

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE  
ⵜⴰⵎⴻⵔⴰⵏⵜ ⵏ ⵏⵓⵎⵓⵔ ⵏ ⵜⴰⵣⵓⵣⵓ  
UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI-OUZOU  
FACULTE DES SCIENCES BIOLOGIQUES ET DES SCIENCES AGRONOMIQUES  
DEPARTEMENT DES SCIENCES ALIMENTAIRES



**Mémoire de fin d'études**

**En vue de l'obtention du diplôme de Master académique en sciences alimentaires**

**Spécialité : Agroalimentaire et contrôle de qualité**

**Thème**

**Optimisation de l'extraction des polyphénols de l'armoise blanche par  
Ultrasons : Application d'un plan d'expériences Box-Behnken**

**Présenté par :**

M<sup>lle</sup> AIT YOUCEF      Katia

M<sup>lle</sup> OUELMOKHTAR      Siham

**Devant le jury :**

Présidente	ZAREB	Amina	MCB	UMMTO
Examinatrice	HAMMAD-DOUFENE	Imane	MCB	UMMTO
Encadrante	CHENAH	May	MCB	UMMTO

**Année universitaire 2023/2024**

## REMERCIEMENTS

Tout d'abord, nous exprimons notre gratitude envers Dieu, qui nous a accordé le courage, la patience et la persévérance tout au long de ces longues années d'études, et qui nous a guidés jusqu'à la réalisation et à la finalisation de ce mémoire.

Nous tenons à exprimer notre gratitude envers notre promotrice, Mme **CHENAH May**, pour avoir supervisé ce travail. Nous vous remercions pour votre disponibilité, vos conseils, votre orientation et vos encouragements tout au long de la réalisation de cette étude.

Nos sincères remerciements s'adressent aux membres de jury d'avoir accepté d'examiner ce travail.

À madame **ZAREB Amina** qui a fait l'honneur de présider le jury, à madame **HAMMAD – DOUFENE Imane** qui a accepté d'être examinatrice de ce mémoire.

Un grand merci à tous nos enseignants du département des sciences alimentaires pour tout le savoir qu'ils ont partagé durant notre cursus universitaire.

Nous tenons à exprimer ici toute notre reconnaissance à l'ensemble du personnel du laboratoire de l'université Mouloud Mammeri - bastos - pour leur coopération.

Enfin, nous remercions nos familles, nos proches et amis pour leurs soutiens et leurs patiences durant la réalisation de ce travail.

## Dédicace

Je souhaite humblement dédier ce travail à ceux qui ont consacré leur vie à s'occuper de mon bien-être, à ceux qui sont à la base de mon succès.

À mes proches, pour leur affection et leur soutien sans faille, et à mes amis, pour leur encouragement et leur indulgence. Tout au long de ce parcours, votre présence et vos encouragements ont joué un rôle important.

Siham

## Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

Mes chers parents pour l'éducation qu'ils m'ont prodiguée avec tous les moyens et au prix de tous les sacrifices qu'ils ont consentis à mon égard, pour leur patience, leur amour et leurs encouragements. Que ce travail leurs apporte de la joie et de la fierté.

À mes chers frères, votre soutien et vos encouragements sont inestimables. Vous êtes mes accompagnons de vie, à travers les hauts et les bas, vous avez toujours été là avec votre humour, soutien inébranlable et votre amour inconditionnel. Chaque moment partagé avec vous est précieux et enrichit ma vie d'une manière unique.

À ma chère sœur, tu es une amie précieuse, une confidente et une complice d'aventures. Ta force, ta gentillesse et ton amour inconditionnel illuminent notre famille. Chaque jour passé à ton côté est un cadeau que je chéris profondément. Merci pour ton soutien indéfectible et pour ta présence. Je suis tellement chanceuse de t'avoir comme sœur.

À mes merveilleux neveux, Aya et Wassim, vous apportez tant de joie et de lumière dans nos vies. Vos sourires, votre énergie et votre innocence sont des trésors précieux.

À mes amis, Manel et Kenza, pour leur amitié, leur soutien moral et leur aide précieuse.

Katia

## Listes des abréviations et symboles

<b>°C</b>	Degré Celsius
<b>ml</b>	Millilitre
<b>mg</b>	Milligramme
<b>kg</b>	Kilogramme
<b>G</b>	Gramme
<b>L</b>	Litre
<b>cm</b>	Centimètre
<b>nm</b>	Nanomètre
<b>µl</b>	Microlitre
<b>µg</b>	Microgramme
<b>%</b>	Pourcent
<b>EB</b>	Extrait brute
<b>HE</b>	Huile essentielle
<b>P</b>	Probabilité
<b>3 D</b>	Trois dimensions
<b>H</b>	Heure
<b>Min</b>	Minute
<b>S</b>	Seconde
<b>UAE</b>	Ultrasonic Assisted Extraction
<b>SM</b>	Solution mère
<b>MS</b>	Matière sèche
<b>EAG</b>	Equivalent acide gallique
<b>UF</b>	Unité fourragère

## Liste des figures

### Synthèse bibliographique

<b>Figure 1.</b> Le niveau bas du facteur est noté par $-1$ et le niveau haut par $+1$ .....	10
<b>Figure 2.</b> Chaque facteur est représenté par un axe gradué et orienté.....	11
<b>Figure 3.</b> Dans l'espace expérimental, les niveaux des facteurs définissent des points expérimentaux.....	11
<b>Figure 4.</b> Les points expérimentaux sont disposés dans le domaine d'étude défini par l'expérimentateur. ....	12
<b>Figure 5.</b> Les réponses associées aux points du domaine d'étude forment la surface de réponse. .....	13
<b>Figure 6.</b> Plan de Box-Behnken pour trois facteurs.....	15

### Matériel et méthodes

<b>Figure 7.</b> Résumé graphique de l'expérimentation .....	19
--------------------------------------------------------------	----

### Résultats et Discussion

<b>Figure 8.</b> Diagrammes de parité montrant les valeurs observées par rapport aux valeurs prédites du modèle pour le rendement <b>(a)</b> et pour les polyphénols <b>(b)</b> . ....	30
<b>Figure 9.</b> Surface de réponse reflétant l'impact des interactions entre la température et la concentration en éthanol.....	33
<b>Figure 10.</b> Surface de réponse reflétant l'impact des interactions entre le temps et la concentration en éthanol. ....	34
<b>Figure 11.</b> Surface de réponse reflétant l'impact des interactions entre la température et le temps.....	35
<b>Figure 12.</b> Surface de réponse reflétant l'impact des interactions entre la température et la concentration en éthanol.....	36
<b>Figure 13.</b> Surface de réponse reflétant l'impact des interactions entre le temps et la concentration en éthanol.....	38
<b>Figure 14.</b> Surface de réponse reflétant l'impact des interactions entre la température et le temps.....	39

## Liste des tableaux

### Synthèse bibliographique

<b>Tableau I</b> : Classification de la plante d' <i>Artemisia herba alba</i> .....	2
<b>Tableau II</b> : Plan d'expérience (box-Behnken) a trois facteurs.....	16
<b>Tableau III</b> : Variables indépendantes codées et non codées .....	18

### Matériel et méthodes

<b>Tableau IV</b> : Préparation des gammes de dilutions de l'acide gallique. ....	23
-----------------------------------------------------------------------------------	----

### Résultats et Discussion

<b>Tableau V</b> : Résultats des analyses physico-chimiques de la poudre d'armoise.....	25
<b>Tableau VI</b> : Résultats de rendement après extraction. ....	27
<b>Tableau VII</b> : Résultats des polyphénols totaux .....	27
<b>Tableau VIII</b> : Résultats de l'analyse de la variance du rendement.....	29
<b>Tableau IX</b> : Résultats de l'analyse de la variance des polyphénols totaux.....	29
<b>Tableau X</b> : Résultats des coefficients de l'équation de régression du rendement.....	31
<b>Tableau XI</b> : Résultats des coefficients de l'équation de régression des polyphénols totaux. .....	32

# Table des matières

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction..... 1

## Synthèse bibliographique

I. La Plante Armoise ..... 2

I.1. Artemisia herba alba ..... 2

I.2. Classification de la plante..... 2

I.3. Caractéristiques botaniques de l'Armoise ..... 3

I.4. Composition chimique ..... 3

I.4.1. Composés phénoliques ..... 4

I.4.2. Terpènes..... 4

I.4.3. Huiles essentielles. .... 5

I.5. Utilisations traditionnelles de l'Armoise ..... 6

I.5.1. Usage thérapeutique..... 6

I.5.2. Utilisation agro-alimentaire ..... 6

II. Méthodes d'extraction des polyphénols de l'Armoise ..... 7

II.1. Techniques conventionnelles ..... 7

II.1.1. Infusion..... 7

II.1.2. Décoction..... 7

II.1.3. Macération ..... 8

II.1.4. Extraction par Soxhlet ..... 8

II.2. Techniques alternatives ..... 8

II.2.1. Micro-ondes ..... 8

II.2.2. Extraction par Ultrasons : (UAE, Ultrasonic Assisted Extraction)..... 8

II.2.2.1. Avantages et inconvénients de l'UAE ..... 9

III. Plan d'expériences..... 10

III.1. Notion d'espace expérimental..... 10

III.2. Notion de surface de réponse ..... 12

III.3. Notion de modélisation mathématique..... 13

III.4. Les différents types de plans d'expériences ..... 14

III.4.1. Les plans factoriels complets..... 14

III.4.2. Les plans factoriels fractionnaires ..... 14

III.4.3. Les plans pour surface de réponse ..... 14

# Table des matières

III.4.3.3.1. Principes et objectif du plan d'expériences Box-Behnken.....	16
---------------------------------------------------------------------------	----

## Matériel et méthodes

I. Matériel .....	17
I.1 Matériel biologique.....	17
I.1.1 Matériel végétal.....	17
I.1.2 Matériel non biologique.....	17
II. Méthodes.....	17
II.1 Préparation de la poudre végétale de l'armoise.....	17
II.2 Plan expérimental et analyse statistique .....	17
II.3 Processus d'extraction assisté aux ultrasons.....	19
III. Analyses physico-chimiques de la poudre d'armoise.....	20
III.1 Détermination de la teneur en eau .....	20
III.2 Détermination du taux de cendre (Matière minérale).....	20
III.3 Détermination du taux d'extractibles .....	21
IV. Analyse phytochimiques des extraits .....	22
IV.1. Détermination du rendement de l'extraction.....	22
IV.2. Dosage des polyphénols totaux.....	23

## Résultats et discussion

I. Résultats des analyses physico-chimiques de la poudre d'armoise.....	25
II. Résultats des analyses phytochimiques des extraits éthanoliques .....	26
II.1 Résultats de rendement et de polyphénols totaux.....	26
II.2 Résultats du plan expérimental et de l'analyse statistique.....	28
II.2.1 Résultats de l'analyse de la variance .....	28
II.2.2 Résultats statistiques du modèle de surface de réponse (RSM).....	30
II.3 Analyse de la surface de réponse.....	32
II.3.1 Analyse de surface de réponse des rendements d'extraction.....	33
II.3.2 Analyse de surface de réponse des polyphénols totaux .....	36
Conclusion .....	41

Liste des références bibliographiques

Annexes

Résumé

# **Introduction**

### Introduction

Les plantes médicinales, depuis des millénaires, ont constitué un pilier fondamental des connaissances traditionnelles en matière de santé. Avec l'avènement des progrès technologiques dans le domaine médical, l'intérêt pour les préparations à base de plantes, souvent désignées sous le terme de « médecine alternative ou complémentaire », a connu une croissance significative. Cette tendance a engendré un intérêt accru pour l'étude approfondie des ressources végétales, dans le but de mieux comprendre les mécanismes d'action et d'exploiter leur potentiel thérapeutique (**Bettaieb et al., 2017**).

Dans ce contexte, il est bien établi que les plantes médicinales renferment une diversité de constituants bioactifs, parmi lesquels les polyphénols occupent une place prépondérante. Ces composés, reconnus pour leurs propriétés antioxydantes et leurs effets bénéfiques sur la santé, suscitent un intérêt croissant dans la recherche biomédicale (**Cherif et al., 2009**).

L'*Artemisia*, un genre appartenant à la famille des Astéracées, est largement étudiée pour ses propriétés médicinales. Avec plus de 300 espèces réparties principalement dans les zones arides et semi-arides des Amériques, de l'Afrique du Nord et de l'Asie, les *Artemisia* offrent un potentiel thérapeutique significatif (**Nikolova et al., 2010**). Cependant, l'extraction des composés bioactifs de l'*Artemisia*, en particulier des polyphénols, présente des défis méthodologiques. Les polyphénols étant souvent présents en faibles concentrations et associés à une complexité structurale, leur extraction efficace nécessite des méthodes optimisées.

Dans cette optique, l'extraction assistée par ultrasons (UAE) émerge comme une méthode prometteuse pour l'extraction des polyphénols de l'*Artemisia*. L'UAE offre plusieurs avantages, notamment une extraction plus rapide, une efficacité accrue et des conditions de traitement douces préservant l'intégrité des composés sensibles.

Pour optimiser cette méthode d'extraction, l'utilisation de plans d'expérience, tels que le plan Box-Behnken, s'avère pertinente. Ce plan expérimental permet d'évaluer de manière systématique l'effet de plusieurs variables, telles que la température, le temps d'extraction et la concentration du solvant, sur le rendement d'extraction des polyphénols.

Ainsi, l'objectif de cette étude est d'optimiser les conditions d'extraction assistée par ultrasons des polyphénols de l'*Artemisia herba alba* en utilisant le plan Box-Behnken.

# **Synthèse bibliographique**

### I. La Plante Armoise

#### I.1. *Artemisia herba alba*

Connue depuis des millénaires, l'armoise herbe blanche a été décrite par l'historien grec Xénophon, dès le début du IV<sup>e</sup> siècle. J.-C., dans les steppes de la Mésopotamie (**Francise, 2001**). Elle a été répertoriée en 1779 par le botaniste espagnol Ignacio Jordan Claudio de Asso y del Río. C'est une plante essentiellement fourragère, très appréciée par le bétail comme pâturage d'hiver. Elle présente une odeur caractéristique d'huile de thymol et un goût amer d'où son caractère astringent (**Francise, 2001**).

