% à 75% du poids, et la coque représente 25% du poids de la graine. (Leone et al., 2016)



Les Racines sont blanches, gonflées, tubéreuses qui ont une odeur piquante caractéristique et dotée de racines latérales plutôt clairsemées



(Rolaff et al., 2009)

I.1.4 Ecologie de la plante

Moringa oleifera L. est une plante qui s'adapte à des milieux différents. Cependant, certaines conditions du milieu favorisent son épanouissement (Saint Sauveur et Broin., 2010). Le *Moringa* est un arbre peu exigeant en eau et en matières minérales (Tableau III). Ainsi, son introduction dans un environnement riche en biodiversité est bénéfique à la fois pour l'exploitant et pour l'écosystème environnant (Foidl et al., 2001).

Tableau III: Principales exigences écologiques de *Moringa oleifera* (Saint Sauveur et Broin, 2010).

Paramètres	Valeurs/fourchettes
Climat	Tropical ou subtropical
Altitude	0-2000 mètres
Température	25-35°C
Pluviométrie	250-2000 mm. Irrigation pour la production de feuilles si pluviométrie < 800 mm
Type de sol	Limoneux, sableux ou sablo-limoneux
pH du sol	Légèrement acide à légèrement alcalin (pH : 5 à 9)

I.1.5 culture de *Moringa oleifera*

Moringa oleifera s'adapte à des milieux différents ; il se plaît en milieu aride ou semi-aride mais il peut se trouver aussi dans les zones très arides comme le Sahara. Il peut se planter par semis, en repiquage, en plein champ, ou par boutures (Millogo-Koné et al., 2008).

D'après Louni (2009) ; Il peut être cultivé d'une façon extensive pour la production des graines (semence ou Production d'huile) ou d'une façon intensive irriguée pour une production optimale des Feuilles avec une récolte toutes les six semaines.

I.1.6 valeurs nutritionnelle et utilisation des graines et huile de *Moringa*

Les graines et les huiles constituent des échelons importants de la filière de transformation des graines oléagineuses. Les graines sont principalement utilisées sous forme d'huile et de tourteau dans le secteur de l'alimentation humaine et animale. Elles aboutissent aussi à une large gamme de produits de seconde transformation tels que farines, concentrés ou isolés, margarine ou mayonnaise. Enfin, l'huile et, dans une moindre mesure, le tourteau, ont aussi de nombreux débouchés non-alimentaires(BOYELDIEU., 1991; Foidl et al., 2001)

I.1.6.1 Composition chimique des graines de *Moringa oleifera* et valeurs nutritionnelles

Le *Moringa oleifera* est une plante à hautes valeurs nutritives. Elle constitue une excellente source de compléments alimentaires. Des analyses nutritionnelles ont montré que les graines contiennent des minéraux, des acides aminés essentiels, des acides gras et d'autres composés bioactifs(Dhakar et Maurya., 2011; Aho et Lagasi., 2012).

I.1.6.2 Composition globale des graines de *M. oleifera*

Les graines de *M. Oleifera* contiennent des éléments nutritionnels importants, y compris les protéines, les huiles, les fibres, les carbohydrates, (Leone., 2016). Les minéraux occupent une part importante dans les graines de *M. oleifera*. Des analyses réalisées par Abiodu., (2012) et James., (2017) ont montré la richesse de cette dernière en sodium, potassium, magnésium et fer(TableuIV)

Les graines de *Moringa oleifera* contiennent également une quantité importante d'huile végétale entre 38 et 40% du poids de la graine, connue sous le nom d'huile "Behen" ou "Ben". (Abiodun et al ., 2012; Abd-Rabou et al., 2016; Leone., 2016).

Tableau IV: la Composition en minéraux dans les graines de *M. oleifera* (Abiodun et al., 2012 ; Zikankuba., 2017).

Minéraux	Quantité en mg/kg
Sodium	155
Potassium	479
Magnesium	220.10
Calcium	203.85
Fer	31.03
Zinc	8.08

Cette huile contient toutes les graisses insaturées contenues dans l'huile d'olive, à l'exception de l'acide linoléique (Abd-Rabou et al., 2016), avec une composition d'acides gras de haute qualité, environ 20.98 % d'acides gras saturés et 78.99% d'acides gras insaturés, par rapport aux huiles végétales classiques qui contiennent généralement de l'acide oléique connu sous le nom d'Omega 9 de l'ordre de 40 % (Abiodun et al., 2012; Agroconsult., 2016). Cette richesse en acides gras mono insaturés les rend plus stables à la rancidité oxydative (Nadeem et al., 2014 ; Agroconsult., 2016) En dehors de l'huile, la graine a une teneur élevée en protéines, en moyenne 31,4% (Aho et Lagasi., 2012 ; Leone., 2016). Les graines de *M. oleifera* représentent une source importante de protéines. La qualité nutritionnelle dépend des teneurs en acides aminés essentiels et de sa biodisponibilité après digestion et absorption. Le profil protéique a révélé des taux de 3,1% d'albumine, 0,3% de globulines, 2,2% de prolamine, 3,5% de glutéline et 70,1% de protéines insolubles (Foidl et Makkar, 2001). Le tableau V montre les différents composés isolés des graines de *M. oleifera*.

Tableau V: la Composition globale des graines de *M. oleifera* (Leone, 2016)

Composés	g/100g	%
Protéines	(29,4- 33,3)	34 ,51% - 36,5%
Huiles	(34,7-40,4)	38,62%- 40,6%
Fibres	(6,8-8,0)	10,92-12,16
Carbohydrates	(16,5-19,8)	19,00-20,29
Valeur calorique	/	450,36 à 451,32 Kcal g ⁻¹

I.1.6.3 Différents domaines d'utilisation des graines de *Moringa oleifera*

Cette plante a de nombreuses propriétés valorisables. Ce qui fait d'elle un sujet d'étude très intéressant. Historiquement, toutes les parties de la plante ont été consommées comme nourriture et/ou utilisées en médecine traditionnelle pour le traitement de maladies métaboliques, inflammatoires, infectieuses, tumorales, respiratoires, l'arthrite, athérosclérose,

soulagement de la douleur...etc., et un nombre croissant d'études scientifiques soutiennent ces usages traditionnels (Elgamily *et al.*, 2016 ; Jaja-Chimedza *et al.*, 2017).

- ✓ Plusieurs composés bioactifs isolés à partir de la graine comme les glucosinolates les isothiocyanates, hémagglutinines qui possèdent des effets anticancéreux, antibiotiques, anti-inflammatoires et agglutinogènes(Katre., 2008)
- ✓ Purification de l'eau : les graines contiennent un poly-électrolyte qui permet la sédimentation des particules en suspension dans l'eau(Bhuptawat *et al.* (2007) ;Beltrán-Heredia *et al.* (2009) ;Poumaye *et al.* (2012)
- ✓ les graines sont consommées au Nigeria et auraient le même goût que les cacahuètes et dans certains endroits les graines sont ajoutées aux sauces pour leur saveur amère(Abdulkarim *et al.*, 2005) ;
- ✓ *Moringa oleifera* possède d'autres pouvoirs; ses graines sont utilisées pour purifier le lait et enrichir le miel. En raison de sa teneur en composés phytohormones de type cytokinines. *Moringa* peut être utilisé comme engrais pour activer la croissance des arbres et les rendements des plantes(Pamo *et al.*, 2002; Gnangle *et al.*, 2010).

I.1.7 Huile de *Moringa oleifera*

L'huile de *M. oleifera* est connue sous le nom commercial d' « Huile de Ben ou Behen ». Réputée d'huile d'excellente qualité, elle a connu depuis longtemps multiples usages. Elle est extraite à partir des graines et possède une couleur jaune pâle. Après avoir souffert d'un embargo à l'exportation des pays producteurs vers les pays occidentaux pendant près d'une soixantaine d'année suite à des falsifications, elle suscite actuellement un regain d'intérêt international (Abdulkarim *et al.*, 2005).

I.1.7.1 Composition chimique de l'huile de graines de *Moringa oleifera*

L'huile de graines de *Moringa oleifera* est de type oléique avec une teneur élevée en acide oléique. Cette caractéristique peut être fortement souhaitable particulièrement avec la tendance courante de remplacer les huiles végétales polyinsaturées par celles qui renferment des taux élevés d'acides gras mono insaturés qui sont très stables même dans des applications comme les fritures (Anwar et Bangher., 2003). L'huile de *Moringa* contient tous les acides gras principaux trouvés dans l'huile d'olive à l'exception de l'acide linoléique (Abd-Rabou *et al.*, 2016) et peut donc être employée comme produit de substitution de cette dernière. Le profil en triglycérides est représenté en grande partie par la trioléine avec une valeur de 36,7% L'huile de *Moringa* est riche en tocophérols, vitamines liposolubles et antioxydants naturels

très puissants (**Corbette., 2003**). La teneur en huile des graines décortiquées, c'est-à-dire, des amandes, est d'environ 42%. L'huile des graines de *Moringa* contient environ 13% d'acides gras saturés (AGS) et 82% d'acides gras insaturés (AGI) (**Tsaknis et al., 2002**). Les principaux acides gras saturés présents dans les graines sont l'acide palmitique, stéarique, arachidique et bénin. L'acide oléique est l'acide gras insaturé principal (72,9%), dont la concentration élevée est souhaitable en terme de nutrition et de stabilité pendant la cuisson et la friture (**Abdlkarim et al., 2005**). Le profil en stérols de l'huile de graines de *Moringa oleifera* indique que les fractions les plus dominantes sont le sitostérol (47,10%), stigmastérol (17,40 %) et le campestérol (23,83 %). Les Tocophérols (α et β) ont été identifiés à des concentrations de 226,9 et 216,57 mg (**Lala et tsaknis., 2002**).

I.1.7.2 Utilisations de l'huile de *Moringa oleifera*

I.1.7.2.1 Utilisation alimentaire de l'huile

C'est une très bonne huile alimentaire et appréciée comme huile d'assaisonnement dans les salades, dans beaucoup de pays. Elle est également utilisée dans les fritures, en raison de sa grande stabilité à l'oxydation et dans la fabrication des margarines soit à l'état fluide, soit après durcissement par hydrogénation. L'huile de *Moringa* peut être utilisée comme huile végétale comestible et huile de cuisson (elle rancie très lentement) (**Corbette., 2003**).

