



République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de L'Enseignement Supérieure et de la  
Recherche Scientifique



Université Amar Thelidji – Laghouat

Faculté de Technologies

Département de Génie Des Procédés

## *Mémoire De Master*

Présenté par : Lazreg khadidja

Touat ferdaous

Domaine : Sciences et Techniques

Filière : Génie Des Procédés

Option : Génie Pharmaceutique

*Thème :*

*Extraction et Isolement des curcuminoïdes  
à partir des rhizomes de curcuma longa L.*

**Jury de soutenance :**

<i>Nom et Prénom</i>	<i>Grade</i>	<i>Qualité</i>
Mechraoui Omar	Pr	Président
Boudaoud Asma	MCA	Examinatrice
Mahdjoubi Hadj Aissa	MAA	Rapporteur

*Promotion : 2022*

## *Remercîment*

*Tout d'abord nous remercions Dieu tout puissant qui nous a éclairés vers le bon Chemin.*

*Nous remercierons particulièrement Monsieur **Mahdjoubi Hadj Aïssa** pour avoir accepté de nous encadrer et pour nous 'avoir guidé tout au long de ce travail avec beaucoup de patience, ainsi que pour ses conseils judicieux et ses encouragements*

*Nous voudrions exprimer nos vives gratitudes et nos sincères remerciements à :*

***M Mechraoui Omar** , d'avoir accepté de présidé notre jury.*

***Mme Boudaoud Asmaa.**, examinatrice d'avoir acceptés d'examiner notre travail.*

*Merci à tous les employés de laboratoires de génie des procédés qui nous ont accueillis avec beaucoup de gentillesse et une bonne humeur.*

*Enfin nous voudrons exprimer notre gratitude à tout les profs De département génie des procédés en particulier le chef département **Mr Ben alia moukhtar**.*



## *Dédicace*

Je dédie ce travail :

À mon cher père, Lazreg Sheikh, tu as toujours été le père parfait pour moi.

A ma mère, Laib dehiba, qui m'a entourée d'amour et d'affection, et qui fait tout pour ma réussite, que Dieu la protège

A ma soeur Sarah, tu as vraiment été le meilleur soutien pour moi

A mes frères, en particulier Nasser et Mohammad, vous êtes vraiment des frères idéaux, que Dieu les protège

A mon amie Halima Gasmî, je te remercie pour tous les moments où tu as été à mes côtés

A mon cousin Tourkia Youssefi, je te souhaite de réussir

A Hamri Khawla et Touat Ferdaous, merci pour tout, je vous souhaite une vie pleine de succès

*Lazreg Khadidja*



## *Dédicace*

A mon très cher père, Naceur. Je te dois ce que je suis aujourd'hui et ce que je serai demain. Que Dieu le tout puissant te préserve, t'accorde santé, bonheur, qui étudie de l'esprit et te protège de tout mal.

A ma très chère mère Messaouda Ben guit pour ton soutien . Tes conseils ont toujours guidé mes pas vers ce jour mémorable, Je vous dédie aujourd'hui ma réussite. Puisse le tout puissant te donner santé, bonheur et longue vie afin que je puisse te combler à mon tour.

Je dédie mes salutations pleines et sincères à mon amie, sœur et camarade KHAOULA HAMRI qui a été toujours mon plus grand soutien tout au long de mes années universitaire. Merci de m'aider dans ce travail. Que Dieu réalise tous nos objectifs et ambitions.

A mon frère : Amin et mes petits frères Idris et Dhiaa

A mes chères sœurs: Hiba, Nour, chahed et Ikram.

A ma tante Nassira

A mon cher fiancé Khaled pour ton soutien.

A ma collègue Khadidja Lazreg, je lui souhaite du bonheur et du succès.

A tous mes amis et mes collègues : Khadidja Brahimi, Fatima, Fadoua, Soulef, Nadjat et Zoubida.

*Touat ferdaous*

## *Liste des tableaux*

---

Tableau 1 : La Classification botanique du <i>Curcuma longa</i>	<b>06</b>
Tableau 2 : Différente nomination de <i>Curcuma longa</i>	<b>08</b>
Tableau 3 : Caractéristiques physico-chimiques des curcumines	<b>10</b>
Tableau 4 : Propriétés organoleptiques de curcumine	<b>25</b>
Tableau 5 : Rendements d'extraction et d'isolement de curcumine	<b>27</b>
Tableau 6 : Points de fusion des Curcumines isolées	<b>27</b>
Tableau 7 : Teneurs totales en curcumine dans les produits obtenus	<b>29</b>
Tableau 8 : Activité antioxydante de curcumine cristallisée et de standard déterminée par le test DPPH	<b>30</b>