#### I.2. Classification de la plante

L'*Artemisia herba alba* appartient à la famille des Astéracées et est classée dans le genre *Artemisia*. Elle est également connue sous d'autres noms tels que l'armoise des sables ou l'armoise blanche. La classification classique d'*Artemisia herba alba* selon (**Judd et al., 2002**) est représentée dans le tableau I ci-dessous

**Tableau I** : Classification de la plante d'*Artemisia herba alba* (**INPI, 2014**).

<b>Règne</b>	<b>Plante – Plantae</b>
<b>Embranchement</b>	Spermaphytes (Phanérogames) ou « plantes à graines »
<b>Sous-embranchement</b>	Angiospermes (Plantes à fleurs)
<b>Classe</b>	Dicotylédones (Magnoliopsida)
<b>Sous-classe</b>	Asteridae
<b>Ordre</b>	Asterales
<b>Famille</b>	Astéracées ou composées
<b>Tribu</b>	Anthemideae
<b>Sous-tribu</b>	Aremisiinae
<b>Genre</b>	<i>Artemisia</i>
<b>Espèce</b>	<i>Artemisia herba alba</i>

### I.3 Caractéristiques botaniques de l'Armoise

L'*Artemisia Herba alba*, également appelée armoise blanche, est une plante herbacée pouvant atteindre entre 30 et 50 cm de hauteur (**Baba Aissa, 2000**). Ses tiges sont caractérisées par une densité foliaire importante, avec des touffes plus fournies observées en fonction des variations de pluviométrie (**Ozenda, 1977**). Les feuilles de cette plante sont courtes, alternées, très divisées, et revêtues d'un duvet blanchâtre. Elles présentent une structure pennatifide et tendent à réduire leur taille le long des rameaux, permettant ainsi à la plante de mieux résister à la sécheresse (**Pourrat, 1975**). Les fleurs, décrites comme de petits tubules jaunes et hermaphrodites, dégagent parfois une odeur forte et désagréable. La période de floraison s'étend généralement de juillet à octobre. En ce qui concerne les fruits, ils prennent la forme d'akènes ovoïdes (**Messai, 2011**). Les parties de la plante principalement utilisées en phytothérapie sont les feuilles et les sommités fleuries (**Mucciarelli et Maffei, 2002**).

### I.4 Composition chimique

L'armoise herbe blanche constitue un fourrage particulièrement intéressant. En effet, la plante présente un taux de cellulose beaucoup moins élevé que ne laisse présager son aspect (17 à 33 %). La matière sèche (MS) apporte entre 6 et 11 % de matière protéique brute dont 72 % est constituée d'acides aminés. Le taux de  $\beta$ -carotène varie entre 1,3 et 7 mg/kg selon les saisons. La valeur énergétique de l'armoise blanche, très faible en hiver (0,2 à 0,4 UF/kg MS), augmente rapidement au printemps (0,92 UF/kg MS) pour diminuer de nouveau en été (0,6 UF/kg MS). En automne, les pluies de septembre provoquent une nouvelle période de croissance et la valeur énergétique augmente de nouveau (0,8 UF/kg MS). Les plantes de la famille des Astéracées, à laquelle appartient l'armoise blanche, ont fait l'objet de plusieurs études phytochimiques par intérêt économique surtout pour leurs huiles essentielles.

La partie aérienne d'*Artemisia Herba alba* possède des activités antioxydantes significatives. En effet cette partie de la plante est riche en composés doués d'activité antioxydantes tels que : les flavonoïdes, les polyphénols et les tanins, ces différents constituants exercent ses actions antioxydantes en inhibant la production de l'anion superoxyde, l'hydroxyle, comme ils inhibent la peroxydation lipidique au niveau des microsomes (**Bruneton, 1999**).

### I.4.1. Composés phénoliques

Les plantes sont capables de produire de nombreux métabolites secondaires parmi lesquels on distingue les terpénoïdes, les alcaloïdes et les polyphénols. Avec leur diversité structurale remarquable. Les polyphénols principalement (flavonoïdes, acides phénoliques, tannins) sont présents dans toutes les parties de la plante (**Nkhili, 2009**).

#### I.4.1.1. Flavonoïdes

Le terme "flavonoïde" désigne une vaste gamme de composés naturels faisant partie de la famille des polyphénols. Ils sont largement considérés comme des pigments végétaux quasi universels, souvent responsables de la coloration des fleurs, des fruits et parfois des feuilles. Dans l'armoise blanche, plusieurs flavonoïdes ont été identifiés, notamment la hispiduline et la cirsimaritrine. Des flavones glycosidiques tels que la 3-rutinoside, la quercétine et isovitexine ont également été mis en évidence (**Moufid et Eddouks, 2012**). Une autre enquête sur les principes actifs antiulcérogènes d'*Artemisia herba alba* a permis d'isoler huit polyphénols et composants connexes (**Kim T-H et al., 2004**).

#### I.4.1.2. Tanins

Les tanins sont des substances végétales de la famille des polyphénols, le plus souvent hydrosolubles, ils possèdent la capacité de précipiter les protéines, les alcaloïdes, et les polysaccharides. Ils sont utilisés par les plantes supérieures comme moyen de défense chimique contre les parasites et une protection contre les prédateurs (herbivores et insectes) (**Ozcan et al., 2014**).

### I.4.2. Terpènes

Les terpènes sont des hydrocarbures naturels, de structure soit cyclique soit à chaîne ouverte : leur formule brute est  $(C_5H_8)_n$  dont le "X" est variable en fonction du degré d'insaturation de la molécule et "n" peut prendre des valeurs (1-8) sauf dans les polyterpènes qui peut atteindre plus de 100 (le caoutchouc) (**Piochon, 2008**).

Dans le règne végétal, les terpénoïdes sont classés dans la catégorie des métabolites secondaires (avec les flavonoïdes et les alcaloïdes). Leur classification est basée sur le nombre de répétitions de l'unité de base isoprène : hémiterpènes (C5), monoterpènes (C10), sesquiterpènes (C15), diterpènes (C20), sesterpènes (C25), triterpènes (C30), tétraterpènes (C40) et les polyterpènes (**Kaloustian et Hadji-Minaglou, 2012**).

### I .4.2.1 Monoterpènes

Les monoterpènes (en C10) sont des substances légèrement volatiles qui forment les huiles essentielles. Ils protègent les végétaux contre les parasites, inhibent la croissance bactérienne et attirent les animaux pollinisateurs (**Messai, 2011**). Les principaux monoterpènes identifiés dans l'*Artemisia herba-alba* sont le thujone (monoterpène lactone), le 1,8-cinéol et le thymol (**Duke, 1992**). Des monoterpènes alcooliques (yomogi alcool, santoline alcool) ont été mis en évidence.

### I .4.2.2 Sesquiterpènes

Les sesquiterpènes, composés constitués de trois unités en C5, ainsi que les sesquiterpènes lactones, ont été identifiés dans plusieurs chémotypes provenant du Moyen-Orient (**Patocka et Plucar, 2003**). Les sesquiterpènes lactones, en particulier, sont largement présents dans les espèces d'*Artemisia* et jouent un rôle important dans leur importance en médecine et en pharmacie. Divers types de sesquiterpènes lactones ont été découverts dans les parties aériennes de l'*Artemisia Herba alba*, notamment des eudesmanolides, des germacranolides, des guaianolides et des xanthonolides (**Moufid et Eddouks, 2012**).

### I .4.3. Huiles essentielles

Les huiles essentielles (HE) sont des substances odorantes et volatiles, non grasses, extraites d'un végétal sous forme liquide (**Couic-Marinier, 2013**). Elles sont synthétisées par des plantes aromatiques en tant que métabolites secondaires (**Bakkali et al., 2008**).

On les appelle couramment : essences, essences végétales, huiles ou essences aromatiques, parfums, huiles volatiles (**Reffas, 2018**).

Quant à la norme AFNOR ISO 9235, elle définit l'huile essentielle comme un produit obtenu à partir d'une matière première végétale, après séparation de la phase aqueuse par des procédés physique : soit par l'entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques ou soit par distillation sèche (**Duval, 2012**).

### I .5. Utilisations traditionnelles de l'Armoise

#### I .5.1. Usage thérapeutique

L'*Artemisia herba alba* est largement reconnue en Algérie pour son utilisation thérapeutique, faisant partie intégrante de la médecine traditionnelle pour traiter une variété de troubles gastro-intestinaux. En effet, elle est couramment employée pour soulager la diarrhée, les douleurs abdominales et faciliter la digestion (**Ababsa, 2018**). De plus, elle est réputée pour ses propriétés bénéfiques pour le foie, contribuant à atténuer certains maux hépatiques.

Outre son utilisation dans les affections gastro-intestinales, l'*Artemisia herba alba* est également employée pour traiter un large éventail de problèmes de santé. Elle est utilisée pour soulager les symptômes du rhume, aider à réguler le diabète et apaiser la toux. De plus, elle est reconnue pour son efficacité dans le traitement des troubles intestinaux et des blessures chez les humains et les animaux. Des études récentes (**Bouguelli, 2020**) ont également suggéré son utilisation potentielle dans le traitement de la névralgie, de la bronchite et de l'hypertension.

#### I .5.2. Utilisation agroalimentaire

Son usage dans l'industrie alimentaire reste très limité à cause de la toxicité de la bêta-thujone dont le taux ne doit pas dépasser 5 mg/kg (**Bouguelli, 2020**). La toxicité de la bêta-thujone a conduit à des restrictions réglementaires concernant son niveau dans les produits alimentaires. Par exemple, selon la législation de l'Union européenne, le taux de bêta-thujone dans les boissons alcoolisées aromatisées à base de plantes ne doit pas dépasser 5 mg/kg. Cela s'applique également aux produits contenant de l'armoise blanche ou d'autres plantes riches en bêta-thujone. En raison de ces restrictions et des préoccupations concernant la sécurité alimentaire, l'utilisation de l'armoise blanche dans l'industrie alimentaire est donc restreinte et réglementée.

En industrie agroalimentaire, l'*Artemisia herba alba* est utilisée pour ses propriétés aromatiques et ses composés bioactifs tels que :

- **Arôme alimentaire** : Les feuilles de l'armoise blanche sont parfois utilisées comme herbe aromatique pour ajouter une saveur subtile et herbacée à certains plats, notamment dans la cuisine méditerranéenne.
- **Conservation alimentaire** : Certains composés présents dans l'armoise blanche, tels que les polyphénols, ont des propriétés antioxydantes et antimicrobiennes. Ils peuvent être utilisés dans des applications agroalimentaires pour prolonger la durée

de conservation des aliments en ralentissant l'oxydation et la croissance des micro-organismes responsables de la détérioration des aliments.

- **Infusions et boissons** : Les feuilles séchées de l'armoise blanche peuvent être utilisées pour préparer des infusions ou des tisanes, qui sont parfois consommées pour leurs potentielles propriétés bénéfiques pour la santé, telles que leurs effets calmants sur le système digestif.
- **Compléments alimentaires** : Les extraits d'armoise blanche peuvent être utilisés comme ingrédients dans la fabrication de compléments alimentaires en raison de leur contenu en composés bioactifs, tels que les polyphénols, qui peuvent offrir divers avantages pour la santé.
- **Arômes naturels** : Les extraits d'armoise blanche peuvent également être utilisés comme arômes naturels dans divers produits alimentaires pour leur donner une note herbacée et distinctive.

## II. Méthodes d'extraction des polyphénols de l'armoise

### II.1. Techniques conventionnelles

Il existe différentes méthodes d'extraction des principes actifs d'une plante :

#### II.1.1. Infusion

C'est une technique similaire à la préparation des tisanes, elle se prépare en versant de l'eau bouillante sur une quantité spécifique de matière végétale, en laissant reposer la mixture pendant 10-15 minutes, elle se pratique pour les feuilles, les fleurs et les petites graines (**Lehout, 2015**).

#### II.1.2. Décoction

La matière végétale est placée dans de l'eau froide, puis le mélange est mis à bouillir tout en maintenant l'ébullition à feu doux pendant environ 15 minutes ou plus, habituellement l'extrait aqueux est décanté et filtré. Cette méthode se pratique pour les racines et l'écorce (**Akesbi, 2021**).

### II.1.3. Macération

C'est la technique la plus simple, elle consiste à faire tremper les plantes dans de l'eau froide pendant plusieurs heures. Les plantes peuvent également macérer dans l'alcool, dans la glycérine, ou dans un autre solvant (Allaki, 2021).

### II.1.4. Extraction par Soxhlet

C'est une technique dans laquelle on utilise un solvant organique chaud (par exemple l'éthanol), le solvant qui s'évapore du ballon au centre de l'appareil, ensuite il traverse la cartouche de cellulose pour maintenir un contact avec la plante, puis il ne se condense goutte à goutte et lorsqu'il atteint le seuil dans le tube siphon il se vide dans le ballon, ce qui représente la fin d'un cycle et le processus se renouvelle pour un autre cycle (ferdjallah, 2021).

## II.2. Techniques alternatives

Il existe plusieurs techniques innovantes qui peuvent offrir plusieurs avantages :

### II.2.1. Micro-ondes

Les micro-ondes sont des ondes électromagnétiques présentes dans le spectre électromagnétique, se situant entre les ondes radio et infrarouges, avec une gamme de fréquences allant de 300 MHz à 300 GHz (Chemat, 2011). Cependant, seules certaines fréquences sont autorisées pour des utilisations industrielles, scientifiques et médicales afin d'éviter les interférences avec les radiocommunications. Généralement, les fréquences les plus couramment utilisées dans le monde entier se situent entre 0,195 et 2,45 GHz (Chemat et al., 2012). Dans le cadre de l'extraction assistée par micro-ondes, les matières végétales sont traitées dans un réacteur à micro-ondes, soit avec des solvants organiques, soit dans l'eau, selon différents protocoles expérimentaux (Chenni, 2015). Cette méthode offre une alternative efficace et rapide pour extraire les composés souhaités des plantes, avec des avantages notables en termes de temps et d'efficacité par rapport aux méthodes conventionnelles d'extraction.

### II.2.2. Extraction par Ultrasons : (UAE, Ultrasonic Assisted Extraction)

L'extraction assistée par ultrasons (UAE) est une technique alternative qui a récemment reçu beaucoup d'attention en raison de ses nombreux avantages dans la récupération des composés d'intérêt à partir de différentes matrices végétales par rapport aux méthodes classiques d'extraction. Les ultrasons sont des ondes mécaniques et élastiques. Les grandeurs physiques principales de l'onde ultrasonore sont la fréquence  $f$  (Hertz), la longueur d'onde  $\lambda$

(cm), la vitesse de propagation  $c$  (m/s) et la puissance  $P$  (W). Les ultrasons peuvent se différencier selon deux critères principaux : la fréquence et la puissance. Lorsque la puissance ultrasonore est suffisante, le passage de l'onde ultrasonore s'accompagne de phénomènes physiques non linéaires et des transformations chimiques associées. On parle alors d'ultrasons de puissance dont l'émission est susceptible/apte de modifier le milieu traversé (Nilsson et Liu, 2020). Lors d'une extraction solide-liquide par ultrasons, les ondes sont transmises à travers le milieu liquide et elles induisent un déplacement longitudinal des particules (Pétrier et al., 2008). La source de l'onde sonore agit comme un piston, entraînant une succession de compressions et de décompressions des phases dans le milieu (Vinatoru et al., 2017). Les vides créés dans le liquide sont des billes de cavitation, qui améliorent à la fois la pénétration du solvant dans le matériel végétal et la libération intracellulaire du produit en perturbant les parois cellulaires.