I.1.7.2.2 Utilisation non alimentaire de l'huile

- L'huile s'est avérée particulièrement efficace dans la fabrication de savons produisant une mousse stable avec l'efficacité de lavage élevée ;
- Grâce à sa capacité à absorber et à retenir les substances volatiles, elle est également intéressante dans l'industrie des parfums pour stabiliser les senteurs ;
- En Inde, l'huile de graines est appliquée extérieurement pour soulager la douleur et le gonflement en cas de goutte ou rhumatisme et les maladies de la peau (**Abdulkarim et al., 2005**)
- L'huile de *Moringa* est employée pour l'hystérie, le scorbut, les problèmes de prostate et de vessie. Elle est considérée comme un tonique et un purgatif ;
- L'huile issue des graines est aussi utilisée comme lubrifiant dans la machinerie fine comme elle a un potentiel pour être utiliser en tant que biocarburant et fabrication de colorants à partir du bois et de la pâte à papier (**Ramachandran et al., 1980 ; Tsaknis, et al., 1999 ; Rashid et al., 2008 ; Mofijur et al., 2013**).

I.2 Généralités sur le plan d'expérience

Les progrès des sciences et de la technologie sont étroitement liés aux réponses que l'Homme a pu apporter aux interrogations que lui pose régulièrement la nature. Ces réponses, résultent le plus souvent d'une analyse des observations expérimentales obtenues par une approche méthodologique rigoureuse. L'expérimentation est donc un des moyens privilégiés pour acquérir ou améliorer les connaissances, cependant elle doit être optimisée car l'objectif est d'obtenir des informations les plus fiables possibles en un minimum d'essais. A cet effet, il est recommandé d'utiliser une stratégie expérimentale moderne telle que les plans d'expériences afin de pouvoir répondre à toute exigence proclamée en un temps record.

I.2.1 Définition d'un plan d'expérience

Le plan d'expérience est une méthode statistique correspond à une série d'essais définie à partir d'une stratégie optimale permettant la prédiction d'une réponse avec le minimum des erreurs et le minimum d'essais sur la base d'un modèle postulé. Selon la Norme ISO 3534 (**Poirier., 1993**), la planification d'expériences afin d'obtenir des conclusions solides et adéquates de manière efficace et économique ou bien définies comme la méthode mathématique et statistique qui permet de modéliser et d'organiser aux mieux des essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles (**Goupy et Creighton., 2006**). Ces méthodes visent à établir et analyser les différentes interactions qui existent entre les grandeurs étudiées, et leurs sources de variations supposées (**Vivien., 2002**).

I.2.2 Principe d'un plan d'expérience

Il consiste à faire varier simultanément les niveaux d'un ou de plusieurs facteurs, qui sont les variables, discrètes ou continues à chaque essai, Ceci va permettre de diminuer fortement le nombre d'expériences à réaliser tout en augmentant le nombre de facteurs étudiés, en détectant les interactions entre les facteurs et les optimaux par rapport à une réponse (**Faucher., 2006**).

I.2.3 Terminologie des plans d'expériences

Facteur : c'est un paramètre qualitatif ou quantitatif dont sa variation est susceptible de modifier le fonctionnement de ce dernier. Ces différents traitements sont nommés modalités ou encore niveaux, ces facteurs peuvent être quantitatifs lorsqu'ils sont naturellement exprimés à l'aide de valeurs numériques (pression, température, durée) ou être qualitatifs dans le cas contraire (couleur, type de matériau, sexe) ; la connaissance de l'ensemble de tous les

niveaux utilisés par chaque facteur est nécessaire pour la réalisation des expériences (Tinsson., 2010).

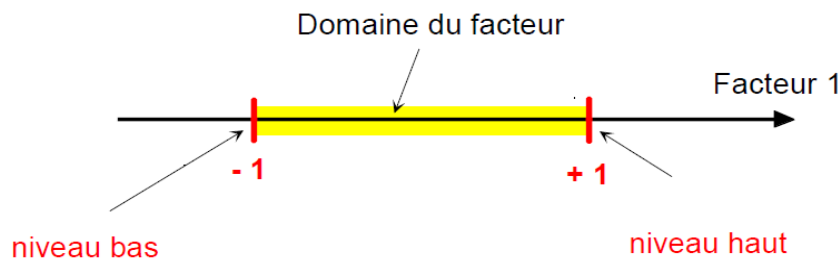


Figure 02 : Le niveau bas du facteur est noté par - 1 et le niveau haut par +1. Le domaine de variation du facteur est constitué de toutes les valeurs comprises entre le niveau bas et le niveau haut(Goupy.,2006)

Réponse : c'est la grandeur observée pour chaque expérience réalisée, qui doit être prise une seule fois au cours d'une observation afin d'évaluer l'effet du facteur étudié (Tinsson., 2010).

Domaine d'étude : c'est le regroupement des niveaux inférieurs et supérieurs des facteurs étudiés, qui est une étude ; un ensemble de plusieurs expériences bien définies (Goupy et Creighton., 2006).

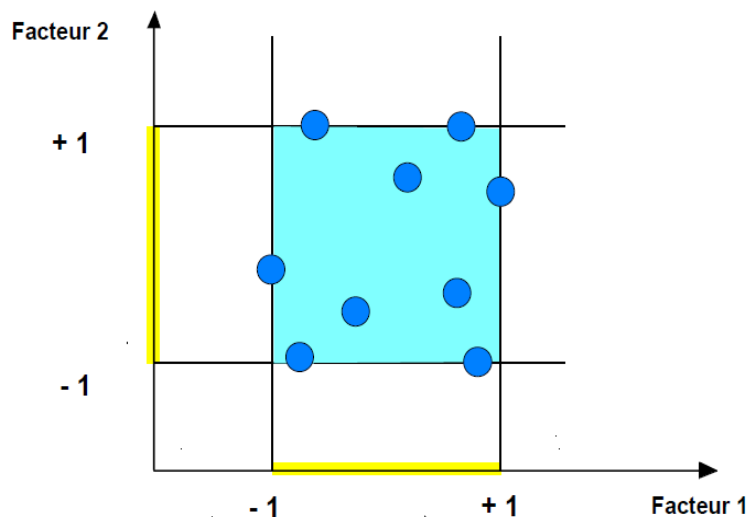


Figure 03 : le domaine d'étude d'un plan d'expérience (Goupy.,2006)

Espace expérimental : Le domaine de variation du facteur ou le domaine du facteur est l'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre un facteur entre les niveaux bas et haut. Par

convention, le niveau bas est souvent noté par (-1) et le niveau haut par $(+1)$ (Goupy., 2006). L'existence d'un second facteur est représentée également par un axe gradué et orienté, dont ces niveaux et son domaine de variation sont définis. Ce second axe est disposé orthogonalement au premier. Ainsi un repère cartésien est obtenu. Il définit un espace euclidien à deux dimensions qui est appelé l'espace expérimental (Goupy., 2006).

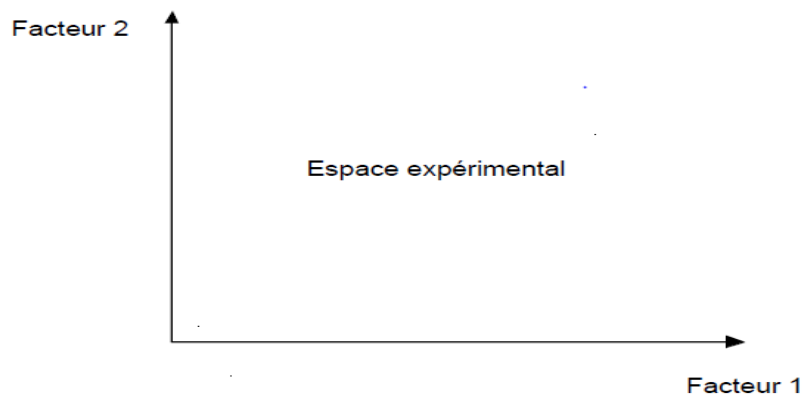


Figure 04 : l'espace expérimentale(Goupy.,2006)

I.2.4 Méthodologie des plans d'expérience.

Lors de l'étude d'un phénomène, plusieurs questions se posent, auxquelles répondent différents types de plans. On peut distinguer 3 grandes étapes dans l'acquisition des connaissances :

I.2.4.1 Recherche des facteurs influents

Les plans qui permettent de rechercher les facteurs influents sont les plans factoriels complets ou fractionnaires.

I.2.4.2 Modélisation

Quand les facteurs influents ont été identifiés et leur importance quantifiée, on recherche ensuite l'équation permettant de décrire les variations de la réponse étudiée en fonction de celles des facteurs influents ; cette seconde étape constitue la modélisation. Les plans factoriels suffisent parfois. Il se peut, dans d'autres cas, que l'on soit obligé de faire appel à des plans plus complexes tels que les plans composites centrés (Pharmacopée britannique., 2007).

I.2.4.3 Optimisation

L'optimisation consiste à atteindre les spécifications imposées et ce, de façon optimale, en suivant les variables qui correspondent aux paramètres opératoires du système étudié. Quand un modèle mathématique est construit pour décrire un phénomène, il peut être utilisé pour prédire les réponses dans le domaine d'étude ou pour trouver les conditions expérimentales qui conduisent à la réponse optimale (Yahiaoui et al., 2010)

I.2.5 Plan Box-Behnken à trois facteurs (BBD)

I.2.5.1 Définition du plan

En 1960, Box et Behnken ont proposé ces plans faciles à mettre en oeuvre qui permettent d'établir des modèles du second degré dans lesquelles chaque facteur prend trois niveaux (-1, 0 et +1). Le plan de Box-Behnken à trois facteurs est construit sur un cube dont les points expérimentaux sont placés au milieu, ses arrêtes avec une répartition de tous les points expérimentaux à égales distance du centre de domaine d'étude. Les plans Box-Behnken à trois facteurs contient 15 points expérimentaux, dont 12 essais sont situés au milieu de chaque arrêtes (Saraphirom et Reugsang., 2010).