### II.2.2.1. Avantages et inconvénients de la UAE

La technologie de l'extraction assistée par ultrasons est considérée comme un processus respectueux de l'environnement, puisque l'extraction de molécules bioactives naturelles à partir des plantes peut être effectuée en utilisant des solvants biodégradables (généralement eau ou mélanges eau/éthanol). Ces dernières années, la technique UAE a montré un intérêt particulier pour l'extraction d'antioxydants tels que les anthocyanines, les flavanols et les acides phénoliques. Comparée aux techniques d'extraction conventionnelles, dans la plupart des cas, l'UAE a permis une amélioration des rendements en un court temps d'extraction. Les ultrasons favorisent la diffusion des solutés dans le milieu d'extraction plus rapidement ce qui réduit le temps d'extraction, notamment la réduction de la consommation d'énergie. Ainsi, l'UAE est une alternative potentielle pour extraire les substances thermosensibles. Cependant, pour une application réussie de l'UAE, il est nécessaire d'optimiser les paramètres variables de l'extraction, telles que la puissance et la fréquence d'ultrasons appliquées, le solvant utilisé, le rapport liquide/solide et la température d'extraction (Rutkowska et al., 2017).

L'UAE peut être utilisée au laboratoire ou à un niveau industriel pour collecter des composés intéressants comme les antioxydants, les colorants, les huiles essentielles ou les arômes. Par contre, les coûts de l'investissement sont un peu plus élevés que ceux de l'extraction conventionnelle.

### III. Plan d'expériences

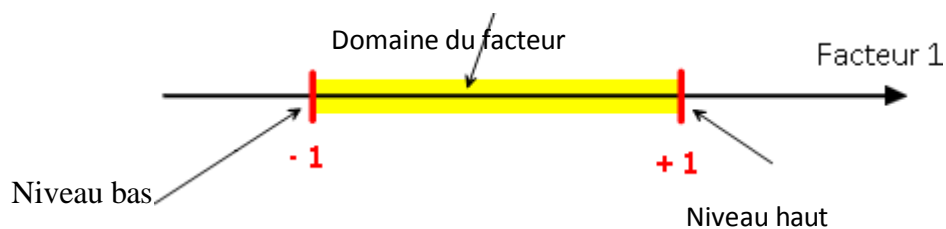
Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles (**Goupy, 2001**). Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries à partir du moment où l'on recherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt « y » et des variables « xi ». Il faut penser aux plans d'expériences si l'on s'intéresse à une fonction du type :

$$Y = f(x_i)$$

Avec les plans d'expériences on obtient le maximum de renseignements avec le minimum d'expériences. Pour cela, il faut suivre des règles mathématiques et adopter une démarche rigoureuse (**Box George et al., 2005**). Il existe de nombreux plans d'expériences adaptés à tous les cas rencontrés par un expérimentateur. La compréhension de la méthode des plans d'expériences s'appuie sur deux notions essentielles, celle d'espace expérimental et celle de modélisation mathématique des grandeurs étudiées.

#### III .1Notion d'espace expérimental

Un expérimentateur qui lance une étude s'intéresse à une grandeur qu'il mesure à chaque essai. Cette grandeur s'appelle la réponse, c'est la grandeur d'intérêt. La valeur de cette grandeur dépend de plusieurs variables. Au lieu du terme « variable » on utilisera le mot facteur. La réponse dépend donc d'un ou de plusieurs facteurs. Le premier facteur peut être représenté par un axe gradué et orienté (**Figure 1**). La valeur donnée à un facteur pour réaliser un essai est appelée niveau. Lorsqu'on étudie l'influence d'un facteur, en général, on limite ses variations entre deux bornes. La borne inférieure est le niveau bas. La borne supérieure est le niveau haut.



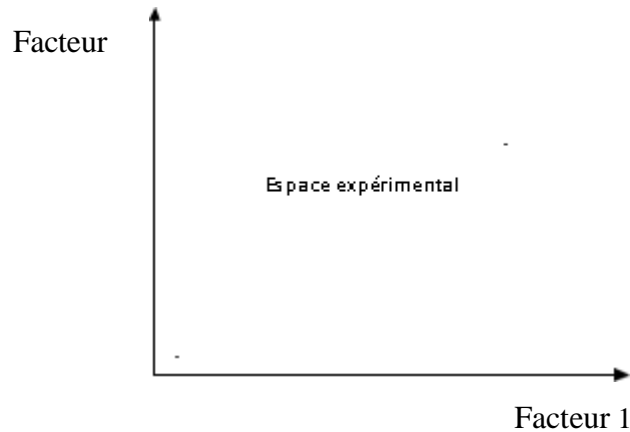
**Figure 1.** Le niveau bas du facteur est noté par  $-1$  et le niveau haut par  $+1$  (**Goupy, 2001**).

Le domaine de variation du facteur est constitué de toutes les valeurs comprises entre le niveau bas et le niveau haut. L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut, s'appelle le domaine de variation du facteur ou plus simplement le domaine du facteur. On a l'habitude de noter le niveau bas par  $-1$  et le niveau haut par  $+1$ .

## Synthèse bibliographique

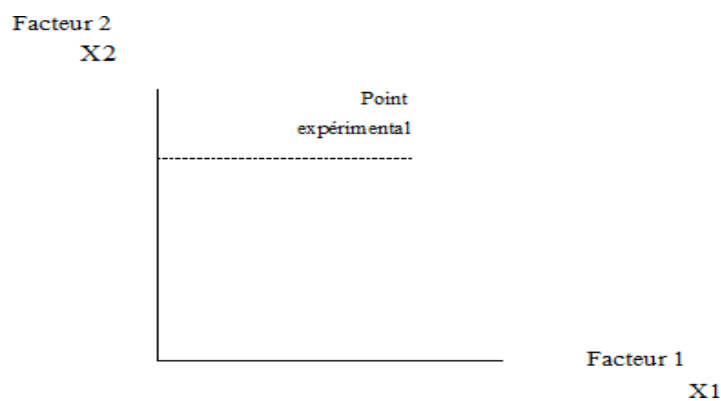
---

S'il y a un second facteur, il est représenté, lui aussi, par un axe gradué et orienté. On définit, comme pour le premier facteur, son niveau haut, son niveau bas et son domaine de variation. Ce second axe est orthogonal au premier. On obtient ainsi un repère cartésien qui définit un espace euclidien à deux dimensions. Cet espace est appelé l'espace expérimental (**Figure 2**).



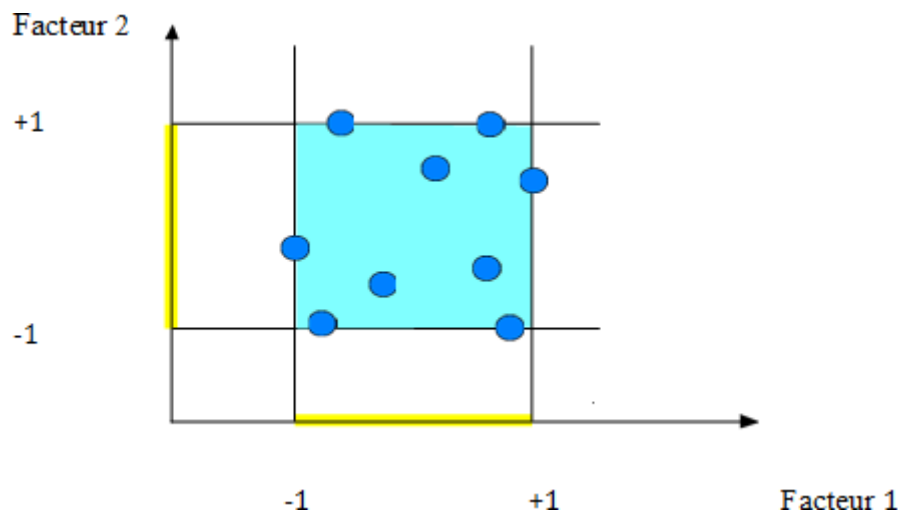
**Figure 2.** Représentation des facteurs par axes gradués et orientés (**Goupy, 2001**).

Les axes des facteurs sont orthogonaux entre eux. L'espace ainsi défini est l'espace expérimental. Le niveau  $X_1$  du facteur 1 et le niveau  $X_2$  du facteur 2 peuvent être considérés comme les coordonnées d'un point de l'espace expérimental (**Figure 3**). Une expérience donnée est alors représentée par un point dans ce système d'axes. Un plan d'expériences est représenté par un ensemble de points expérimentaux.



**Figure 3.** Dans l'espace expérimental, les niveaux des facteurs définissent des points expérimentaux (**Goupy, 2001**).

Le regroupement des domaines des facteurs définit le « domaine d'étude ». Ce domaine d'étude est la zone de l'espace expérimental choisie par l'expérimentateur pour faire ses essais. Une étude, c'est-à-dire plusieurs expériences bien définies, est représentée par des points répartis dans le domaine d'étude (**Figure 4**). Cette façon de représenter une expérimentation par des points dans un espace cartésien est une représentation géométrique de l'étude.



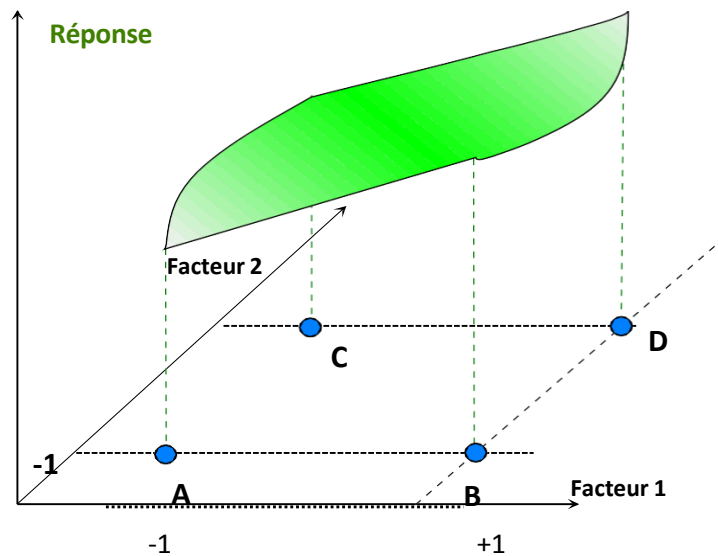
**Figure 4.** Les points expérimentaux disposés dans le domaine d'étude défini par l'expérimentateur (**Goupy, 2001**).

Les définitions qui ont été données s'appliquent bien aux variables continues. Mais il existe d'autres types de variables. Il y a des variables discrètes comme par exemple des personnes. On peut encore parler d'espace expérimental mais il n'aura pas les mêmes propriétés que l'espace des variables continues. Il y a également les grandeurs ordonnables comme, par exemple, des distances qui peuvent être courtes, moyennes et longues. Là aussi, la notion d'espace expérimental existe toujours, mais cet espace possède des propriétés différentes des deux premiers.

### III.2. Notion de surface de réponse

Les niveaux  $X_i$  représentent les coordonnées d'un point expérimental et  $y$  est la valeur de la réponse en ce point. On définit un axe orthogonal à l'espace expérimental et on l'attribue à la réponse. La représentation géométrique du plan d'expériences et de la réponse nécessite un espace ayant une dimension de plus que l'espace expérimental. Un plan à deux facteurs utilise un espace à trois dimensions pour être représenté : une dimension pour la réponse, deux

dimensions pour les facteurs. À chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. À l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponses qui se localisent sur une surface appelée la surface de réponse (**Figure 5**). Le nombre et l'emplacement des points d'expériences est le problème fondamental des plans d'expériences. On cherche à obtenir la meilleure précision possible sur la surface de réponse tout en limitant le nombre d'expériences.



**Figure 5.** Les réponses associées aux points du domaine d'étude forment la surface de réponse (**Goupy, 2001**).

Les quelques réponses mesurées aux points du plan d'expériences permettent de calculer l'équation de la surface de réponses.

### III.3. Notion de modélisation mathématique

On choisit a priori une fonction mathématique qui relie la réponse aux facteurs. On prend un développement limité de la série de Taylor-Mac Laurin. Les dérivées sont supposées constantes et le développement prend la forme d'un polynôme de degré plus ou moins élevé :

$$Y = a_0 + \sum a_i X_i + \sum a_{ij} X_i X_j + \sum a_{ii} X_i^2 + a_{ij\dots z} X_i X_j \dots X_z$$

Où

Y est la réponse ou la grandeur d'intérêt. Elle est mesurée au cours de l'expérimentation et elle est obtenue avec une précision donnée.

$X_i$  représente le niveau attribué au facteur  $i$  par l'expérimentateur pour réaliser un essai. Cette valeur est parfaitement connue. On suppose même que ce niveau est déterminé sans erreur (hypothèse classique de la régression).

$a_0, a_i, a_{ij}, a_{ii}$  sont les coefficients du modèle mathématique adopté a priori. Ils ne sont pas connus et doivent être calculés à partir des résultats des expériences.

L'intérêt de modéliser la réponse par un polynôme est de pouvoir calculer ensuite toutes les réponses du domaine d'étude sans être obligé de faire les expériences. Ce modèle est appelé « modèle postulé » ou « modèle a priori ».

### **III.4. Les différents types de plans d'expériences**

Les principaux types de plan d'expériences sont :

#### **III.4.1. Les plans factoriels complets**

Une méthode pour étudier un phénomène dépendant de plusieurs facteurs consiste à réaliser l'ensemble des combinaisons possibles. Chaque valeur prise par chaque facteur est associée l'une à l'autre. Il en résulte un grand nombre d'expériences à réaliser.

#### **III.4.2. Les plans factoriels fractionnaires**

Comme leur nom l'indique, les plans d'expériences factoriels fractionnaires ne sont qu'une partie d'un plan factoriel complet. En effet, une construction simple d'un plan d'expériences factoriel fractionnaire est de prendre la moitié des essais d'un plan factoriel complet. Certaines interactions prennent alors une combinaison de niveaux identiques à certains facteurs.

#### **III.4.3. Les plans pour surface de réponse**

Les plans précédents permettent l'étude d'un phénomène linéaire, c'est-à-dire que l'ensemble des réponses appartient à une droite. Les plans du second degré permettent d'étudier un phénomène dont les réponses appartiennent à une courbe. Ces plans sont des plans pour surface de réponse, la modélisation de l'ensemble des réponses sur le domaine expérimental est une surface. Trois principaux types de plans pour surface de réponse sont utilisés :

##### **III.4.3.1. Les plans composites**

Ils ont la propriété de permettre l'étude dans un premier temps d'un phénomène pouvant être modélisé par un polynôme de degré 1, puis si l'étude le nécessite de poursuivre avec des

essais complémentaires tout en conservant les premiers essais l'étude d'un phénomène pouvant être modélisé par un polynôme de degré 2.

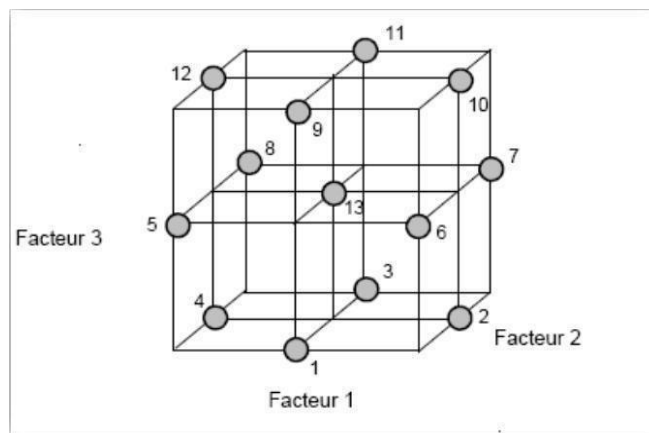
### III.4.3.2 Les plans de Doehlert

Ils permettent d'élargir le domaine expérimental par des essais complémentaires aux premiers.

### III.4.3.3. Les plans de Box-Behnken

Ils permettent à partir d'un premier plan d'étudier un facteur supplémentaire par des essais complémentaires. Ils peuvent comporter jusqu'à douze essais, auxquels on peut ajouter des points au centre (**Tableau II**). Dans la pratique, on réalise souvent 3 ou 4 points au centre. Les points expérimentaux du plan Box-Behnken sont représentés au milieu des arêtes de chacun des côtés d'un cube (**Figure 6**) (**Goupy, 2006**).

Les plans de Box-Behnken (**Box et 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.



**Figure 6.** Plan de Box-Behnken pour trois facteurs.

**Tableau II** : Plan d'expérience (box-Behnken) à trois facteurs (**Goupy, 2006**).

N° d'essai	F1	F2	F3
1	-	-	0
2	+	-	0
3	-	+	0
4	+	+	0
5	-	0	-
6	-	0	+
7	+	0	-
8	+	0	+
9	0	-	+
10	0	+	-
11	0	-	-
12	0	+	+
13	0	0	0
14	0	0	0
15	0	0	0

### III.4.3.3.1. Principe et objectif du plan d'expériences Box-Behnken

Le plan de Box-Behnken pour trois facteurs est construit sur un cube. On place les points expérimentaux non pas aux sommets du cube, mais au milieu des arêtes ou au centre des faces (carrés) ou au centre des cubes. Cette disposition a pour conséquence de répartir tous les points expérimentaux à égale distance du centre du domaine d'étude, donc sur une sphère ou sur une hyper sphère suivant le nombre de dimensions. On ajoute des points au centre du domaine d'étude (**Abdelkrim et Ait Saada, 2013**).

L'objectif est de déterminer les paramètres des facteurs permettant d'optimiser simultanément (un compromis) plusieurs réponses (**Daas, 2020**).

# **Matériel et méthodes**

### **I. Matériel**

#### **I.1 Matériel biologique**

##### **I.1.1 Matériel végétal**

L'armoise blanche a été récoltée au stade de pleine maturité en septembre 2023 dans la région de Bnisrouw wilaya de Msila en Algérie. Les échantillons ont été conservés dans des sacs à température ambiante, à l'abri de la lumière et de l'humidité jusqu'à leur utilisation.

#### **I.2 Matériel non biologique**

Le matériel, les appareils, les verreries et les produits utilisés dans cette étude sont résumés dans l'annexe I.

### **II. Méthodes**

#### **II.1 Préparation de la poudre végétale de l'armoise**

Après la récolte de la plante sèche, toutes les impuretés ont été soigneusement enlevées. Les parties aériennes ont été séparées et broyées à l'aide d'un mortier jusqu'à obtention d'une poudre très fine. Cette poudre a été tamisée pour éliminer les particules grossières, puis conservée dans des boîtes en verre à l'abri de la lumière et de l'humidité, à température ambiante, jusqu'au moment de l'utilisation.

#### **II.2 Plan expérimental et analyse statistique**

Le plan expérimental choisi est le Box Behnken qui permet d'optimiser trois facteurs d'extraction aux ultrasons. Les facteurs d'entrée choisis étaient, la concentration en éthanol qui variait de 20 à 80%, la température de traitement était comprise entre 5 et 45°C et le temps de traitement par ultrasons compris entre 10 et 60 mn. Le rendement d'extraction et le taux des polyphénols totaux étaient choisis comme les variables dépendantes. Les facteurs  $X_1$  (concentration en éthanol),  $X_2$  (température d'extraction) et  $X_3$  (temps d'extraction) ont conduit à la construction d'une matrice d'expérience pour l'optimisation de l'extraction assistée aux ultrasons.

**Tableau III** : Variables indépendantes codées et non codées

Variables indépendantes	Niveaux codés		
	-1	0	+1
Concentration en éthanol (%)	20	50	80
Température (°C)	5	25	45
Temps (mn)	10	35	60

Pour évaluer l'effet des variables sur les réponses (rendement d'extraction et taux de polyphénols totaux), une analyse de régression et une analyse de la variance ANOVA ont été réalisées à l'aide du logiciel JMP (V7), basé sur un modèle polynomial quadratique complet avec un niveau de confiance de 95% probabilité ( $p \leq 0,05$ ) pour évaluer la signification des variables de la réponse.

L'analyse multi-régression des données pour établir une équation polynomiale du second ordre (modèle quadratique) a été réalisée selon l'équation suivante (équation 1) qui prédit les conditions optimales de l'extraction des polyphénols totaux et le rendement d'extraction.

$$Y = \beta_0 + \sum \beta_i X_i + \sum \sum \beta_{ij} X_i X_j + \sum \beta_{ii} X_i^2$$

Où :

Y est la réponse prédite (% PPT, rendement d'extraction),

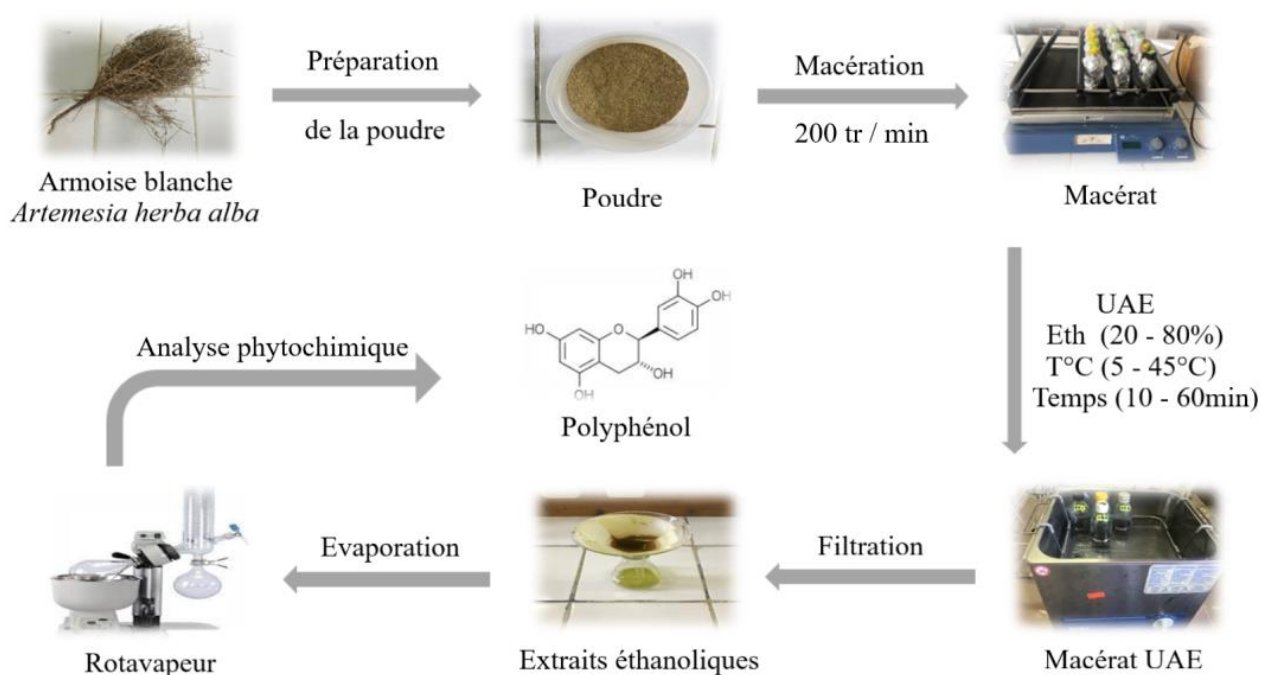
$\beta_0$ ,  $\beta_i$ ,  $\beta_{ii}$  et  $\beta_{ij}$  sont des termes d'interception, linéaire, quadratique et de régression croisée, respectivement.

$X_i$  et  $X_j$  sont des variables indépendantes.

La surface de réponse en trois dimensions (RSM) est une représentation graphique de l'équation de régression. Il est prévu de comprendre l'interaction des variables et de déterminer le niveau optimal de chaque variable pour obtenir une réponse maximale. Chaque surface de réponse tracée pour les taux de polyphénols totaux et le rendement d'extraction représente les différentes combinaisons de deux variables d'essai simultanément tout en maintenant l'autre variable au niveau zéro.

### II.3 Processus d'extraction assisté aux ultrasons

Pour l'optimisation du processus d'extraction assisté aux ultrasons, une quantité de 2g de poudre de plante d'armoise blanche a été placée dans un flacon de 100 ml contenant 40ml d'éthanol à différentes concentrations selon la matrice expérimentale à une température ambiante et à l'abri de la lumière sous agitation douce pendant 24 heures. Le mélange est ensuite soumis aux Ultrasons dans un bain à ultrasons de type « Wise Cleaner » (Ultrasonic Cleaner Set, WUCD06H, Corée) de dimensions 29 x 15 x 15,6 cm<sup>3</sup>, tout en respectant la température et le temps de traitement. Les extraits ont été séparés par filtration sur papier wathman N°01 et mis à évaporation puis stockés à 4°C jusqu'à utilisation. Quinze expériences ont été réalisées selon la matrice expérimentale du plan Box-Behnken, chacune répétée deux fois. Les rendements d'extraction et le taux de composés phénoliques totaux ont été pris en compte lors des tests d'optimisation de la méthodologie de surface de réponse et de validation du modèle.



**Figure 7.** Résumé graphique de l'expérimentation

### III. Analyses physico-chimiques de la poudre d'armoise

#### III.1 Détermination de la teneur en eau

##### ➤ Principe

La méthode utilisée pour déterminer l'humidité des échantillons est la dessiccation à  $103\text{ C}^\circ \pm 2\text{ C}^\circ$  jusqu'à l'obtention d'un poids constant (Audigie et al., 1982). Pour éviter toute reprise d'humidité, il convient d'opérer dans des creusets en aluminium placés dans un dessiccateur.

##### ➤ Mode opératoire

Peser les creusets en aluminium vide sur une balance de précision ensuite introduire dedans 1g de poudre végétale et les placer dans l'étuve réglée à  $105\text{ C}^\circ$  pendant 24 h. Les creusets avec poudre sont repesés après refroidissement.

##### ➤ Expression des résultats

La teneur en eau (%) du matériel végétal est donnée par la formule suivante :

$$\text{Teneur en eau (\%)} = \frac{P1 - P2}{P1} \times 100$$

Dont :

P1 : Poids initial en (g) de la prise d'essai avant séchage.

P2 : Poids final en (g) de la prise d'essai après séchage.

A partir de la teneur en eau, on détermine le taux de la matière sèche qui est donné par la formule suivante :

$\text{Taux de matière sèche (\%)} = 100 - \text{teneur en eau (\%)}$
-----------------------------------------------------------------------

#### III.2 Détermination du taux de cendre (Matière minérale)

##### ➤ Principe

Le principe consiste en une incinération de la poudre de l'armoise au four à moufle, dans des creusets en porcelaine, à une température de  $550\text{ C}^\circ$ . L'opération est terminée lorsque la couleur des résidus devient blanche grisâtre, qui se transformera en une couleur blanche après refroidissement (Audigie et al., 1982).

### ➤ Mode opératoire

Peser avec précision trois creusets en porcelaine à l'aide d'une balance de précision, puis y introduire 1 gramme de poudre végétale dans chacun. Placer ces creusets dans un four à moufle réglé à 500°C pendant quatre heures. Après dessiccation, reprendre le poids des trois creusets contenant les cendres.

### ➤ Expression des résultats

Les résultats sont exprimés selon la formule suivante :

$$Tc\% = \frac{m2 - m0}{m1 - m0} \times 100$$

Tc : Taux de cendres en %.

m0 : La masse du creuset vide en (g).

m1 : La masse du creuset et l'échantillon avant séchage en (g).

m2 : La masse de creuset et l'échantillon après séchage en (g).

## III.3 Détermination du taux d'extractibles

### ➤ Principe

L'extraction par Soxhlet est une méthode simple et convenable permettant de répéter infiniment le cycle d'extraction avec du solvant frais jusqu'à l'épuisement complet du soluté dans la matière première (Penchev, 2010). Les extractibles ont été extraits par une combinaison de deux solvant organiques (le toluène et l'éthanol), avec un appareil de type Soxhlet, le solvant est évaporé, l'échantillon est séché puis pesé.

### ➤ Mode opératoire

Le ballon est d'abord pesé à l'aide d'une balance de précision, puis 2 grammes de poudre végétale sont soigneusement pesés et placés dans une cartouche cellulosique de l'appareil d'extraction. Dans le ballon, 200 ml de toluène et 100 ml d'éthanol sont ajoutés. Une fois l'extracteur monté sur le ballon et positionné sous le réfrigérant, l'appareil est allumé et le chauffe-ballon est activé jusqu'à ce que le niveau du solvant dépasse la cartouche. À ce stade, l'ébullition est stoppée et le solvant contenu dans l'extracteur est vidé. Par la suite, l'ensemble des solvants est porté à ébullition dans le chauffe-ballon pendant une durée de 5 heures. Après évaporation maximale du solvant, le ballon est séché à l'étuve à 40 °C pendant quelques minutes avant d'être transféré dans un dessiccateur. Une fois refroidi, le ballon est repesé pour évaluer

précisément la masse des résidus restants.

### ➤ Expression des résultats

Les résultats sont exprimés par la formule suivante :

$$Te \% = \frac{P2 - P1}{PE} \times 100$$

Dont :

Te : Taux des extractibles en%

P1 : Poids du ballon vide (g)

P2 : Poids du ballon après séchage (g)

PE : Prise d'essai (g).

## IV. Analyse phytochimiques des extraits

### IV.1 Détermination du rendement de l'extraction

#### ➤ Principe

Le rendement représente la quantité d'extrait obtenue après évaporation du solvant (éthanol), exprimé en pourcentage par rapport à la masse initiale de la plante utilisée pour l'extraction. Ce calcul suit l'équation décrite par Mahmoudi et *al.* (2013).

#### ➤ Expression des résultats

Les résultats sont exprimés par la formule suivante :

$$R(\%) = \frac{M \text{ ext}}{M \text{ éch}} \times 100$$

R : Rendement d'extraction (%).

M ext : Masse de l'extrait sec (g).