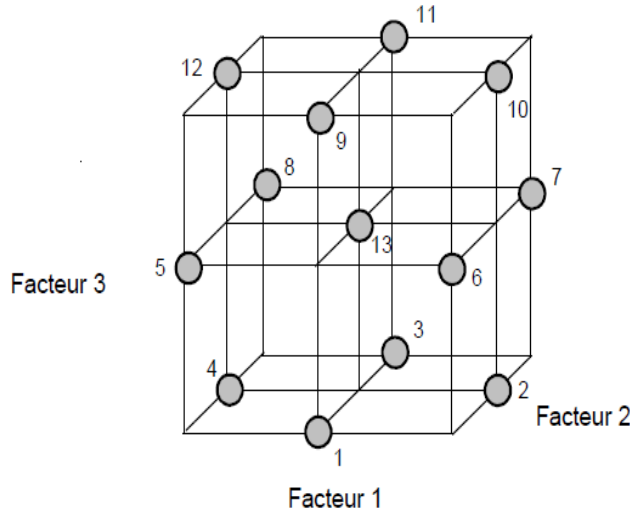


Figure 05 : Plan de Box- Behnken pour trois facteurs(Goupy.,2006)

I.2.5.2 Modèles mathématiques

Le modèle mathématique utilisé avec le plan de Box-Behnken pour trois facteurs est un modèle du second degré classique:

$$Y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \dots + \sum a_{ii} x_i^2 + e$$

Où:

Y : la réponse ou la grandeur d'intérêt mesurée au cours de l'expérimentation et obtenue avec une précision donnée ;

x_i: Le niveau attribué au facteur *i* par l'expérimentateur pour réaliser un essai, valeur connue

a₀, a_i, a_{ij}, a_{ii} : les coefficients du modèle mathématique, adoptés à priori, doivent être calculés à partir des résultats des expériences ;

e : l'erreur expérimentale calculée par le logiciel (**Goupy., 2006**).

Ce modèle comporte dix coefficients, donc au minimum dix équations pour les estimer. Le plan classique de Box-Behnken à trois facteurs comporte 13 équations indépendantes, une solution mathématique au problème les 15 points expérimentaux fournissant chacun une équation, dont dix équations servent à calculer les coefficients, et cinq pour le résidu.

L'existence des points répétés au centre du domaine d'étude servent à calculer, grâce à un logiciel, l'erreur expérimentale et le manque d'ajustement (**Goupy., 2006**).

I.3 Extraction d'huile de graine de *Moringa oleifera*

I.3.1 Extraction assisté par ultrasons

La diversité des équipements ultrasons et leurs actions offre un large éventail d'applications dans le domaine de l'agroalimentaire tels que la transformation, l'extraction et la préservation des produits alimentaires (Mason *et al.*, 2003).

Les ultrasons (US) sont des ondes mécaniques dont la fréquence est comprise entre 16 kilohertz (KHz) environ (limite de l'audibilité humaine) et quelques centaines de Mégahertz (Mhz). Comme pour toutes les ondes acoustiques, le milieu de propagation des ultrasons contient des zones soumises à des dépressions et compressions successives (Suslick *et al.*, 1999). Les vibrations dues aux ultrasons sont la source d'énergie permettant le re-largage des métabolites dans les matrices complexes. Le phénomène principal durant la sonication est la création de cavités (plus particulièrement la création et l'effondrement de ces cavités), la friction et l'accroissement des débits de diffusion (Grégory Genta-Jouve., 2007) (Figure 06).

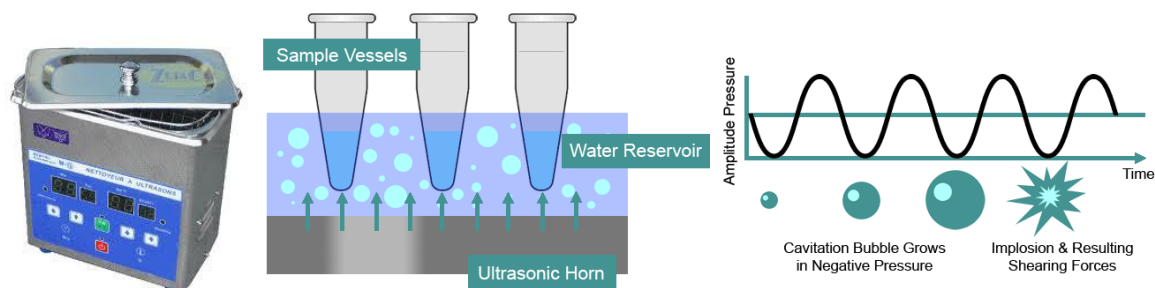


Figure 06: appareil d'ultrason et ses vibrations (Grégory Genta-Jouve2007)

I.3.2 Principe des ultrasons

Les ultrasons sont des ondes acoustiques générées par un transducteur par effet Piézoélectrique(PZT) inverse. En effet, une différence de potentiel alternative appliquée entre les deux faces d'un cristal conduit à des oscillations avec une fréquence propre au cristal. La propagation de cette onde dans un milieu liquide n'est pas continue et entraîne une succession de compressions et de dépressions autour d'une valeur moyenne (Figure07).

L'organisation du milieu réactionnel est perturbée par l'onde qui va jusqu'à provoquer la rupture de cohésion du milieu (Suslick *et al.*, 1999). Les ultrasons mettent en jeu des phénomènes dits de cavitation, correspondant à la formation de bulles de gaz dans un liquide lorsque la pression en un point de celui-ci devient inférieure à sa pression de vapeur saturante (Mason *et Lorimer.*, 1988).

Les bulles de cavitation ainsi formées sont alors soumises à l'onde ultrasonore qui provoque leur oscillation, leur croissance, leur résonance et leur implosion. Cette phase engendre, à des endroits très localisés, des températures de l'ordre de 5 000 K et des pressions d'environ 1 000 atmosphères(Atm), ce qui constitue la théorie du point chaud (**Suslick., 2001**).

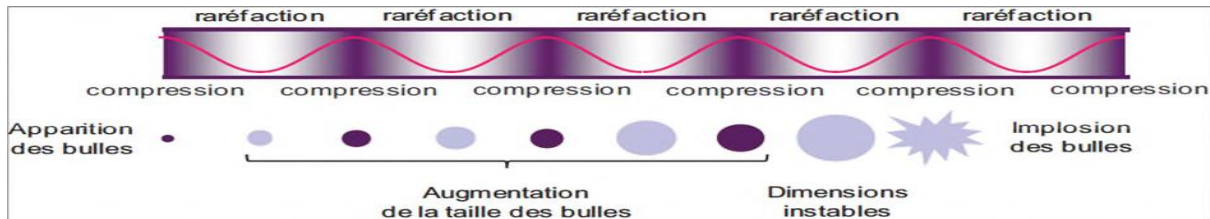


Figure07: Génération des bulles de cavitation par l'action des ultrasons. (**Mason et al.,2000**)

I.3.3 Avantages (**Muñiz-Márquez et al., 2013**)

- Technique de faible coût ;
- Fort rendement d'extraction ;
- Réduction du temps d'opération ;
- Peut-être utilisée avec différents solvants ;
- La réduction du volume de solvant utilisé.

I.3.4 Inconvénients

- L'effet des ultrasons sur le rendement et la vitesse d'extraction peut être lié à la nature de la matrice de la matière végétale (**Royer et Houde., 2010**) ;
- Cette méthode ne permet pas de renouveler le solvant pendant le processus d'extraction (**Penchev., 2010**).

Chapitre II
Matériel et méthodes

Chapitre II. Matériel et méthodes

II.1 Matériel

La partie expérimentale de ce mémoire est réalisée entièrement au niveau du laboratoire de recherche de biomathématiques, biophysique, biochimie et scientométrie «L3BS» de l'université de Bejaia, Algérie début du mois de Février jusqu'au mi-mars. Du fait de l'utilisation courante de solvants devant servir à l'extraction de l'huile, nous avons été contraints de travailler sous une hotte ventilée afin d'éviter l'inhalation des vapeurs des solvants.

II.1.1 Matériel végétal

II.1.1.1 Provenance des échantillons

Les graines de *Moringa oleifera* (**Figure08**) utilisées pour ce travail sont récoltées pendant le mois de novembre – décembre de l'année 2019 au niveau du Sahara algérien (Wilaya de Tamanrasset).



Figure 08: Photographie des graines de *Moringa oleifera* (Cliché Khelfaoui & Atmani, 2020)

II.1.1.2 Préparation des échantillons

➤ Décorticage

les graines de *Moringa oleifera* sont nettoyées débarrassées des impuretés ensuite décortiquées manuellement afin de récupérer les amandes (Figure09). Elles sont séchées à l'étuve à 40°C et à l'abri de la lumière jusqu'à stabilisation de leurs poids.

➤ Broyage

Une fois le séchage terminé, les graines décortiquées sont broyées à l'aide d'un broyeur électrique afin d'obtenir une poudre très fine (Figure10). Cette dernière est tamisée en utilisant un tamis manuel à porosité descendante (**Retsch AS200**), et les poudres ainsi obtenues, de $\Phi \leq 500 \mu\text{m}$ sont conservées à température ambiante, à l'abri de la lumière et de l'humidité dans un récipient hermétique et opaque au fur et à mesure de l'utilisation.