M éch : Masse de la matière végétale sèche utilisée (g)

### IV.2 Dosage des polyphénols totaux

#### ➤ Principe

Les polyphénols sont déterminés par spectrophotométrie selon la méthode de Folin-Ciocalteu (Singleton et Rossi, 1965). Ce réactif à une couleur jaune, ils réduisent ce dernier en un complexe de couleur bleue à 650 nm. L'intensité de la couleur est proportionnelle au taux des polyphénols oxydés (Boizot et Charpentier, 2006).

#### ➤ Mode opératoire

Pour chaque extrait, 5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu (dilué 10 fois) sont ajoutés à 1 ml dans des tubes à essais. Après une incubation de 5 minutes, 4 ml de carbonate de sodium à 7,5% (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) sont ensuite ajoutés. Les tubes sont laissés à incuber pendant 2 heures à température ambiante et à l'abri de la lumière. Après incubation, l'absorbance est mesurée à 765 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-visible. Les concentrations en polyphénols totaux des extraits sont calculées en se référant à une courbe d'étalonnage établie avec de l'acide gallique à différentes concentrations (0-32 µg/ml). Les teneurs en phénols totaux dans les extraits sont exprimées en milligramme (mg) équivalent d'acide gallique par gramme (g) de matière sèche (mg EAG/ g MS).

**Tableau IV** : Préparation des gammes de dilutions de l'acide gallique.

Concentration (µg /ml)	0	2	4	8	16	32
Volume SM (ml)	0	0,625	1,25	2,5	5	10
Volume d'éthanol (ml)	10	9,375	8,75	7,5	5	0

# **Résultats et Discussion**

### I. Résultats des analyses physico-chimiques de la poudre d'armoise

Les résultats des analyses physico-chimiques de la plante *Artemisia herba alba* sont résumés dans le tableau V.

**Tableau V** : Résultats des analyses physico-chimiques de la poudre d'armoise

Paramètres	Teneur en (%)
Taux d'humidité	4
Taux de cendre	6,5
Taux d'extractibles	19,94

La plante d'*Artemisia* présente un taux d'humidité de 4 %, correspondant à une teneur en matière sèche de 96 %. Ces résultats sont cohérents avec les travaux de **Kadi et Zirmi-Zembri (2016)**, qui ont trouvé une humidité de 4,89 % (matière sèche de 95,11 %) dans l'*Artemisia* des régions de Boussaâda et Djelfa. De plus, **Ait Aoudia et Aneur (2024)** ont rapporté une teneur en humidité de 5 % pour la même espèce. La plante fraîchement récoltée présente un taux d'humidité de 45,54 % et une matière sèche de 54,45 %, selon **Keddachi et Mihoubi (2015)**. Ces variations peuvent s'expliquer par la disponibilité en eau du sol et la capacité de rétention d'eau de la plante. Par exemple, **Lombardi et al. (2019)** ont montré que les jeunes pousses contiennent plus d'eau que les plantes matures, qui développent des mécanismes de conservation d'eau (la fermeture des stomates, de petites ouvertures sur les feuilles, pour réduire la perte d'eau par évapotranspiration en réponse à des conditions de sécheresse). **Chaturvedi et Bisht (2014)** ont également noté que des températures élevées et une faible humidité relative augmentent l'évapotranspiration, réduisant ainsi la teneur en humidité de l'*Artemisia*. Par ailleurs, les conditions de séchage, incluant la température et la durée du séchage, influencent fortement la teneur en eau résiduelle des plantes (Smith et Jones, 2018). Les résultats indiquent que les plantes séchées à des températures plus élevées et pendant des périodes plus longues tendent à avoir une teneur en eau plus faible.

La teneur en cendres de l'*Artemisia* est de 6,5 %, représentant la teneur en minéraux de la plante. Ce paramètre varie selon la plante, l'espèce, le climat et les conditions de récolte. **Kadi et Zirmi-Zembri (2016)** ont trouvé des taux de cendres entre 7,5 % et 8 % dans l'*Artemisia* de Boussaâda et

## Résultats et discussion

---

Djelfa. En revanche, **Keddachi et Mihoubi (2015)** ont rapporté une teneur en cendres de 1,35 %. Les variations peuvent être attribuées aux conditions climatiques, telles que la température et les précipitations, ainsi qu'aux sols riches en sels minéraux et en matières organiques. **Liu et al. (2020)** ont confirmé que les conditions de récolte (période de l'année, méthodes de récolte, stockage et séchage, et conditions environnementales telles que la température et les précipitations) influencent également la teneur en cendres.

La teneur en extractibles de l'*Artemisia* est de 19,94 %, en accord avec **Ait Aoudia et Ameur (2024)** qui ont trouvé 17,5 %. **Djeddi et Hamouda (2015)** ont rapporté aussi une teneur de 20,1 %. Les différences en extractibles des différentes plantes dépendant de plusieurs facteurs, dont l'âge de la plante au moment de la récolte, qui influence directement le rendement. **Chemat et al. (2017)** ont démontré que la méthode d'extraction, comme l'extraction assistée par ultrasons, et le solvant utilisé influencent significativement le rendement et la pureté de l'extrait. **Yeboah et al. (2012)** ont également montré que l'application de différents types de fertilisants peut modifier la teneur en composés bioactifs de la plante. Les variations constatées dans la composition chimique de l'*Artemisia* sont attribuables à des facteurs environnementaux, génétiques, climatiques et aux conditions de séchage, soulignant l'importance de standardiser les conditions de culture, de récolte et de traitement post-récolte pour obtenir des données comparables et fiables.

## II. Résultats des analyses phytochimiques des extraits éthanoliques

### II.1 Résultats de rendement et de polyphénols totaux

Les résultats de rendement et du taux des polyphénols totaux observés et prédits suivant la matrice expérimentale sont présentés dans les tableaux **VI** et **VII**.

Comme le montre le tableau (VI), le rendement oscillait entre 10 % et 18 %. La performance la plus élevée (18 %) a été constatée lors de l'extraction avec une concentration en éthanol de 20% à 25 °C pendant 60 min ; tandis que le rendement le plus faible (10 %) a été obtenu lorsque les paramètres d'extraction étaient à la température maximale, au temps d'extraction moyen et à la concentration en éthanol maximale, respectivement 45 °C, 35 min et 80 %. Dans cette optique, il est possible de conclure qu'un rendement élevé a été obtenu en utilisant une concentration en éthanol (Ethanol / Eau) basse, une température moyenne et un temps d'extraction élevé.

## Résultats et discussion

**Tableau VI** : Résultats de rendement après extraction

Codes	Concentration en éthanol	Température	Temps	RDT	RDT prédits
-0-	20	25	10	13,54	13,9775
0 - -	50	5	10	10,5	11,31
--0	20	5	35	15	13,8125
000	50	25	35	12,23	12,3333333
000	50	25	35	12,23	12,3333333
0 + +	50	45	60	15	14,19
+ - 0	80	5	35	12,5	12,4725
-0+	20	25	60	18	18,7825
+ 0 -	80	25	10	14	13,2775
0 + -	50	45	10	14,25	13,695
+ + 0	80	45	35	10	11,1875
- + 0	20	45	35	17,18	17,2075
0 - +	50	5	60	14,1	14,465
000	50	25	35	12,23	12,3333333
+ 0 +	80	25	60	12,5	12,1225

**Tableau VII** : Résultats des polyphénols totaux

Codes	Concentration en éthanol	Température (°C)	Temps (mn)	Taux de Polyphénols (mg EAG/g MS)	Valeurs prédites (%)
-0-	20	25	10	1,195	1,20125
+0+	80	25	60	0,885	0,87875
—0	20	5	35	1,14	1,16125
000	50	25	35	1,035	1,015
+0-	80	25	10	0,865	0,87625
0+-	50	45	10	1,06	1,07
0—	50	5	10	1,08	1,0525
000	50	25	35	0,97	1,015
000	50	25	35	1,04	1,015
+—0	80	5	35	0,885	0,90125
0—+	50	5	60	1,125	1,115
++0	80	45	35	0,815	0,79375
-0+	20	25	60	1,395	1,38375
0++	50	45	60	1,165	1,1925
—+0	20	45	35	1,38	1,36375

## Résultats et discussion

---

Quant au tableau VII des polyphénols, il montre que le taux variait de 0,815 à 1,395mg/g de matière sèche. L'extraction la plus importante des polyphénols totaux (1,395mg / g de matière sèche) a été observée lorsque le traitement était effectué avec une concentration en éthanol de 20% (éthanol/ eau) à 25 °C pendant 60 min ; alors que le plus faible taux d'extraction (0,815 mg / g de matière sèche) a été obtenu lorsque les conditions d'extraction étaient dans la valeur maximal de température, un temps d'extraction moyen et un pourcentage en éthanol maximal, 45 °C, 35 min et 80% respectivement. Dans ce contexte, on peut dire que la meilleure extraction des polyphénols totaux a nécessité une concentration en éthanol faible, un temps d'extraction élevé et une température moyenne.

### II.2. Résultats du plan expérimental et de l'analyse statistique

#### II.2.1 Résultats de l'analyse de la variance

Les résultats de l'analyse de la variance (ANOVA) du modèle d'étude pour le rendement et pour les polyphénols sont présentés dans les tableaux **VIII** et **IX**.

Les résultats de l'analyse de la variance du rendement d'extraction et du taux de polyphénols montrent que le modèle est statistiquement significatif.

## Résultats et discussion

**Tableau VIII** : Résultats de l'analyse de la variance du rendement.

Source	Degré de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	F Ratio
Modèle	9	61,496368	6,83293	5,6749
Erreur	5	6,020325	1,20407	<b>Prob &gt; F</b>
C. Total	14	67,516693		0,0352
<b>Manque d'ajustement</b>				
Source	Degré de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	F Ratio
<b>Manque d'ajustement</b>	3	6,0203250	2,00678	.
Pure erreur	2	0,0000000	0,00000	<b>Prob &gt; F</b>
Erreur totale	5	6,0203250		.
				<b>Max RSq</b> 1,0000

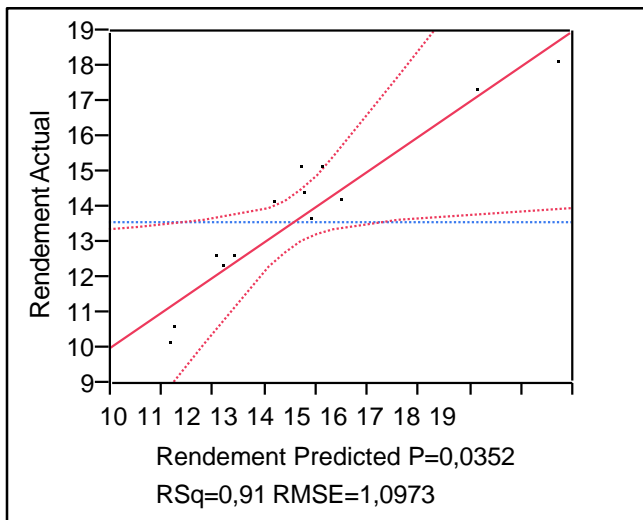
**Tableau IX** : Résultats de l'analyse de la variance des polyphénols totaux.

Source	Degré de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	F Ratio
Modèle	9	0,41558500	0,046176	35,3840
Erreur	5	0,00652500	0,001305	<b>Prob &gt; F</b>
C. Total	14	0,42211000		0,0005
<b>Manque d'ajustement</b>				
Source	Degré de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	F Ratio
Manque d'ajustement	3	0,00347500	0,001158	0,7596
Pure erreur	2	0,00305000	0,001525	<b>Prob &gt; F</b>
Erreur totale	5	0,00652500		0,6113
		<b>Max RSq</b> 0,9928		

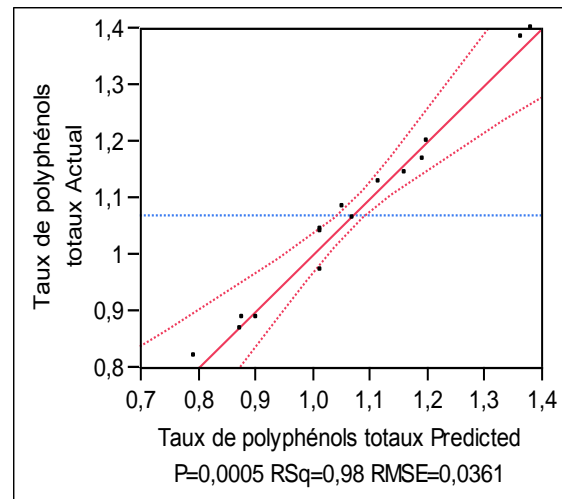
### II.2.2 Résultats statistiques du modèle de surface de réponse (RSM)

Les résultats de cette étude montrent que le coefficient de détermination  $R^2$  est égal à 0,91 et 0,98 pour le modèle de régression prédisant le rendement d'extraction et le taux des polyphénols totaux respectivement, ce qui indique que 91% de la variabilité de la réponse au rendement et 98% pour les polyphénols totaux pourrait être expliquée par le modèle.

Un  $R^2$  élevé indique que la variation pourrait être prise en compte de manière satisfaisante dans les données pour l'ajustement du modèle. Le modèle prédit semble représenter raisonnablement les valeurs observées. La réponse a donc été suffisamment expliquée par le modèle. Le  $R^2$  n'est pas considéré comme le point principal pour impliquer la précision du modèle, car en plus de la variable, le modèle augmentera la valeur de  $R^2$ . En conséquence, le  $R^2$  ajusté est plus approprié pour évaluer le modèle si sa valeur est supérieure à 98% (Tan et al. 2012). Si de nombreux termes non significatifs avaient été inclus dans le modèle, le  $R^2$  ajusté serait remarquablement inférieur au  $R^2$  (Chan et al. 2009). Dans cette étude, le  $R^2$  ajusté était proche du  $R^2$  correspondant (0,96) pour les polyphénols totaux, et légèrement éloigné pour le  $R^2$  ajusté du rendement correspondant (0,75), ce dernier s'explique par le non significativité de quelques paramètres.



(a)



(b)

**Figure 08.** Diagrammes de parité montrant les valeurs observées par rapport aux valeurs prédites du modèle pour le rendement (a) et pour les polyphénols (b).

## Résultats et discussion

La conception du plan de surface statistique offre l'occasion de déterminer les conditions optimales pour tous les facteurs en même temps en établissant la relation entre eux et les réponses prédites. Les coefficients de régression ont été estimés et l'équation polynomiale du second ordre a été obtenue pour une teneur maximale en rendement et en polyphénols totaux (tableau X).