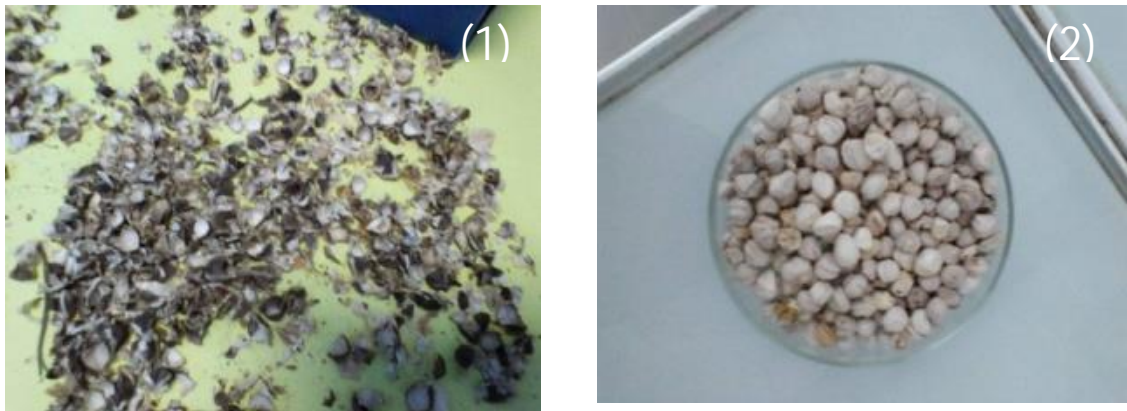


Figure 09 : Photographie montrant les graines entières (1) et les amandes (2) (Cliché Khelifaoui & Atmani, 2020)



Figure 10 : Photographie de broyeur et de la poudre des graines de *Moringa* (Cliché Khelifaoui & Atmani, 2020)

II.2 Méthodes

II.2.1 Extraction par Ultrasons

II.2.1.1-Principe

L'application des ondes ultrasonores améliore la cinétique de l'extraction par solvant de l'huile car certains auteurs ont relevé que l'effet mécanique de ces vibrations favorise le transfert de masse et ce, pour plusieurs raisons (Tritiaux et al., 1997).

- Le pouvoir des ultrasons facilite une meilleure pénétration du solvant dans les cellules ;
- Ils provoquent la destruction des parois cellulaires et par conséquent la libération de l'huile.

II.2.1.2- Mode opératoire

5 à 10 g de farine de graines de *Moringa oleifera* ont été ajoutés à des quantités entre 50 à 100 ml d'éther de pétrole-méthanol. Le mélange est soumis à l'ultrason à un niveau d'intensité correspondant à 40 w/cm², pendant un intervalle de temps qui varie entre 20 à 35 minutes (Figure10).



Figure11 : Photographie de l'appareil de l'ultrason (Cliché Khelfaoui & Atmani, 2020)

II.2.3 Optimisation

Les plans de Box-Behnken (**Box and Behnken, 1960**) répondent à un critère d'optimisation particulier : l'erreur de prévision des réponses est la même pour tous les points d'une sphère (ou une hyper sphère) centrée à l'origine du domaine expérimental. C'est le critère d'isovariance par rotation. Le plus connu des plans de Box-Behnken est celui qui permet d'étudier trois facteurs.

Le modèle expérimental est divisé en deux parties. Des essais préliminaires sont effectués selon le modèle classique d'extraction en variant un paramètre et fixant les autres (**Al-Farsi et al., 2005**). Afin de pouvoir choisir le meilleur solvant pour extraire l'huile des graines de *Moringa oleifera*, une série d'essais est réalisée avec trois solvants. L'extraction est effectuée en utilisant 1g de poudre dans 20 ml de solvant pendant 20 minutes à 30°C.

Le choix du solvant adéquat est déterminé selon le rendement en huile. En modifiant la concentration de ce solvant et en maintenant les mêmes conditions expérimentales. Nous déterminons, de la même façon, le meilleur solvant et sa concentration.

Après avoir identifié le solvant ainsi que sa concentration adéquate, nous déterminons le temps et la température optimale pour l'extraction. Une fois ces conditions fixées, nous procédons à l'optimisation.

II.2.3.1-Etude préliminaire

Une combinaison est effectuée pour déterminer le rapport optimal solide – liquide (huile de graines de *Moringa oleifera*). Elle se présente comme suit:

- Tableau VI: Variation du solvant

Ether de pétrole	Méthanol	Ether de pétrole-méthanol
30°C		
20min		

- Tableau VII : Variation de la température

20°C	25°C	30°C	35°C	40°C	45°C
20min					
Ether de pétrole –méthanol					

-Tableau IIX : Variation du temps

5min	10min	15min	20min	25min	30min	35min
30°C						
Ether de pétrole- méthanol						

II.2.3.2- Optimisation des conditions d'extraction

L'optimisation des conditions d'extraction d'huile à partir des graines de *Moringa oleifera* est réalisée selon un modèle mathématique polynomial, qui est le box-behenken.

Trois facteurs (X1, X2, X3) à 3 niveaux (-1 ,0 et +1) sont appliqué pour optimiser l'extraction de l'huile des graines de *Moringa oleifera* qui sont utiliser dans le tableau numéro VIII.

- Tableau IX: Niveaux des variables choisies pour les essais :

Variables	(-1)	(0)	(+1)
Quantité de solvant (ml)	25	50	100
Temps (min)	5	20	35
Température (°C)	20	35	45

l'erreur type Le plan Box - Behnken comprend 15 essais dont l'essai centré (0, 0, 0) est répété trois fois pour vérifier et la reproductibilité du procédé d'extraction.

II.2.3.3 Etude statistique

Les logiciels de plans d'expériences sont devenus des outils absolument indispensables pour la construction de plans complexes et l'interprétation approfondie des résultats du plan.

Les résultats des essais préliminaires et les résultats expérimentaux du plan d'expérience de Box–Behnken de notre étude ont été analysés par le logiciel JMP version 2007 qui est un logiciel de statistiques dans lequel une partie est consacrée aux plans d'expérience

- **Tableau X:** Optimisation des conditions d'extraction par le plan d'expérience Box-Behnken

Quantité de solvant (ml)	Temps (min)	Température (°C)
75	20	25
100	15	25
75	15	30
75	20	35
75	10	35
50	10	30
100	15	35
100	20	30
75	10	25
50	15	35
50	20	30
50	15	25
100	10	30
75	15	30
75	15	30



Chapitre III
Résultats et
discussion

Chapitre III : Résultats et discussions

Dans ce qui suit, nous présenterons les résultats obtenus sous forme de graphiques afin de mieux apprécier la variabilité du rendement d'extraction selon les méthodes d'extraction utilisées. Un test de comparaison des moyennes (test de Tukey) est appliqué aux différents résultats. Sur chacun des graphiques, il y a de lire : La barre verticale représente l'écart-type ; La valeur représente la moyenne de 3 mesures \pm écart type ; Les différentes lettres a, b sont significativement différentes (Tukey, $p < 0.05$) pour les différentes variétés ; Les résultats sont classés en ordre descendant : $a > b$.

I. Optimisation et conditions d'extraction d'huile de *Moringa oleifera*

I.1. Essais préliminaires

I.1.1. Choix du solvant

La sélection du solvant d'extraction est une étape fondamentale dans l'optimisation des conditions d'extraction solide-liquide. Afin d'extraire l'huile, trois types de solvant sont utilisés, à savoir : l'éther de pétrole, le méthanol et l'éther de pétrole-méthanol.

Chaque extraction est effectuée à une température ambiante avec un temps d'agitation égale à 30 min. Le rendement obtenu par la méthode d'extraction par ultrason est indiqué dans la **figure 12**.

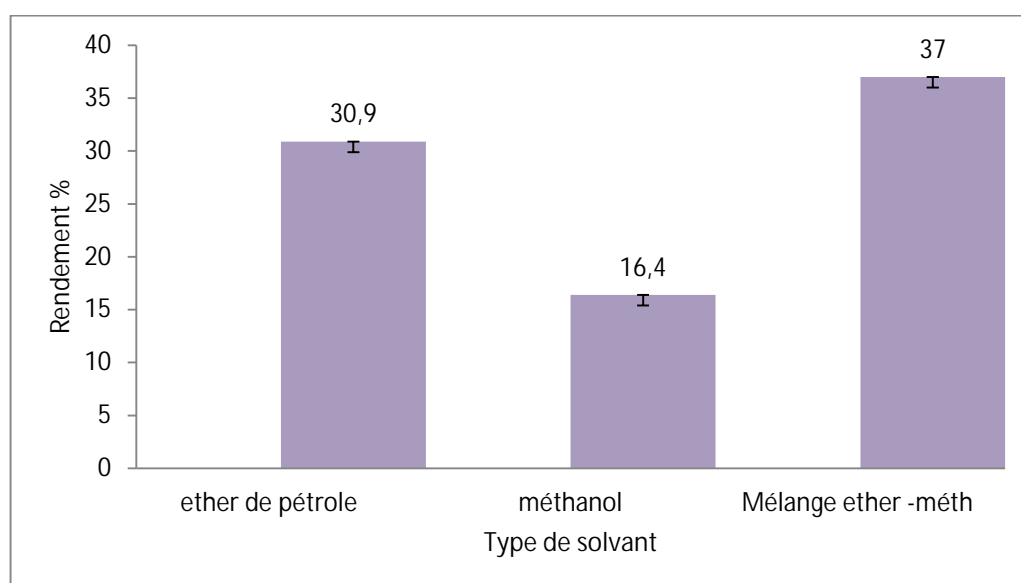


Figure 12 : effet de solvant sur le rendement en huile

Le choix du solvant d'extraction est primordial. Il joue un rôle déterminant sur la quantité ainsi que la qualité de l'huile extraite.

D'après les résultats représentés dans la **figure 12**, l'extraction par l'éther de pétrole-méthanol donne un meilleur rendement avec un pourcentage de 37% suivie de l'éther de pétrole avec un rendement de 30.9% et enfin le méthanol avec 16.4%.

Les résultats de l'étude statistique, ont démontré que l'éther-méthanol est le meilleur solvant d'extraction de l'huile.

A la lumière de ces résultats, nous notons que le rendement obtenu par la méthode ultrason est relativement important comparé en se référant aux travaux de **Louni (2009)** qui a obtenu un rendement de 30.8 %. Les ondes sonores ultrasoniques provoquent la destruction des parois cellulaires. Ce qui facilite une meilleure pénétration du solvant dans les cellules et par conséquent la libération de l'huile.

I-2 Effet de la quantité du solvant

Selon les résultats de l'étude statistique représentés dans la **figure 13**, la variation de la concentration du solvant d'extraction influence le rendement en huile extraite. La quantité de solvant donnant le meilleur rendement est de 50 à 100 ml avec un pourcentage de 37% suivi des quantités de 25 ml et 75 ml qui représentent un pourcentage de 36.8 % et 36%, respectivement.

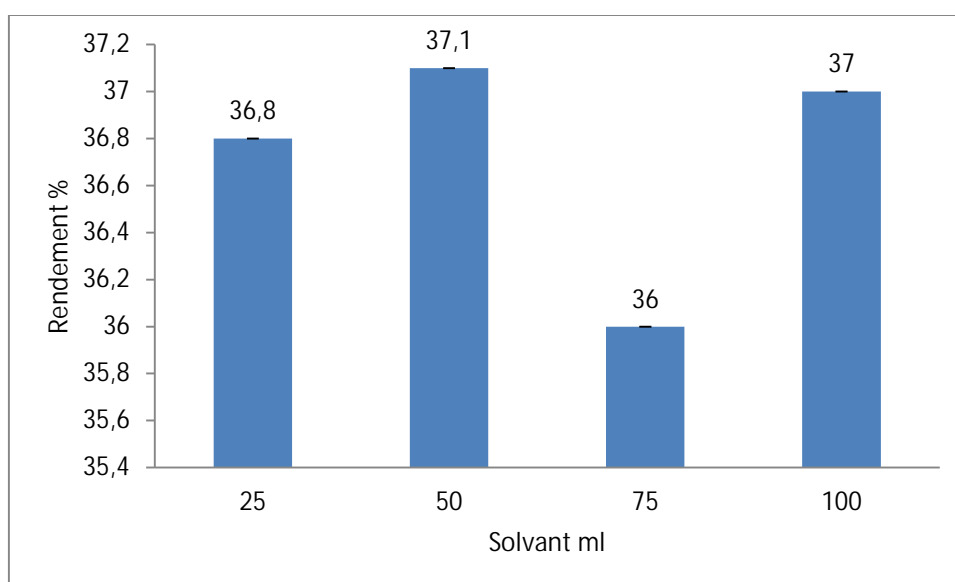


Figure 13 : Effet de la concentration du solvant sur le rendement en huile

I-3 Effet de température

La sélection de la température d'extraction est l'une des étapes des essais préliminaires. Selon les résultats de l'étude statistique présentée dans **la figure 14**, Il apparaît que le rendement de 37%, obtenu avec des températures de 20°C et 30°C, est le plus élevé, suivi de la valeur de 36,66 % obtenue à une température de 25°C et enfin les valeurs obtenues aux températures de 35°C et 40°C qui sont de 28% et 25,7 %, respectivement.

La diminution de rendement en huile en augmentant la température est expliquée par l'oxydation de cette dernière. L'exposition de l'huile à des chaleurs élevées déstabilise les doubles liaisons C = C des acides gras et peut amorcer la réaction d'oxydation.

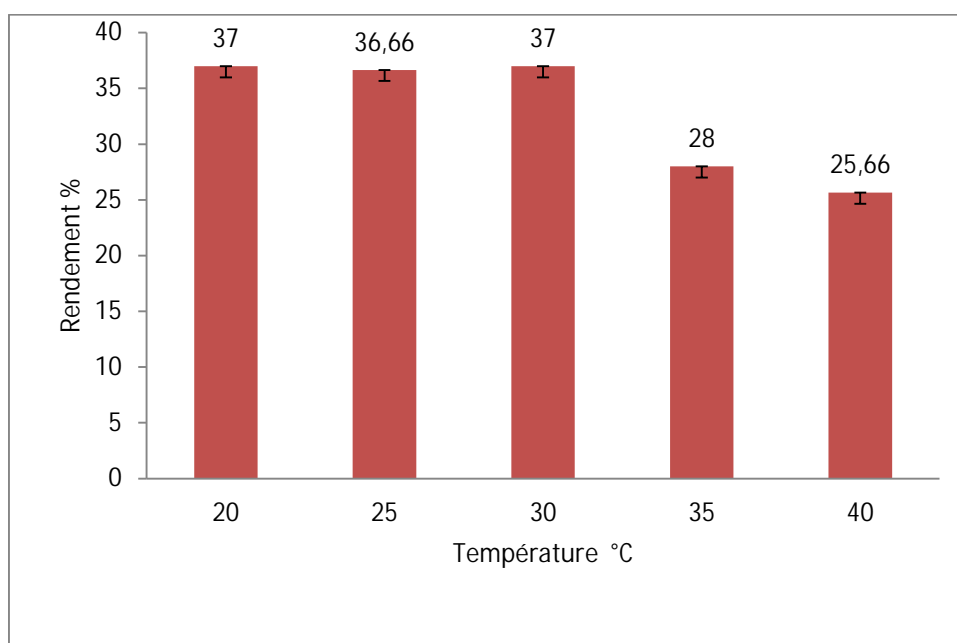


Figure 14 : Effet de la température sur le rendement en huile

I-3 Effet du temps

Le temps d'extraction est un autre paramètre entrant dans la procédure d'extraction. Il correspond au temps pendant lequel le solvant et le matériel végétal sont mis en contact. Ce dernier peut influencer la libération progressive du soluté (huile) à partir de la matrice végétale vers le solvant donc influencer l'efficacité de l'extraction.

Les résultats de l'étude statistiques (**Fig 15**) nous révèlent que le meilleur rendement de 39% est obtenu à $t = 15$ min suivi de celui obtenu à $t = 10$ min qui est de 38% après vient le rendement à $t = 5$ min et $t = 25$ min qui est 37%. Nous remarquons qu'au-delà de 25 min le rendement devient très faible et cela est confirmé par les résultats des rendements de 11% et 10% obtenues à $t = 30$ min et à $t = 35$ min, respectivement.

Les faibles teneurs en huiles obtenue en augmentant la durée d'extraction est due au phénomène d'oxydation qui est dans ce cas une auto-oxydation de cette huile. La longue durée d'extraction augmente le risque de contact de l'oxygène présent dans l'air et l'huile qui conduit à la déstabilisation des doubles liaisons des acides gras qui conduit à la formation des radicaux libres donc dénaturation de la structure de l'huile qui s'exprime par un faible rendement.

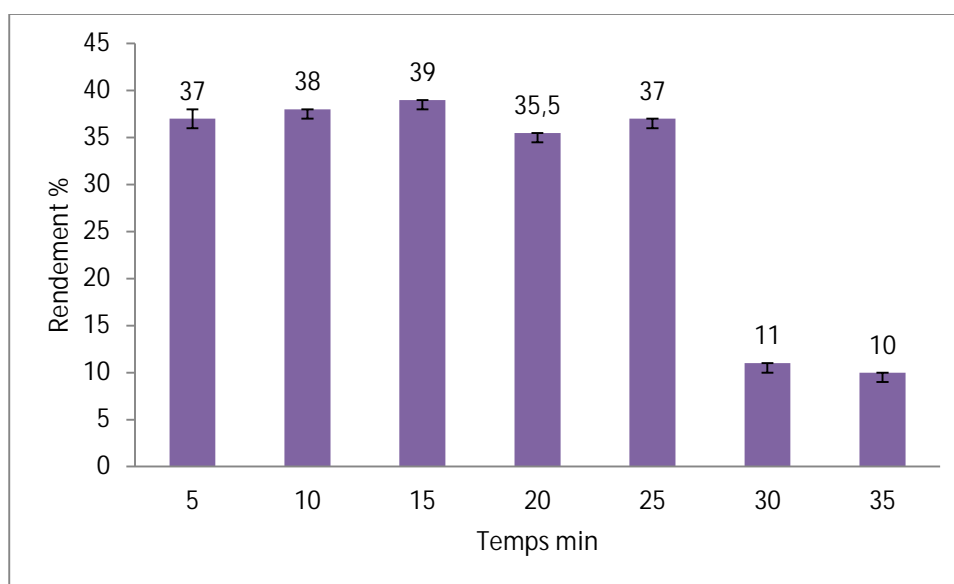


Figure 15 : Effet du temps sur le rendement en huile

III-Optimisation par la méthodologie de surface de réponse

L'optimisation des facteurs d'extraction de l'huile à partir des graines de *Moringa oleifera* est réalisée en utilisant le plan de surface de réponse (RMS) à 3 niveau (-1, 0 et 1) pour chaque facteur choisis X_1 , X_2 et X_3 mis en place. Les facteurs choisis dans ce travail sont présentés comme suit :

- Le temps 10, 15 et 20 min représenté par X_1 .
- La température 25, 30 et 35 °C représentée par X_2 .
- Concentration du solvant 50, 75 et 100 ml représentée par X_3 .

Les résultats obtenus par le **Box-Behenkn** (Tab. X) nous révèlent la variation de la quantité d'huile extraite variant entre 23% et 38%. Ce qui confirme l'influence des 3 facteurs, la température, le temps et la concentration de solvant sur le rendement en huile extraite.

III-1 validation du modèle

Les plans d'expériences utilisés pour évaluer le design expérimental sont basés sur le modèle mathématique qui est nécessaire pour relier la réponse de la variable aléatoire en fonction des facteurs qui l'influencent dans le but d'avoir une bonne réponse. Pour cela plusieurs conditions doivent être vérifiées. Dans notre étude les conditions sont :

- Température ;
- Temps ;
- Solvant

Tableau X : Optimisation des facteurs d'extraction par le plan Box-Behenken

Essaie	Configuration	Temps	Température	Solvant	Valeurs réelles de rendement	Valeurs prédites
		X ₁	X ₂	X ₃		
1	+ 0 +	20	30	100	36	35.38
2	- - 0	10	25	75	26	27.88
3	+ 0 -	20	30	50	23	24.13
4	0 + -	15	35	50	33	33.75
5	0 - -	15	25	50	34	31.50
6	+ + 0	20	35	75	26	24.13
7	+ - 0	20	25	75	34	35.38
8	- + 0	10	35	75	43	41.63
9	0 0 0	15	30	75	37	38.67
10	0 0 0	15	30	75	38	38.67
11	- 0 -	10	30	50	36	36.63
12	0 - +	15	25	100	37	36.25
13	- 0 +	10	30	100	34	32.88
14	0 0 0	15	30	75	41	38.67
15	0++	15	35	100	34	36.50

III-2 Coefficient de détermination R²

L'efficacité d'ajustement globale est exprimée par le coefficient de détermination R² (Goupy, 2006 ; Tinsson, 2010). Le R² du modèle de notre étude est égale à 0,91. Ce qui indique que 9% seulement des variations ne sont pas expliqué par ce dernier.