**Tableau X** : Résultats des coefficients de l'équation de régression du rendement

Termes	Estimations	Erreur standard	t Ratio	Prob> t
Intercepte	12,23	0,633526	19,30	<,0001*
Ethanol (20,80)	-1,84	0,387954	-4,74	0,0051*
Température (5,45)	0,54125	0,387954	1,40	0,2218
Temps (10,60)	0,91375	0,387954	2,36	0,0651
Ethanol *température	-1,17	0,548649	-2,13	0,0861
Ethanol *temps	-1,49	0,548649	-2,72	0,0420*
Température *temps	-0,7125	0,548649	-1,30	0,2507
Ethanol *éthanol	1,24375	0,571052	2,18	0,0813
Température *température	0,19625	0,571052	0,34	0,7451
Temps *temps	1,03625	0,571052	1,81	0,1293

$$Y = 12,23 - 1,84 X_1 + 0,54125 X_2 + 0,91375 X_3 - 1,17 X_1 * X_2 - 1,49 X_1 * X_3 - 0,7125 X_2 * X_3 + 1,24375 X_1^2 + 0,19625 X_2^2 + 1,03625 X_3^2$$

**Avec**

**Y** : Rendement d'extraction (%)

**X<sub>1</sub>** : Concentration en éthanol (%)

**X<sub>2</sub>** : Température (°C)

**X<sub>3</sub>** : Temps (min)

Le modèle mathématique issu de cette optimisation indique que, pour obtenir une désirabilité maximale avec un rendement de 19,95 %, les conditions suivantes doivent être respectées : X<sub>1</sub> (concentration en éthanol) doit être de 20 %, X<sub>2</sub> (température) doit atteindre 45°C et X<sub>3</sub> (temps) doit être de 60 minutes.

## Résultats et discussion

**Tableau XI** : Résultats des coefficients de l'équation de régression des polyphénols totaux

Termes	Estimations	Erreur standard	t Ratio	Prob> t
Intercepte	1,015	0,020857	48,67	<,0001*
Ethanol (20,80)	-0,2075	0,012772	-16,25	<,0001*
Température (5,45)	0,02375	0,012772	1,86	0,1220
Temps (10,60)	0,04625	0,012772	3,62	0,0152*
Ethanol*température	-0,0775	0,018062	-4,29	0,0078*
Ethanol*temps	-0,045	0,018062	-2,49	0,0551
Température*temps	0,015	0,018062	0,83	0,4441
Ethanol*éthanol	0,00875	0,0188	0,47	0,6612
Température*température	0,03125	0,0188	1,66	0,1574
Temps*temps	0,06125	0,0188	3,26	0,0225*

$$Y = 1,015 - 0,2075 X_1 + 0,02375X_2 + 0,04625X_3 - 0,0775X_1 * X_2 - 0,045X_1 * X_3 + 0,015X_2 * X_3 + 0,00875X_1^2 + 0,03125X_2^2 + 0,06125X_3^2$$

**Avec**

**Y** : La teneur en polyphénols totaux (%)

**X<sub>1</sub>** : Concentration en éthanol (%)

**X<sub>2</sub>** : Température (°C)

**X<sub>3</sub>** : Temps (min)

Le modèle mathématique issu de cette optimisation indique que, pour obtenir une désirabilité maximale en polyphénols totaux de 1,53, les conditions optimales sont les suivantes : une concentration en éthanol (X<sub>1</sub>) de 20%, une température (X<sub>2</sub>) de 45°C et un temps d'extraction (X<sub>3</sub>) de 60 minutes. Le modèle mathématique pour l'optimisation de ces variables rendement et polyphénols totaux révèle des conditions d'extraction identiques pour une optimisation maximale, indiquant ainsi la robustesse du modèle.

### II.3 Analyse de la surface de réponse

L'influence de trois variables indépendantes sur le rendement et sur les polyphénols totaux a été rapportée via le coefficient significatif (p <0,05) de l'équation de régression polynomiale du second ordre. Le meilleur moyen d'exprimer l'effet de tous les paramètres sur le rendement et les polyphénols totaux dans l'espace expérimental étudié était de générer des tracés de surface de réponse de l'équation. La relation entre les variables indépendantes et dépendantes est représentée

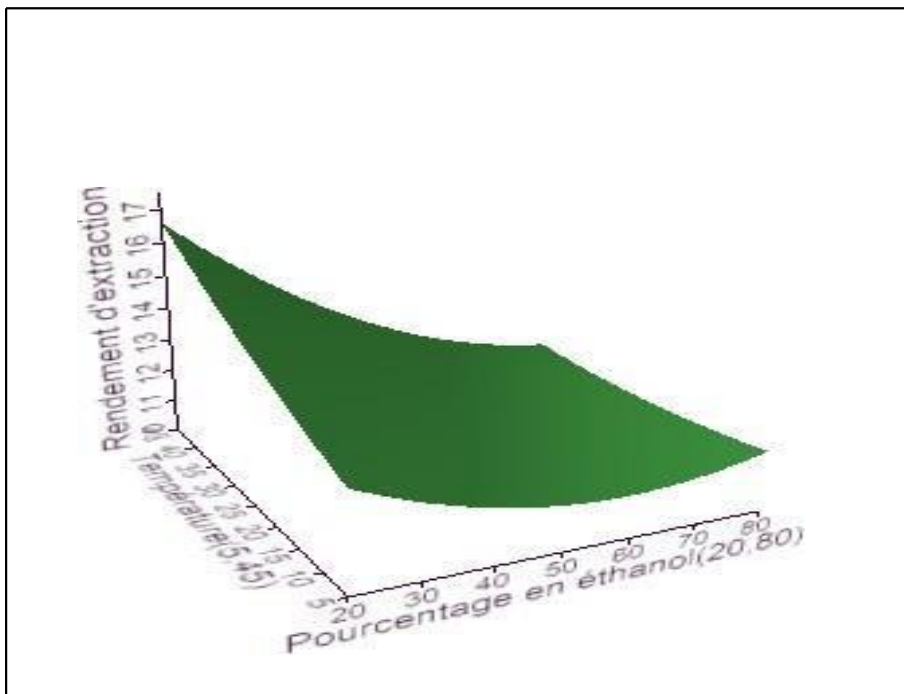
## Résultats et discussion

graphiquement par la surface de réponse 3D. Les courbes des surfaces de réponse 3D ont montré les effets des variables indépendantes et leurs interactions mutuelles sur le rendement et les polyphénols totaux. Un graphique tridimensionnel de la surface de réponse a été tracé, indiquant l'effet d'interaction des variables d'extraction (concentration en éthanol, température et temps). Différentes formes des courbes de niveau indiquent des interactions différentes entre les variables, une courbe de contour elliptique indique que les interactions entre les variables sont significatives.

Une surface de réponse peut être utilisée pour expliquer comment deux facteurs du procédé d'extraction interagissent lorsque le troisième est fixé. La surface de réponse peut également être utilisée pour déterminer les niveaux optimaux des facteurs d'extraction pour une réponse maximale en rendement et en polyphénols totaux au point le plus élevé de la surface.

### II.3.1 Analyse de surface de réponse des rendements d'extraction

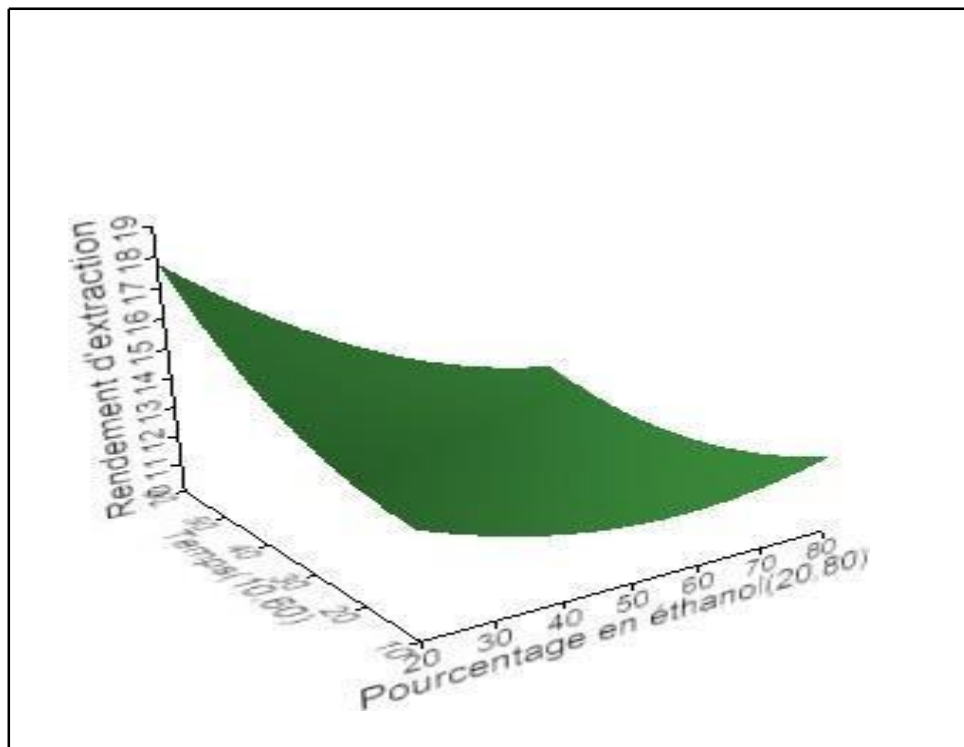
Les surfaces de réponses du rendement d'extraction sont représentées dans les figures ci-dessous.



**Figure 9.** Surface de réponse reflétant l'impact des interactions entre la température et la concentration en éthanol.

## Résultats et discussion

Le graphique présente un plan de surface illustrant l'effet de la concentration en éthanol et de la température sur le rendement dans une extraction assistée par ultrasons (figure 9). On observe que l'augmentation de la température améliore le rendement, atteignant son maximum à des températures plus élevées. En revanche, la concentration en éthanol montre une relation complexe avec le rendement ; celui-ci est optimal à des concentrations en éthanol faibles. Sauf que l'interaction des deux facteurs n'a aucun effet significatif sur le rendement. Ces observations sont cohérentes avec les études sur l'extraction assistée par ultrasons. Par exemple, **Wen et al. (2018)** ont démontré que l'augmentation de la température améliore l'efficacité de l'extraction par ultrasons en augmentant la solubilité des composés et en réduisant la viscosité du solvant, facilitant ainsi la libération des composés actifs. De plus, les travaux de **Chemat et al. (2012)** indiquent que des concentrations modérées en éthanol peuvent améliorer l'extraction en équilibrant la polarité du solvant, ce qui optimise la solubilisation des composés cibles. Ainsi, pour maximiser le rendement avec l'extraction assistée par ultrasons, il est important d'augmenter la température et d'ajuster la concentration en éthanol à des niveaux optimaux.

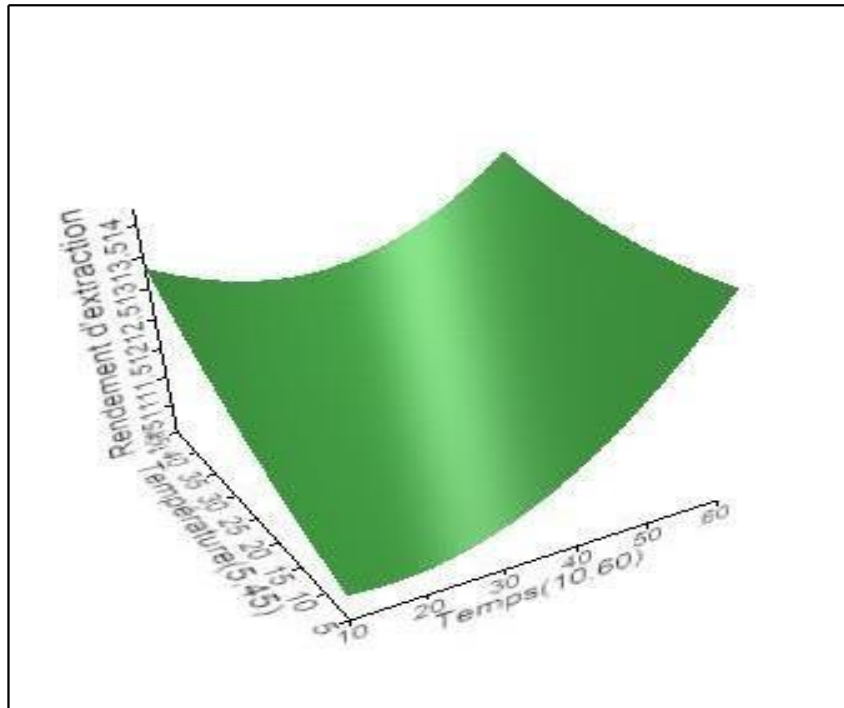


**Figure 10.** Surface de réponse reflétant l'impact des interactions entre le temps et la concentration en éthanol.

## Résultats et discussion

---

Le graphique présente un plan de surface montrant l'effet de la concentration en éthanol et du temps sur le rendement dans une extraction assistée par ultrasons (figure 10). On observe que l'augmentation de la concentration en éthanol réduit le rendement, tandis que l'augmentation du temps de traitement augmente le rendement, atteignant son maximum à des durées plus longues. Ainsi que l'interaction entre ces deux facteurs engendre un effet significatif sur le rendement. Ces observations sont cohérentes avec les études sur l'extraction assistée par ultrasons, comme celle de **Toma et al. (2001)**, qui ont démontré que des temps d'extraction plus longs permettent une meilleure libération des composés cibles en augmentant l'efficacité de la cavitation ultrasonore. Par ailleurs, **Chemat et al. (2017)** ont montré que des concentrations élevées d'éthanol peuvent saturer le solvant et réduire l'efficacité de l'extraction. Ainsi, pour optimiser le rendement de l'extraction assistée par ultrasons, il est recommandé d'utiliser des durées d'extraction prolongées et de maintenir la concentration en éthanol à des niveaux modérés voire bas.



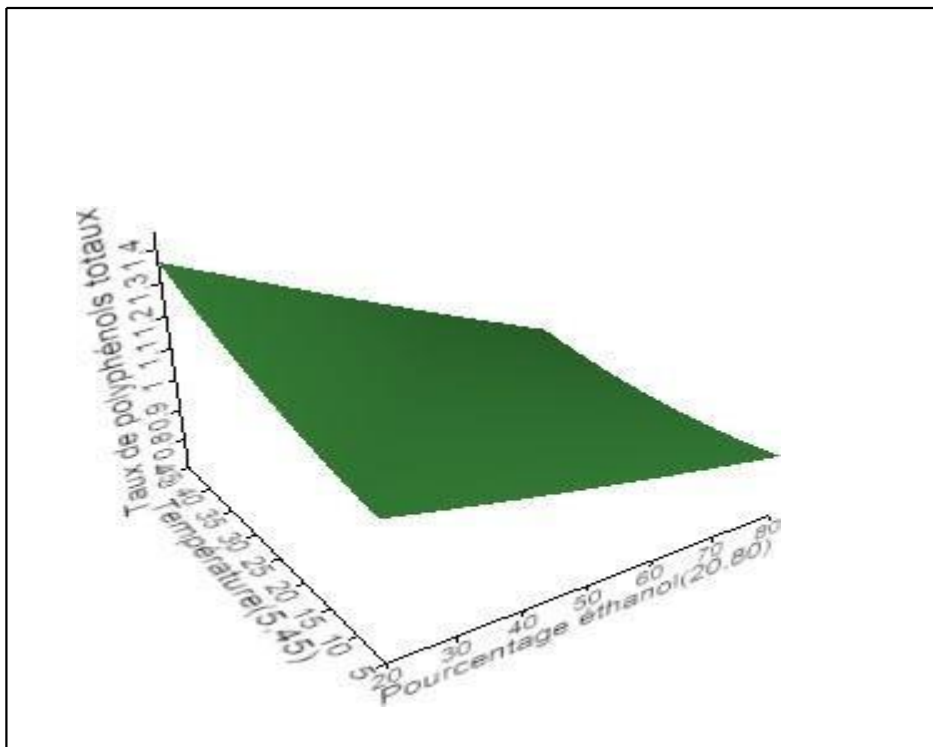
**Figure 11.** Surface de réponse reflétant l'impact des interactions entre la température et le temps

## Résultats et discussion

Le graphique présente un plan de surface illustrant l'effet combiné du temps et de la température sur le rendement dans une extraction assistée par ultrasons (figure 11). On observe que l'augmentation de la température améliore significativement le rendement, atteignant des niveaux plus élevés à des températures plus élevées. De même, l'augmentation du temps de traitement conduit également à une augmentation du rendement. Cependant, l'interaction entre les facteurs n'a aucun effet significatif sur le rendement. Cette corrélation positive entre le temps, la température et le rendement est en accord avec les études existantes sur l'extraction assistée par ultrasons.

### II.3.2 Analyse de surface de réponse des polyphénols totaux

Les surfaces de réponses des taux des polyphénols totaux sont résumées dans les graphes 3D ci- dessous.



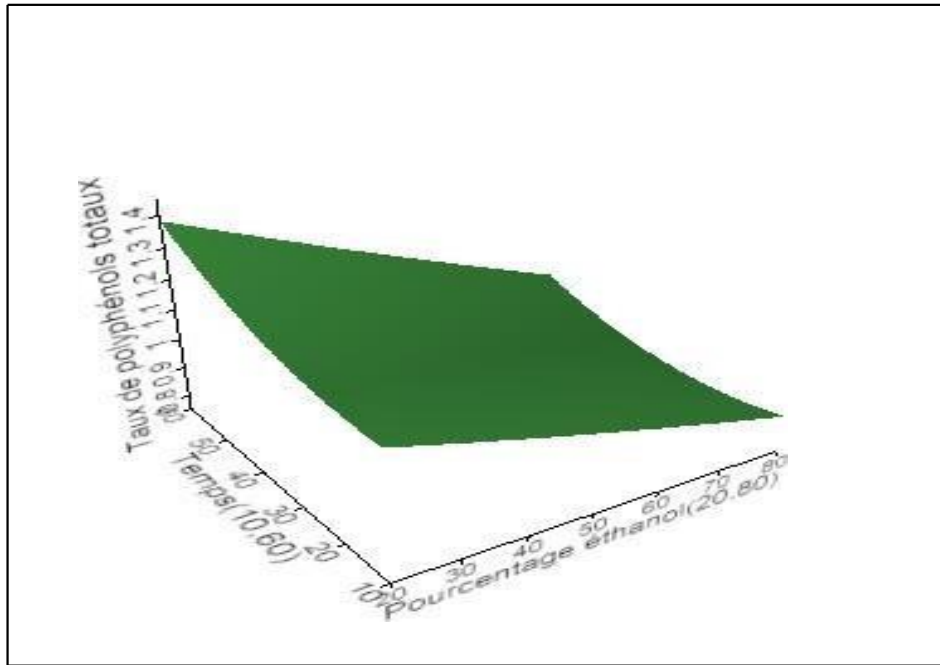
**Figure 12.** Surface de réponse reflétant l'impact des interactions entre la température et la concentration en éthanol.

Les résultats de cette étude, représentés par le plan de surface en 3D (figure 12), montrent que le taux de polyphénols totaux extraits dépend de manière significative de l'interaction de la concentration en

## Résultats et discussion

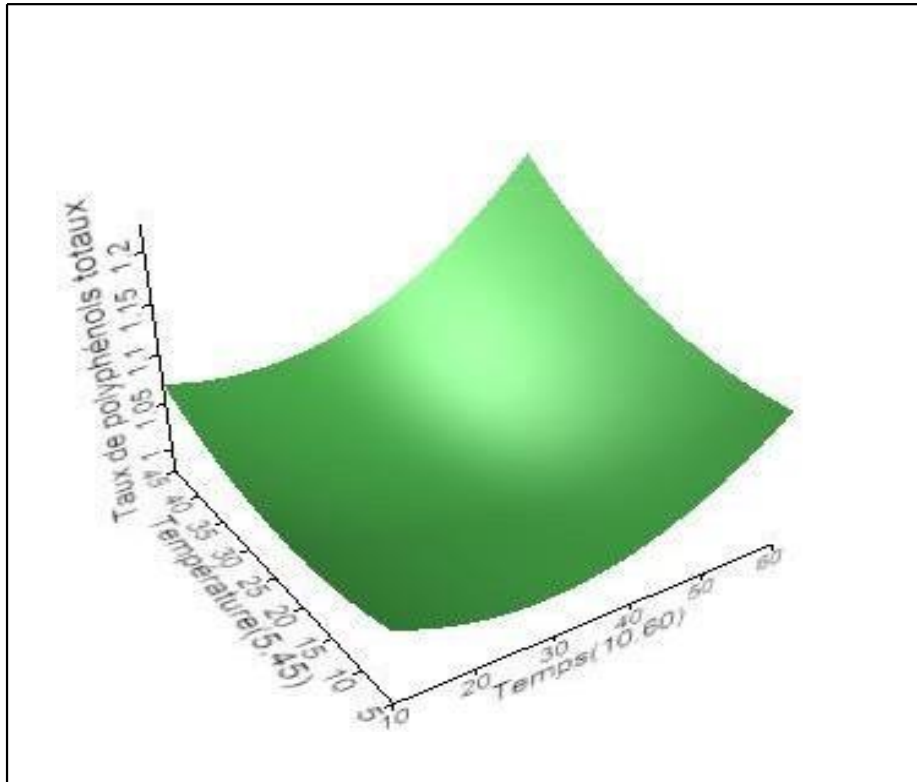
---

éthanol et de la température. Il est observé que le taux de polyphénols totaux diminue à mesure que le pourcentage d'éthanol augmente, ce qui suggère que des concentrations élevées d'éthanol peuvent nuire à l'efficacité d'extraction des polyphénols ou provoquer leur dégradation. Parallèlement, une augmentation de la température semble favoriser une augmentation du taux de polyphénols, suivie d'une stabilisation (**Jones et al., 2020**). De plus, la température joue un rôle important ; des températures plus basses (5 °C) sont moins efficaces pour l'extraction, tandis que des températures plus élevées (jusqu'à 45 °C) favorisent l'extraction jusqu'à un point optimal, au-delà duquel une dégradation thermique des polyphénols peut survenir (**Smith et al., 2018**). Il est donc essentiel d'optimiser à la fois le pourcentage d'éthanol et la température pour maximiser l'extraction des polyphénols, en utilisant des approches telles que la méthode de réponse de surface pour déterminer les conditions idéales (**Doe et al., 2019**). Ces résultats sont cohérents avec des études antérieures qui ont démontré l'importance de la solubilité et de la diffusion des polyphénols dans les solvants alcooliques (**Brown et al., 2017**). Pour les applications industrielles, telles que les industries alimentaires et pharmaceutiques, cette optimisation est nécessaire pour maximiser les rendements et garantir la qualité des produits finis (**Miller et al., 2021**). Ainsi, une exploration plus approfondie des interactions entre ces paramètres, ainsi que d'autres facteurs comme la durée d'extraction et l'utilisation de différents solvants, pourrait offrir des perspectives intéressantes pour améliorer le processus d'extraction des polyphénols.



**Figure 13.** Surface de réponse reflétant l'impact des interactions entre le temps et la concentration en éthanol.

Le graphique tridimensionnel montre l'impact de la concentration en éthanol et du temps de traitement sur le taux de polyphénols totaux (figure 13). Il est évident que le taux de polyphénols totaux augmente avec le temps de traitement, indiquant une extraction plus efficace des polyphénols à mesure que le processus se prolonge. Cependant, à mesure que le pourcentage d'éthanol augmente, le taux de polyphénols totaux diminue, suggérant que des concentrations plus élevées d'éthanol peuvent réduire l'efficacité d'extraction ou entraîner une dégradation des polyphénols. En outre, l'interaction du temps et de l'éthanol n'a pas montré d'effet significatif. Cette observation concorde avec les études de **Silva et al. (2007)**, qui ont montré que des concentrations modérées d'éthanol sont optimales pour l'extraction des polyphénols, tandis que des concentrations trop élevées peuvent avoir des effets négatifs. Ils ont également noté que des temps de traitement plus longs favorisent une extraction plus complète des composés phénoliques. Ces résultats soulignent l'importance de trouver un équilibre entre le temps de traitement et la concentration d'éthanol pour maximiser l'extraction des polyphénols tout en minimisant leur dégradation.



**Figure 14.** Surface de réponse reflétant l'impact des interactions entre la température et le temps.

La figure 14 présente un plan de surface en 3D illustrant la variation du taux de polyphénols totaux en fonction du temps (en minutes) et de la température (en degrés Celsius). On observe que le taux de polyphénols augmente avec le temps, indiquant que plus l'extraction dure longtemps, plus la quantité de polyphénols extraits est élevée. Toutefois, il peut y avoir une saturation où l'augmentation devient moins significative. La température a également un impact notable sur l'extraction des polyphénols : des températures plus élevées favorisent une meilleure extraction en augmentant la solubilité des composés et la diffusion (**Chew et al., 2011**). Cependant, des températures trop élevées peuvent dégrader certains polyphénols sensibles (**Pinelo et al., 2005**). L'interaction entre le temps et la température est aussi importante et ce malgré l'effet non significatif de cette interaction : un équilibre optimal entre ces deux facteurs maximise l'extraction des polyphénols. Des temps plus courts peuvent être compensés par des températures plus élevées et vice versa, ce qui montre l'importance d'ajuster ces paramètres pour optimiser les rendements (**Dai et Mumper, 2010**). En conclusion, ce plan de surface permet de comprendre que la variation

## Résultats et discussion

---

des taux de polyphénols totaux dépend de manière significative du temps et de la température, soulignant l'importance d'une optimisation fine de ces conditions pour maximiser l'extraction des polyphénols d'*Artemisia*.

# **Conclusion**

## Conclusion

---

### Conclusion

L'armoise blanche (*Artemisia herba-alba*) est une plante médicinale traditionnellement utilisée pour ses nombreux bienfaits pour la santé. Ses propriétés thérapeutiques sont principalement attribuées à sa richesse en polyphénols et à ses composés organiques dont les propriétés antioxydantes sont puissantes. Les polyphénols de l'armoise blanche jouent un rôle important dans la protection contre l'oxydation et le vieillissement cellulaire causés par les radicaux libres.

L'objectif de cette étude était d'optimiser les conditions d'extraction assistée par ultrasons des polyphénols de *l'Artemisia herba alba* en utilisant un plan expérimental de type Box-Behnken. Une caractérisation de la poudre d'armoise a été réalisée, suivie de l'optimisation des facteurs d'extraction ultrasonique pour maximiser le rendement et la teneur en polyphénols totaux.

Les résultats physicochimiques de la poudre d'*Artemisia herba alba* ont révélé des niveaux importants de cendres (6,5 %) et d'extractibles (19,94 %), indiquant une composition riche et complexe. Les résultats d'optimisation ont démontré que les conditions optimales pour un rendement et un taux de polyphénol maximal sont comme suit : une concentration en éthanol de 20%, une température de 45°C et un temps d'extraction de 60 minutes.

En termes de perspectives les propositions sont :

- Utiliser les extraits de polyphénols comme agents de conservation naturels pour prolonger la durée de vie des produits alimentaires en inhibant l'oxydation des lipides et autres réactions de dégradation.

- Incorporer les extraits riches en polyphénols d'*Artemisia herba-alba* dans des aliments fonctionnels et des compléments alimentaires pour exploiter leurs propriétés antioxydantes et promouvoir la santé.

- Adapter et mettre à l'échelle les conditions optimales d'extraction ultrasonique identifiées pour une production industrielle efficace et économique des polyphénols d'*Artemisia*.

- Étudier l'impact des polyphénols d'*Artemisia* sur les propriétés organoleptiques des aliments, comme la saveur, la couleur et la texture, afin d'améliorer l'acceptabilité des produits par les consommateurs.

- Promouvoir l'utilisation de *l'Artemisia herba-alba*, une plante locale, dans l'industrie agroalimentaire, contribuant ainsi au développement durable et à la valorisation des ressources naturelles locales.

# **Références Bibliographiques**

## Références Bibliographiques

---

1. Ababsa, M. S. (2018). Plantes médicinales et santé publique en Algérie : aspects ethnobotaniques, phytochimiques et pharmacologiques. Thèse de doctorat, Université Mentouri-Constantine, Constantine, Algérie.
2. Abdelkrim, N. E., & Ait Saada, A. (2013). Optimisation des conditions d'extraction par ultrasons des composés phénoliques à partir de feuilles de romarin (*Rosmarinus officinalis* L.). *Revue des sciences et technologies*, 6(2), 145-153.
3. Ait Aoudia, D., & Ameer, R. (2024). Effets comparatifs des ultrasons sur l'activité antimicrobienne des extraits éthanoliques de l'armoise blanche. Mémoire de master, Université Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou, Algérie.
4. Akesbi, M. (2021). Étude de l'hybridation des méta-heuristiques, application à un problème d'ordonnancement de type jobshop thèse de doctorat, Université Littoral Côte d'Opale, France.
5. Allaki, A. (2021). Etude phytochimique et antimicrobienne de l'*Artemisia herba-alba* L. Thèse de doctorat, Université Mentouri-Constantine, Constantine, Algérie.
6. Audigie, M., Boudjouk, P., Krupa, J.-C., & Valmalette, J.-C. (1982). Etude de la thermoluminescence de quelques oxydes de terres rares. *Journal of Luminescence*, 24(2), 181-189
7. Audigie C., Dupont G., et Zonzain F. (1982). Principe des méthodes d'analyse biochimique. T1, Ed. DOIN. Paris.
8. Baba Aissa, F. (2000). Armoise blanche (*Artemisia herba-alba* L.) : une plante médicinale à fort potentiel thérapeutique. In Actes du VIe Congrès international sur les plantes médicinales, aromatiques et toxiques (pp. 205-210). Hammamet, Tunisie.
9. Bakkali, F., Averbeck, S., Korai, M., & Ait Messaoudi, M. (2008). Biological effects of essential oils – A review. *Food and Chemical Toxicology*, 46(2), 490-504.
10. Bouguelli, F. (2020). Potential therapeutic effects of *Artemisia herba-alba* against various diseases: A comprehensive review. *Journal of Ethnopharmacology*, 252, 112649.
11. Box, G. E. P., & Behnken, D. W. (1960). Some new three level designs for the study of quantitative factors. *Biometrika*, 47(4), 43-53.