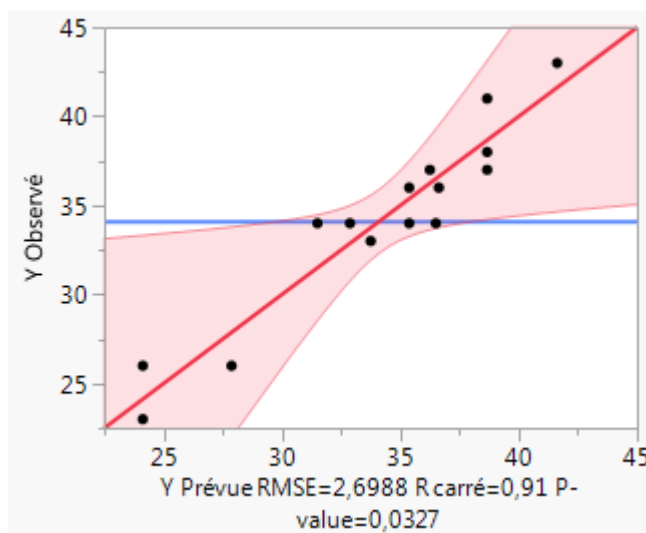


Figure 17 : Plan de prédiction d'extraction de l'huile

L'analyse de la variance de la régression montre que le modèle est très significatif $P = 0.0327 < 0.05$. Ce qui confirme que le modèle est satisfaisant (**Fig. 17**).

III-3 Effet des facteurs

L'analyse de la variance des résultats de la régression des coefficients consiste à analyser l'impact des variables X_1 , X_2 et X_3 à $p < 0.05$, et ce, dans le but de déterminer la signification de chaque coefficient et de révéler l'intensité de l'interaction entre les paramètres.

Les P-value sont utilisés comme un moyen pour vérifier la signification de chaque coefficient ce qui indique aussi l'intensité de l'interaction de chaque paramètre. Les plus petites P-value présentent la plus grande signification du facteur correspondant (**Liu et al., 2010**). Les résultats obtenus sont représentés dans le **tableau XI**.

Tableau XI : Coefficients de régression estimés du modèle polynomial de second degré

Terme	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
Constante	38.666667	1.558133	24.82	0.001*
Linéaire				
X_1	-2.5	0.954158	-2.62	0.0471*
X_2	0.625	0.954158	0.66	0.5414
X_3	1.875	0.954158	1.97	0.1066
Quadratique				
$(X_1)^2$	-6.25	1.349383	-4.63	0.0057*
$(X_2)^2$	3.75	1.349383	2.78	0.0389*
$(X_3)^2$	-0.5	1.349383	-0.37	0.7262
Interaction				
X_1X_2	-4.333333	1.404482	-3.09	0.0273*
X_1X_3	-2.083333	1.404482	-1.48	0.1981
X_2X_3	-2.083333	1.404482	-1.48	0.1981

III-3-1 Effet linéaire

Les résultats de la présente étude montrent que le facteur qui possède une influence hautement significative sur l'extraction de l'huile est le temps (X_1) avec une probabilité $p=0.0471$ et un coefficient négatif de l'ordre de (-2.5).

Cependant l'impact est non significatif pour les deux autres facteurs, à savoir la température et la quantité de solvant. La non-signifiante des deux paramètres d'extraction pourrait être attribuée au choix effectué dans les études préliminaires.

III-3-2 Effet quadratique

Les résultats de la présente étude (Tab. XI) indiquent que l'effet quadratique X (temps-temps) et (température-température) est hautement significatif sur la teneur en huile extraite, contrairement au (solvant-solvant). Ces résultats montrent l'importance du temps et de la température par rapport à la concentration de solvant.

III-4 Effet d'interaction

Les résultats du tableau XI nous renseignent que l'interaction X_1X_2 (temps et température) est significative avec une probabilité $P=0.0273$, contrairement aux autres interactions qui sont non significatives, tel que l'interaction X_1X_3 (temps concentration de solvant) et X_2X_3 (température concentration de solvant) avec des probabilités $p=0.1981$ pour les 2 interactions.

Les surfaces de ces interactions sont présentées dans les figures 18, 19 et 20.

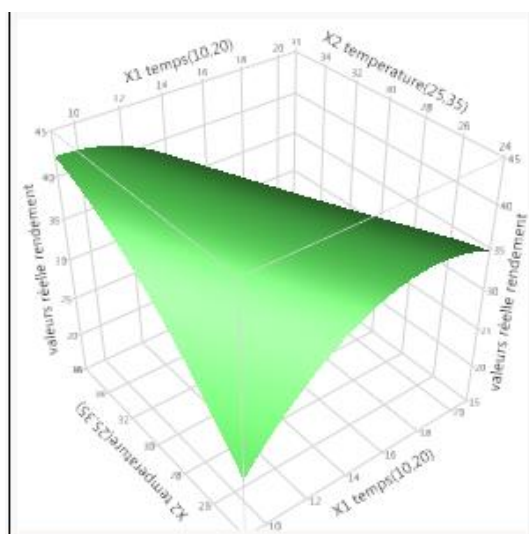


Figure 18 : Surface de réponse pour l'interaction temps-température

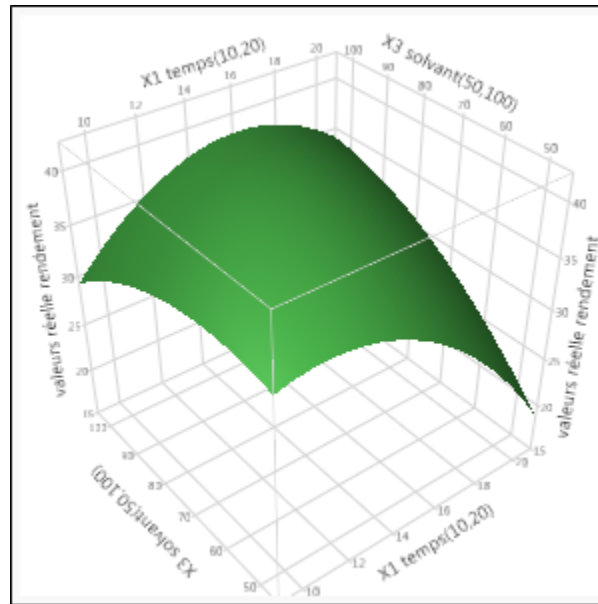


Figure 19 : Surface de réponse pour l'interaction concentration de solvant – temps.

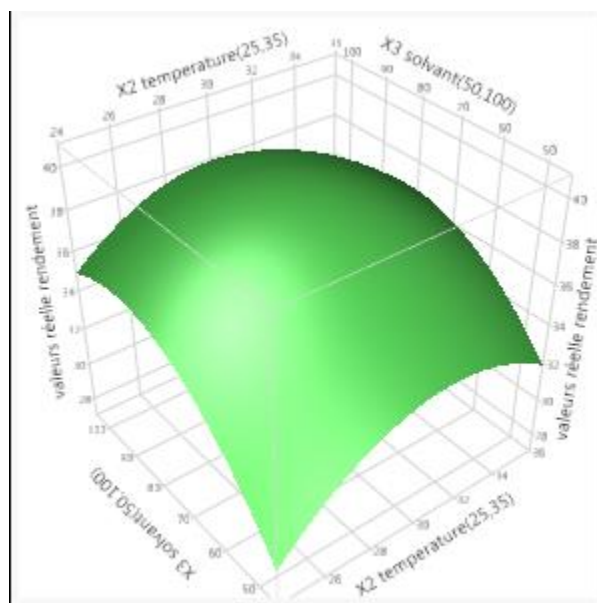


Figure 20 : Surface de réponse pour l'interaction température – concentration de solvant.

III-5 Modèle mathématique

D'après les résultats obtenus, les valeurs des constantes des coefficients linéaires, des coefficients des interactions et des coefficients quadratiques des différents facteurs sont connues.

Cependant ces valeurs seront attribuées dans la fonction de réponse Y (extraction de l'huile), avec l'élimination des paramètres non significatifs **Tinsson (2010)**. Le modèle mathématique polynomiale de second degré du plan Box-Behenken est présenté par la relation suivante :

$$Y = 38.666667 + (-2.5)X_1 + (0.625)X_2 + (-4.33333)X_1X_2 + (6.25X_1)^2$$

Conclusion

Cette étude montre qu'un modèle polynomial d'ordre deux peut modéliser correctement le phénomène étudié. Il apparaît que les conditions optimales, c'est-à-dire celles conduisant à une maximisation de l'extraction de l'huile de *Moringa oleifera* sont obtenues au sein du domaine expérimental.

Tableau XII : Les conditions optimales de l'extraction de l'huile de *Moringa oleifera*

Variable	Valeur critique
Température	16.30
Temps	28.37
Solvant	93.07
Rendement	41.63%

Conclusion et
perspectives

Conclusion générale

Conclusion et perspectives

Ce travail a pour objectif d'extraire de l'huile des graines de *Moringa oleifera* assisté par les ultrasons, tout en optimisant les conditions d'extraction afin d'élaborer un procédé d'extraction simple, rapide et efficace pouvant être employé à des fins analytiques et industrielles.

Un plan *Box-Behenkn* a été mis en place pour étudier l'effet de trois variables indépendantes, à savoir : la concentration de solvant, la température et le temps, sur l'extraction de l'huile des graines de *Moringa oleifera* afin de définir un modèle mathématique permettant l'optimisation des conditions d'extraction. Une étude préliminaire a permis de définir les niveaux hauts et bas pour chaque facteur. Cette approche a permis de tirer les conclusions suivantes:

- ✓ le meilleur solvant pour l'extraction est le mélange éther de pétrole – méthanol qui donne un rendement en huile de 37% ;
- ✓ la concentration de solvant adéquate est de 50 à 100 ml ;
- ✓ le temps nécessaire est de 10 à 20 minutes ;
- ✓ la température est de 25 à 35 °C.

L'optimisation pour l'extraction de l'huile à partir des graines de *Moringa oleifera*, testée grâce à une analyse statistique de l'ensemble des résultats obtenus avec la matrice de *Box-Behenkn*, a permis de sélectionner, parmi les facteurs testés, deux facteurs à effet significatif sur l'extraction de l'huile qui sont le temps d'extraction et la température du milieu d'extraction.

L'utilisation du plan *Box-Behenkn* pour optimiser l'extraction de l'huile a révélé que les conditions optimales sont : une température de 16.30°C, un temps de 28.37min et une concentration en solvant de 93.07ml. Ces conditions nous ont permis d'obtenir un rendement d'extraction de 41.63%.

En termes de perspectives et dans le but de compléter ce travail, il serait intéressant de faire :

- Une optimisation avec d'autres paramètres influençant le taux d'extraction tel que la granulométrie des particules ;
- Une caractérisation qualitative et quantitative de cette huile ;
- Une étude sur la contribution de l'huile de *Moringa oleifera* dans la formulation de mélanges d'huiles alimentaires dans le but d'enrichir le profil nutritionnelle de ces huiles.

Références
bibliographiques

Références bibliographiques

Références bibliographiques

A

Abd-Rabou, A.; Zoheir, K. M. A.; Kishta, M. S.; Shalby, A. B. et Ezzo. M. I. (2016):

Nano-Micelle of Moringa oleifera Seed Oil Triggers Mitochondrial Cancer Cell Apoptosis. Asian Pacific Journal of Cancer Prevention, V17 (11), pp 4929-4933 Egypt. DOI: 10.22034/APJCP.

Abdulkarim, S.M.; Long, K.; Lai, O.M.; Muhammed, S.K.S. et Ghazali, H.M. (2005).

Some physico-chemical properties of Moringa oleifera seed oil extracted using solvent and aqueous enzymatic methods. Food chemistry. 93: 253-263.

Abiodun, O.A.; Adegbite, J.A et Omolola, A.O. (2012). Chemical and Physicochemical

Properties of Moringa Flours and Oil. Global Journal of Science Frontier Research Biological Sciences, pp 12-18, V 12, N 5 Version 1.0. ISSN: 0975-5896.

Aho, I. M et Lagasi, J.E, (2012). A new water treatment system using Moringa oleifera

seed, American journal of scientific and industrial research, V3, N 6 pp 487-492, Nigeria. Doi: 10.5251/ajsir., ISSN: 2153-649X.

Al-Farsi, M.; Alasalvar, C.; Morris, A.; Baron, M. et Shahidi, F. (2005). Comparison of

antioxidant activity, anthocyanins, carotenoids, and phenolic compounds in three native fresh and sundried date (*Phoenix dactylifera* L.) varieties grown in Oman. Journal of Agricultural and Food Chemistry. 53: 7592-7599.

Agroconsult, (2016): Analyse des Potentialités de l'Exploitation du Moringa en Haïti,

ministère de l'agriculture, des ressources naturelles et du développement rural (marndr). p 211, Haïti.

Anwar, F. et Bhangar, M .I. (2003). Analytical Characterization of Moringa oleifera Seed

Oil Grown in Temperate Regions of Pakistan. J. Agric. Food Chem., Vol 51, No .22, pp .6558-6563.

Références bibliographiques

Atakpama, W. ; Kponor, E.G.E. ; Kanda, M. ; Dourma, M. ; Nare, M. ; Batawila K., et Akpagana, K. (2014). Moringa oleifera Lamarck (Moringaceae): une ressource phytogénétique à usage multiple. Rev Cames, Sciences de la vie, de la terre et agronomie 2(1) : 6-14

B

Beltrán-Heredia, J., and Sánchez-Martín, J. (2009). «Removal of sodium lauryl sulphate by coagulation/flocculation with Moringa oleifera seed extract. »; Journal of hazardous materials 164(2-3): 713-719.

Bhuptawat, H., G. Folkard, et al. (2007). «Innovative physico-chemical treatment of wastewater incorporating Moringa oleifera seed coagulant. »; Journal of hazardous materials 142 (1-2): 477-482

Box, G.E.P. and Behnken, D.W. (1960). «Some new three level designs for the study of quantitative variables». Technometrics, vol. 2, 1960, 455 - 475.

Boyeldieu, J. (1991). « Produire des graines oléagineux et protéagineux », Tec & doc. Paris, 239 pages

C

Chukwuebuka, E. (2015): Moringa oleifera “The Mother’s Best Friend”. International Journal of Nutrition and Food Sciences. Vol. 4, N°. 6, pp. 624-630.

Corbett, P. (2003). It is time for an oil change Opportunities for high –oleic vegetables oils, Inform.2003, n. 14. pp. 480-481.

D

Delpha, ISIS. (2011). Moringa (moringa oleifera lam): current uses and pharmacological interest.

Dhakar, R. C, Maurya, S. D.; Pooniya, B. K.; Bairwa, N. et Gupta, M. (2011): Moringa: The herbal gold to combat malnutrition. Chronicles of Young Scientists, 2(3), 119. 20, DOI:10.4103/2229-5186.90887.

Références bibliographiques

E

Elgamily, H.; Moussa, A.; Elboraey, A.; EL-Sayed, H.; Al-Moghazy, M. Abdalla, A. (2016): Microbiological assessment of Moringa oleifera extracts and its incorporation in novel dental remedies against some oral pathogens. Open Access Maced J Med Sci. 4(4):585-590. Egypt.

F

Faucher, J. (2006). Les plans d'expériences pour le réglage de commandes à base de logique floue. Thèse de Doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse. 198p

Foidl, N., Makkar, H. P. S., & Becker, K. (2001). The potential of Moringa oleifera for agricultural and industrial uses. The Miracle Tree: The Multiple Attributes of Moringa, 45-76.

Foidl, N., Makkar, H., & Becker, K. (2001). Potentiel de Moringa oleifera en agriculture et dans l'industrie. Potentiel de développement des produits de Moringa. Dar es-Salaam, Tanzanie, du 29 octobre au 2 Novembre 2001.

Fuglie Lowell, J. (2002). L'arbre de la vie: les multiples attributs du moringa. Dakar, Sénégal. CTA; New York: Church World Service. 177 p.

Fuglie, L., (2001). Le Moringa : une arme dans la lutte contre la malnutrition. Church World Service, Bureau Régional de l'Afrique de l'Ouest. Disponible sur <http://www.moringanews.org>.

J

Jaja-Chimedza, A. Graf, B.L. ; Simmler, C. ; Kim, Y.; Kuhn, P. ; Pauli, G.F. et al., (2017). Biochemical characterization and anti-inflammatory properties of an isothiocyanate-enriched Moringa (Moringa oleifera) seed extract. USA, PLOS ONE 12(8): e0182658.

James. A et Zikankuba, V. (2017): Moringa oleifera a potential tree for nutrition security in sub-Saharan Africa. American Journal of Research Communication, 5(4): 1-14

Références bibliographiques

ISSN: 2325-4076.45. Journal officiel

Jandacek, R. J.; Hollenbach, E.J.; Kuehlthau, C.M. et Steimle, A.R. (1993). Effects of dietary behenate and a caprenin-like fat on lipids in the hamster. The Journal of Nutritional Biochemistry, Volume 4, Issue 4, pp. 243-249

H

Haldar, R., Kosankar. S. (2017). Moringa oleifera: The Miracle Tree. International Journal of Advance Research, Ideas and Innovations in Technology, V 3, I 6, pp.966-972.

Hédji, C. C.; Kpoguè Gangbazo, D.N.S.; Houinato, M. R. et Fiogbé, E. D. (2014). Valorisation de Azolla spp, Moringa oleifera, son de riz et de coproduits de volaille et de poisson en alimentation animale, Journal of Applied Biosciences 81:7277 – 7289, pp.7277-7289, Benin, ISSN 1997–5902

I

Ijarotimi, O.S; Adeoti, O.A et Ariyo, O. (2013). Comparative study on nutrient composition, phytochemical, and functional characteristics of raw, germinated, and fermented Moringa oleifera seed flour. Food Science & Nutrition vol.1.No (6), pp. 452–463; doi: 10.1002/fsn3.70.

Irénée modeste bidina (2016). Production et transformation du Moringa. Page 04

G

GGnangle, P.C. ; Glele kakai, R. ; Oumorou, M. ; N'djolosse, K. ; Bonou, W. ; Sokpon, N. (2010), Tests de croissance de jeunes plants de Néré (Parkia biglobosa, Jack, R.Br.) en pépinière, Int. J. Biol. Chem. Sci. 4 (6) : 1939-1952.

GOUPY, J. (1992). "Plans d'expériences". Techniques de l'ingénieur. Traité Analyse Chimique et Caractérisation, P230, p. 1-20.

Goupy, J. et Creighton, L. (2006). Introduction au plan d'expérience. Dunod. Paris. 336.

Grégory, G. J. (2007). Methods. J. Biochem. Biophys. 70.

Références bibliographiques

K

- Kabata-Pendias, A. et Pendias, H. (2001).** "Trace elements in soils and plants."
CRC Press, Boca Raton, Florida, 2nd Edition, 209 p.
- Kafuku, G., Lam, M.K.; Kandedo, J.; Lee, K.T. et Mbarawa, M. (2010).** Heterogeneous catalyzed biodiesel production from Moringa oleifera oil. Fuel Processing Technology. 91: 1525–1529.
- Katre, U.V.; Suresh, C.G.; Khan, M.I. et Gaikwad, S.M. (2008).** Structure–activity relationship of a hemagglutinin from Moringa oleifera seeds. International Journal of Biological Macromolecules, 2008, Volume 42, Issue 2, pp. 203-207.
- Koul, B. et Chase, N. (2015).** Moringa oleifera Lam: Panacea to several maladies, Departement de Biotechnologie et Biosciences, Lovely Professional University (LPU), J. Chem. Pharm. Res, 7(6):687-707, India, ISSN : 0975-7384.
- Kokou, K., T. Joët, et al. (2001).** " Recherches sur la culture de Moringa oleifera Lam. au Togo. " Cahiers Agricultures 10(2): 131-133.

L

- Lalas, S. et Tsaknis, J. (2002).** Characterization of Moringa oleifera seed oil variety "Periyakulam 1". Journal of food composition and analysis. 15:65-77.
- Laleye, O. A. F., Ahissou, H. ; Olounlade, A.P. ; Azando, E. V. B. et laleye, A. (2015).** Etude bibliographique de trois plantes antidiabétiques de la flore béninoise : Khayasengalensis (Desr) A.Juss (Meliaceae), Momordicacharantia Linn (cucurbitaceae) et Moringa oleifera Lam (Moringaceae). International journal of Biological and chemical sciences, 9(5) :2682-2700.
- Leone, A.; Spada, A.; Battezzati, A.; Schiraldi, A.; Aristil, J. et Bertoli, S. (2016):** Moringa oleifera Seeds and Oil: Characteristics and Uses for Human Health: An overview. Int. J. Mol. Sci, 17, 2141. édition Maurizio Battino université de milan, Italie.