## Références Bibliographiques

---

12. Box, G. E. P., Hunter, W. G., & Hunter, J. S. (2005). *Statistics for experimenters: An introduction to design, data analysis, and model building*. John Wiley & Sons.
13. Boizot, N., & Charpentier, J. P. (2006). Evaluation of the antioxidant activity of essential oils by the ferric reducing antioxidant power assay. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 83(11), 945-951.
14. Brown, D., Smith, J., & Johnson, L. (2017). Solubility and diffusion of polyphenols in alcoholic solutions. *Journal of Molecular Liquids*, 234, 95-101.
15. Bruneton, J. (1999). *Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales* (3ème éd.). Paris, France : TEC & DOC.
16. Chemat, F. (2011). *Microwave assisted extraction for green chemistry and engineering. Fundamentals and applications*. Elsevier.
17. Chemat, F., & Khan, T. K. (2012). Applications of microwave-assisted extraction for the rapid isolation of bioactive compounds from natural materials: A review. *Green Chemistry*, 14(12), 2719-2728.
18. Chemat, F., Chemat, M., & Khan, T. A. (2017). Applications of ultrasound in green extraction of food and natural products: A review. *Ultrasonics Sonochemistry*, 34, 223-237.
19. Chenni, M. (2015). Extraction of bioactive compounds from natural products using microwave-assisted extraction. In *Handbook of modern methods of food analysis* (pp. 429-452). Elsevier.
20. Chaturvedi, R. K., & Bisht, I. S. (2014). Effect of water stress on essential oil yield and composition of *Artemisia herba-alba* L. *Journal of Essential Oil Research*, 26(2), 91-94.
21. Chew, K. K., Khoo, M. Z., Ng, S. Y., Thoo, Y. Y., Aida, W. M., & Ho, C. W. (2011). Effect of ethanol concentration, extraction time and extraction temperature on therecovery of phenolic compounds and antioxidant capacity of *Orthosiphon stamineus* extracts. *International Food Research Journal*, 18(4), 1427-1435.
22. Couic-Marinié, C. (2013). *Aromathérapie : Huiles essentielles et hydrolats*. Paris, France : Editions Lavoisier.
23. Dai, J., & Mumper, R. J. (2010). Plant phenolics: Extraction, analysis and their

## Références Bibliographiques

---

antioxydant and anticancer properties. *Molecules*, 15(10), 7313-7352.

24. Daas, L. (2020). Optimisation multi-objectifs avec des plans d'expériences Box-Behnken pour l'extraction des composés bioactifs des plantes. *International Journal of Chemical Engineering and Research*, 12(5), 1-11.

25. Djeneb, F., Benyahia, S., & Merzouk, B. (2016). Valorisation des sous-produits de l'agroalimentaire : Etude des propriétés antioxydantes des extraits de feuilles d'arbousier (*Arbutus unedo* L.). *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 10(5), 1717-1724.

26. Doe, C., Williams, T., & Green, R. (2019). Response Surface Methodology for Optimizing Polyphenol Extraction. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 67(11), 3062-3068.

27. Duke, J. A. (1992). Handbook of phytochemical constituents of GRAS herbs and other edible plants. CRC Press.

28. Ferdjallah, A. (2021). Etude phytochimique et antibactérienne de l'*Artemisia herba-alba* L. Thèse de doctorat, Université Mentouri-Constantine, Constantine, Algérie.

29. Francisse, G. (2001). *Artemisia herba-alba* Asso. In J. G. Tremblay (Ed.), *Plantes médicinales du Québec et du Canada* (Vol. 2, pp. 441-445). Boucherville, Québec : Les Éditions de la Société québécoise d'ethnopharmacologie.

30. Goupy, J. (2001) « Introduction aux Plans d'expériences ». Dunod. Paris. 303 pages

31. Goupy, J. (2006). Plans d'expériences. Dunod. Paris. 416 pages

32. Jones, A., Smith, B., & Taylor, C. (2020). Optimization of Polyphenol Extraction from Plant Materials Using Ethanol-Water Mixtures. *Journal of Food Science*, 85(3), 1234-1240.

33. Judd, W. S., Campbell, C. S., Kellogg, E. A., Stevens, P. F., & Donoghue, M. J. (2002). *Plant Systematics: A Phylogenetic Approach* (3rd ed.). Sunderland, MA, USA: Sinauer Associates.

34. Kaloustian, M., & Hadji-Minaglou, B. (2012). *Les plantes et leurs principes actifs*. Paris, France : Editions TEC & DOC.

## Références Bibliographiques

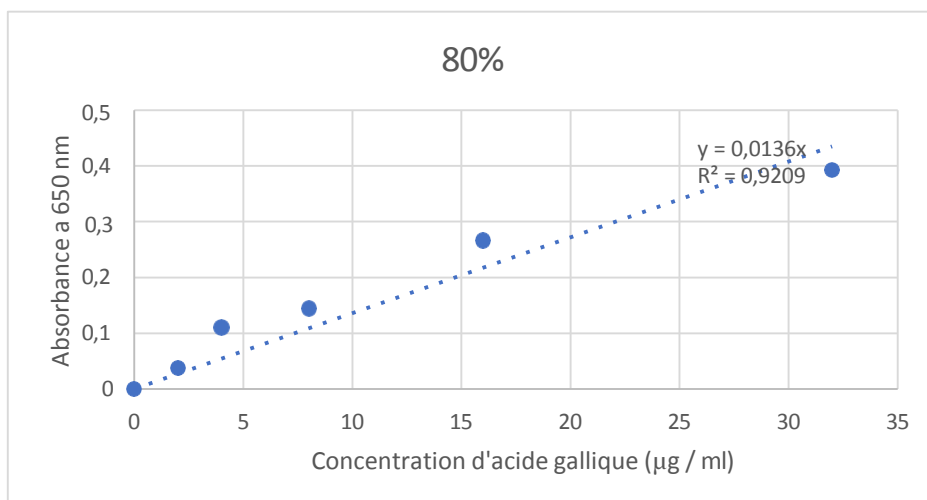
---

35. Kadi, M., & Zirmi-Zembri, N. (2016). Etude physicochimique et activité antibactérienne de l'huile essentielle d'*Artemisia herba-alba* L. de la région de Boussaâda et Djelfa (Algérie). *Revue des Sciences Pharmaceutiques*, 13(2), 145-152.
36. Keddachi, M., & Mihoubi, N. (2015). Etude de la composition chimique de l'huile essentielle d'*Artemisia herba-alba* L. de la région de M'sila (Algérie). *Revue des Energies Renouvelables*, 18(2), 223-228.
37. Kim, T. H., Lee, E. K., Cho, J. H., Park, J. H., Kim, S. K., & Kang, S. Y. (2004). Isolation of antiulcerogenic polyphenols from *Artemisia herba-alba*. *Journal of Natural Products*, 67(7), 1213-1216.
38. Lehout, S. (2015). *Les plantes médicinales au jardin : 100 espèces pour se soigner naturellement*. Mens, France : Editions Terre Vivante.
39. Penchev P. I. (2010) Etude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions, thèse en vue de l'obtention du doctorat de l'université de Toulouse.
40. Wen, C., Zhang, J., Zhang, H., Dzah, C. S., Zand, M., & Duan, Y. (2018). Advances in ultrasound-assisted extraction of bioactive compounds from cash crops: A review.
41. Zheng, Y., Liu, S., Xie, J., Chen, Y., Dong, R., Zhang, X., Liu, S., Xie, J., Hu, X., & Yu, Q. (2020). Antioxidant,  $\alpha$ -amylase and  $\alpha$ -glucosidase inhibitory activities of bound polyphenols extracted from mung bean skin dietary fiber. *LWT*, 132, 109943.

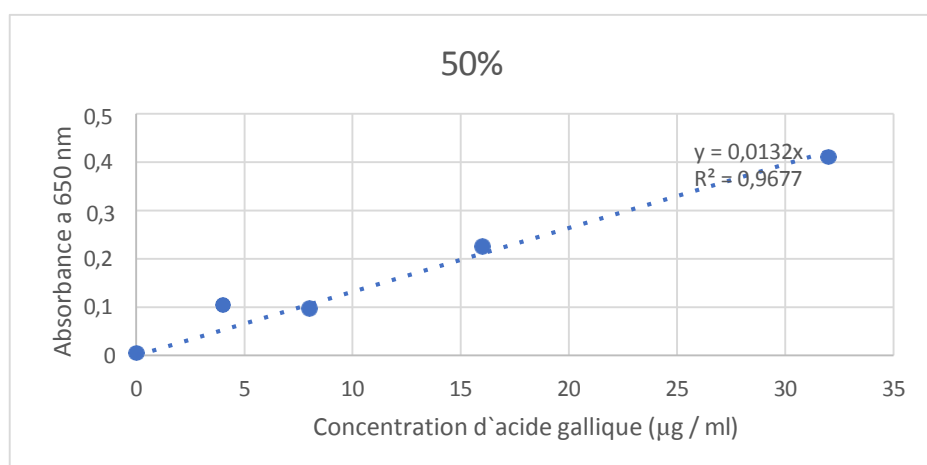
**Annexe I.** Inventaire du matériel, des appareils, de la verrerie et des produits utilisés.

<b>Matériels et appareils</b>	<b>Verreries</b>	<b>Produits</b>
- Etuve	- Verre à montre	- Acide sulfurique à 96%
- Balance analytique	- Bécher	- Folin-Ciocalteu
- Four à moufle	- Tubes à essai stériles	- Carbonate de sodium
- Soxhlet	- Boîtes de Pétri en verre	- Éthanol
- Spectrophotomètre UV-VISIBLE	- Burette graduée	- Acide gallique
- Micropipettes (1000µl, 100µl, 500µl)	- Erlenmeyer	- Eau distillée
- Agitateur magnétique	- Entonnoir	- Catéchine
- Balance de précision	- Flacons stériles	-Quercitrine
- Bain marie	- Verre à montre	-Toluène
- Plaque chauffante	- Bécher	-Trichlorure d'aluminium
- Dessiccateur	- Tubes à essai stériles	- Vanilline
- Creusets en aluminium	- Boîtes de Pétri en verre	- Méthanol
- Creusets en porcelaine	- Burette graduée	
- Cartouche cellulosique	- Erlenmeyer	
- Papier filtre	- Entonnoir	
- Portoir	- Flacons stériles	
- Spatule	- Verre à montre	
- Flacons ECBU	- Bécher	
-Mortier	- Tubes à essai stériles	
- Barreau magnétique	- Boîtes de Pétri en verre	
- Table d'agitation		
- Pissette d'eau distillée		

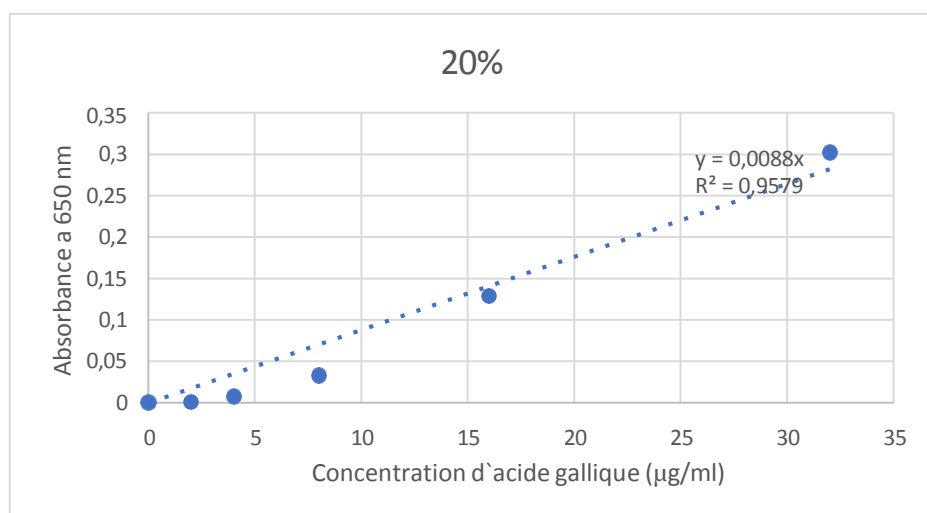
## Annexe II. Les courbes d'étalonnage



(a)



(b)



(c)

Courbes d'étalonnage (a), (b), (c) de l'acide gallique

## Résumé

L'*Artemisia Herba alba*, connue pour ses vertus médicinales bénéfiques, renferme une grande quantité de polyphénols avec des propriétés antioxydantes puissantes, qui sont indispensables pour la protection contre le stress oxydatif et le vieillissement cellulaire. Cette étude visait à optimiser l'extraction des polyphénols de l'*Artemisia herba-alba* par ultrasons, en variant la concentration en éthanol (20 à 80%), la température (5 à 45°C) et le temps des ultrasons (10 à 60 mn) selon un plan expérimental de type Box-Behnken. Une caractérisation de la poudre d'armoise a été réalisée en dosant l'humidité, les cendres et les extractibles. Les paramètres d'extraction ont été ajustés pour maximiser à la fois le rendement et la concentration en polyphénols. Les résultats d'analyses ont révélé des niveaux élevés de cendres (6,5 %) et d'extractibles (19,94 %), indiquant une composition complexe et riche en composés bioactifs. Les conditions d'optimisation trouvées sont : concentration en éthanol de 20%, une température de 45°C et à un temps d'extraction de 60 minutes, permettant d'atteindre un rendement maximal de 19,95 % et d'extraire une quantité maximale de polyphénols totaux de 1,53 mg EAG/g MS

**Mots clés :** Armoise blanche, polyphénols, optimisation, Box-Behnken, extraction, Ultrasons.

## Abstract

*Artemisia Herba-alba*, renowned for its beneficial medicinal properties, contains a significant amount of polyphenols with powerful antioxidant properties, which are essential for protection against oxidative stress and cellular aging. The aim of this study was to optimise the extraction of polyphenols from *Artemisia herba-alba* using ultrasound, by varying the ethanol concentration (20 to 80%), temperature (5 to 45°C) and ultrasound time (10 to 60 min) according to a Box-Behnken experimental design. The mugwort powder was characterised by measuring moisture, ash and extractables. Extraction parameters were adjusted to maximise both yield and polyphenol concentration. The analytical results revealed high levels of ash (6.5%) and extractables (19.94%), indicating a complex composition rich in bioactive compounds. The optimisation conditions found were: ethanol concentration of 20%, a temperature of 45°C and an extraction time of 60 minutes, enabling a maximum yield of 19.95% to be achieved and a maximum quantity of total polyphenols of 1.53 mg AGE/g MS to be extracted.

**Keywords:** *Artemisia Herba-alba*, polyphenols, optimization, Box-Behnken, extraction, ultrasound.