Références bibliographiques

Lim, T.K. (2012). Edible medicinal and non medicinal plants. Fruit. Volume 3. Springer
Dordrecht Heidelberg London New York. 885

Louni, S. (2009). Extraction et caractérisation physicochimique de l'huile de graines de
Moringa oleifera. Mémoire de Magister, Ecole Nationale Supérieure
Agronomique El-Harrach, Algérie 13, 14p.

M

Mason, T.J. ; Lorimer, J.P. (1988). Sonochemistry: theory, applications and uses of
ultrasound in chemistry, Chichester, UK: Ellis Horwood,.

Mason, T. J.; Paniwnyk, L.; and Chemat, F. (2003). Ultrasound as a preservation
technology. Food preservation techniques, 303-337.

Millogo, K. ; Guissou, IP.; Nacoulma, O. ; Traore, AS. (2008). Comparative Study of leaf
and stem bark extracts of Parkia Biglobosa against enterobacteria. Afr J Tradit
Complement Altern Med.: 238–243.

**Mofijur, M., Masjuki, H.; Kalam, M.A.; Atabani, A.E.; Shahabuddin, M.; Palash, S.M.
et Hazrat, M.A (2013).** Effect of biodiesel from various feedstocks on
combustion.

Morin, B- C. (2008). La phytothérapie à l'origine de la médecine. La Phytothérapie pour les
animaux. Tomaison. Editions Le Manuscrit Lieu d'édition, p.11.

**Muñiz-Márquez, D. B.; Martínez-Ávila, G. C.; Wong-Paz, J. E.; Belmares-Cerda, R.;
Rodríguez-Herrera, R. & Aguilar, C. N. (2013).** Ultrasound-assisted
Extraction of phenolic compounds from Laurus nobilis L. and their antioxidant
activity. Ultrasonics sonochemistry, 20(5), 1149-1154.

N

Nadeem, M.; Azeem, M. W. et Rahman, R. (2014): Assessment of transesterified palm
olein and Moringa oleifera oil blends as vanaspati substitutes, J. Food .Sci
.Technol. 52(4):2408–2414 Association of Food Scientists and Technologists,

Références bibliographiques

India. DOI. 10.1007/s13197-014-1271-4.

P

PamoTendonkeng, E.T., Boukila, B., Tendonkeng, F., Kana, J.R., Tonfack, L.B. et

Momo, M.C.S., (2002), Influence de la fumure organique, du NPK et du mélange des deux fertilisants sur la croissance de *Moringa oleifera* Lam, dans l'Ouest du Cameroun, 1-3.

Pharmacopée britannique, (2007). Version électronique (CD-ROM).

Penchev, P. I. (2010). Étude des procédés d'extraction et de purification de produit pressions.

Poirier, J., (1993). Analyse de la variance et de la régression. Plans d'expérience: Ed. Techniques de l'Ingénieur.

Poumayea, N.; Mabingua, J.; Iutgend, P. et Biganc, M. (2012). Contribution to the clarification of surface water from the *Moringa oleifera*: case M'Poka River to Bangui, central African REPUBLIC. Chemical engineering research and design.90: 2346-2352.

R

Rajangam, J.; Azahakia, M. R. S.; Thangaraj, T.; Vijayakumar, A. et Muthukrishnan, N. (2001). Production et utilisation du *Moringa* en Inde: la situation actuelle, 9p.

Ramachandran, C.; Peter, K.V. et Gopalakrishnan, P.K., (1980). Drumstick (*Moringa oleifera*): a multipurpose Indian vegetable. Economic Botany. 34(3) 276-283.

Rashid U.; Anwar, F.; Moser, B. R. et Knothe, G. (2008). *Moringa oleifera* oil: A possible source of biodiesel. Bioresource Technology, 8175-8179.

Roloff, A., Weisgerber H., Lang U. et Stimm B. (2009). *Moringa oleifera* Lam 1785. Enzyklopädie der Holzgewächse, Handbuch und Atlas der Dendrologie.

Rongead, (2014). Moringa oleifera. P3.

Royer, M., R. Houde, et al. (2010). "Volet 1: Les extractibles forestiers québécois. " Étude sur le potentiel de développement lié aux

Références bibliographiques

extractibles forestiers-État des connaissances et revue des marchés. Québec
Wood Export Bureau.

S

- Saint Sauveur, A. D. & Broin, M. (2010).** Produire et transformer les feuilles de moringa. Saraphirom, P. et Reungsang A. (2010). Optimization of biohydrogen production from sweet sorghum syrup using statistical methods. International journal of hydrogen energy. 35: 13435-13444.
- Silvana, R., C. M.; Queiroz-Junior, et al. (2013).** " the effect of CCL3 and CCR1 In bone remodeling induced by mechanical loading during orthodontic tooth movement in mice. " Bone 52(1): 259-267
- Suslick, K.S.; Didenko, Y.; Fang, M.M.; Hyeon, T.; Kolbeck, K.J.; McNamara, W.B.; Mdlleleni, M.M. et Wong M., (1999).** Acoustic cavitation and its chemical consequences, Phil. Trans. Roy. Soc. A., 357, 335-353.
- Suslick, K.S.,** Sonochemistry and Sonoluminescence, In Meyers R.A. Encyclopedia of Physical Science and Technology, 3rd Edition Academic Press, 2001, 17, 363-376.

T

- Tsaknis, J. ; Lalas, S. ; Gergis, V. ; Dourtoglou, V. et Spilitois, V. (1999).** Characterization of Moringa oleifera variety Mbololo seed oil of Kenya. J. Agric. Food Chem. 4495-4499.
- Tsaknis, J. et Lalas, S. (2002).** Stability during Frying of Moringa oleifera Seed Oil Variety ‘Periyakulam 1’. Journal of Food Composition and Analysis, , Volume 15, Issue1, pp. 79-101.
- Tinsson, W. (2010).** Plans d’expérience: constructions et analyses statistiques, Mathématiques et Applications 67, DOI. 10.1007/978-3-642-11472-41c Springer-Verlag Berlin Heidelberg.532p.

Références bibliographiques

Tiritiaux, A. et Gibon Véronique, G. (1997). La désodorisation...à la carte, O.C.L, vo 4, n°1, Janvier/Février, pp.45-50.

V

Vivien, S. (2002). Stratégie d'optimisation par la méthode des plans d'expériences et application aux dispositifs électrochimiques modélisés par éléments finis. (Thèse) Université des sciences et technologie de Lille-Ecole centrale de Lille France.p309

W

Warner, J.; Badoud, R. et loliger, J. (2010). Science et thechnologie des aliments. Ed. Alian Etournaud, p 412.

Y

Yahiaoui, I. ; Aissani-Benissad, F. et Ait-Amar, H. (2010). Optimization of silver cementation yield in fixed bed reactor using factorial design and central composite design. Can. J. Chem. Eng., 88, 1099-1106

Yusoff. M. M, (2016): Aqueous enzymatic extraction of Moringa oleifera oil with high pressure processing pre-treatment, these de doctorat en phylosophie, department aliment et sciences alimentaires, universite de Reading, angleterre, p214.

Abstract

Abstract

The objective assigned to this work is the contribution to the optimization of the yield of oil extraction from the seeds of *Moringa oléifera* planted in southern Algeria (Tamenrasset) using three factors (time, solvents and temperature) by ultrasound. The oil is extracted with two different solvents petroleum ether and methanol and a mixture of the latter (petroleum ether-methanol). The choice of the correct solvent is determined by the oil yield. The experimental model is divided into two parts. Preliminary tests are carried out according to the classic model by varying one parameter and fixing the others. The preliminary result of the extraction indicates that the petroleum ether-methanol mixture exhibits a better yield of 37% over methanol and ether with yields of 16.4% and 30.9%, respectively. After identifying the solvent and its correct concentration, we determine the optimum time and temperature for the extraction. Once these conditions are set, we proceed to optimize the conditions for extracting oil from *Moringa* seeds, which is carried out using a second degree box-Behnken plane-type mathematical model. The final result reveals that the optimum of the three factors of our study is as follows: time = 15 min, $T^{\circ} = 30C^{\circ}$ and a quantity of the petroleum ether-methanol mixture of 75ml with a percentage of 41%.

Keywords: Optimization, Yield, Extraction, *Moringa oleifera* Oil, Ultrasound.

Résumé

Résumé

L'objectif assigné à ce travail est la contribution à l'optimisation du rendement de l'extraction, par ultrason, de l'huile des graines de *Moringa oléifera* plantées dans le Sud algérien (Tamanrasset) en utilisant trois facteurs : le temps, les solvants et la température. L'extraction de l'huile se fait avec deux solvants différents éther de pétrole et méthanol et un mélange de ces derniers : éther de pétrole-méthanol. Le choix du solvant adéquat est déterminé selon le rendement en huile. Le modèle expérimental est divisé en deux parties. Des essais préliminaires sont effectués selon le modèle classique en variant un paramètre et fixant les autres. Le résultat préliminaire de l'extraction indique que le mélange éther de pétrole-méthanol présente un meilleur rendement de 37% par rapport au méthanol et à l'éther avec des rendements de 16.4% et de 30.9%, respectivement. Après avoir identifié le solvant ainsi que sa concentration adéquate, nous déterminons le temps et la température optimale pour l'extraction. Une fois ces conditions fixées, nous procédons à l'optimisation des conditions d'extraction de l'huile à partir des graines de *Moringa* en utilisant un modèle mathématique de second degré de type plan de **Box-Behnken**. Le résultat final révèle que l'optimum des trois facteurs de notre étude est le suivant : temps = 15 min, $T^{\circ} = 30C^{\circ}$ et une quantité du mélange d'éther de pétrole-méthanol de 75ml avec un pourcentage de 41%.

Mots clés: Optimisation ; Rendement ; Extraction ; Huile *Moringa oleifera* ; Ultrasons.