Figure 1: Schémas et photographie de la plante <i>Curcuma longa</i> L	<b>04</b>
Figure 2 : Rhizomes primaires et secondaires de <i>Curcuma longa</i> L.	<b>05</b>
Figure 3 : La distribution de <i>curcuma longa</i> L.	<b>07</b>
Figure 4 : Structure chimique des curcuminoïdes	<b>10</b>
Figure 5 : Schéma de principe de l'extraction par Soxhlet	<b>12</b>
Figure 6 : Mécanisme réactionnel intervenant lors du test DPPH entre l'espèce radicalaire DPPH et un antioxydant	<b>14</b>
Figure 7 : Les rhizomes de curcuma	<b>15</b>
Figure 8 : Poudre de curcuma	<b>15</b>
Figure 9 : Montage d'extraction par soxhlet	<b>16</b>
Figure 10 : Montage de concentration	<b>16</b>
Figure 11 : L'appareil de centrifugation	<b>17</b>
Figure 12 : Montage de recristallisation	<b>18</b>
Figure 13 : L'appareil de mesure de point de fusion	<b>19</b>
Figure 14 : L'appareil de la Spectroscopie UV-visible.	<b>20</b>
Figure 15 : Mécanisme réactionnel intervenant lors du test DPPH entre l'espèce radicalaire DPPH et un antioxydan	<b>21</b>
Figure 16 : L'oléorésine obtenue de couleur brune et aspect semi-solide	<b>26</b>
Figure 17 : Curcumine brute	<b>26</b>
Figure 18 : Curcumine recristallisée	<b>26</b>
Figure 19 : Courbe standard de la curcumine	<b>28</b>
Figure 20 : CCM de standard et des curcuminoïdes isolés	<b>30</b>
Figure 21 : Courbe d'étalonnage de la solution de DPPH	<b>31</b>



<b>Introduction</b>	<b>01</b>
---------------------	-----------

## **Chapitre I : Synthèse bibliographique**

<b>I.1. Présentation de la plante étudiée</b>	<b>03</b>
I.1. Historique et généralité	03
I.2. Description botanique	03
I.2.1. Caractères morphologiques	05
I.2.2. classification	06
I.2.3. Habitat Répartition géographique	06
I.2.4. Noms vernaculaire	07
I.2.5. Utilisation en médecine traditionnelle	08
I.2.6. Structure chimique et propriétés physique de la curcumine	09
I.2.7. Données pharmacologiques	11
I.3. Extraction par Soxhlet	12

## **Chapitre II : Matériels et Méthodes**

<b>II.1. Introduction</b>	<b>15</b>
II.2. Matériel végétal	15
II.3. Extraction de l'oléorésine	15
II.4. Extraction de curcuminoïdes bruts à partir d'oléorésine	17
II.4.1. La centrifugation	17
II.4.2. Rendement d'extraction	17
II.5. Recristallisation de curcumine	18
II.6. Analyse des produits obtenus	18
II.6.1. Mesure de point de fusion	18

II.6.2. Détermination des concentrations par spectroscopie UV-visible	19
II.6.3. Séparation par chromatographie sur couche mince CCM	20
II.7. Activité antioxydante	
II.7.1. Activité antioxydant déterminée par le test DPPH	22

### **Chapitre III : Résultats et discussion**

III.1. Introduction	25
III.2. Les propriétés organoleptiques	25
III.3. Rendements d'extraction et d'isolement	27
III.4. Analyse des produits obtenus	27
III.4.1. Mesure de point de fusion	27
III.4.2. Détermination des concentrations par spectroscopie UV-visible	28
III.4.3. Séparation par chromatographie sur couche mince CCM	29
III.4.4. Activité antioxydante déterminée par le test DPPH	30

### **Conclusion générale**

### **Références bibliographiques**

### Résumé

# **Introduction générale**

La curcumine est un composé liposoluble et peut être facilement dissoute dans un solvant organique tel que le méthanol, l'éthanol et l'acétone. Cependant, une faible solubilité dans l'eau limite souvent ses utilisations biomédicales en utilisant des systèmes aqueux. Cette observation nous a incités à examiner la possibilité d'extraire la curcumine à haute qualité. Dans cette étude préliminaire, nous avons effectué l'extraction puis l'isolation de la curcumine par cristallisation.

Le choix des solvants pour l'extraction est limité aux quelques solvants de pureté définie autorisés par les lois alimentaires nationales et internationales dans le traitement des matières alimentaires. L'hexane, l'acétone, l'alcool (éthanol, méthanol), l'isopropanol et l'acétate d'éthyle sont utilisés dans l'extraction des oléorésines des épices. Du fait de la solubilité des constituants actifs, les curcuminoïdes sont peu solubles dans les solvants hydrocarbonés. L'alcool et l'acétone l'acétate d'éthyle sont des bons extractants et les rendements peuvent également être élevés en raison de l'extraction de composants non aromatisants.

Lors de l'isolement et de la purification de la curcumine à partir de l'oléorésine, l'huile volatile présente dans le curcuma solubilise la curcumine, créant un problème dans le processus de recristallisation. Pour éliminer l'interférence de l'huile volatile et résoudre le problème de recristallisation, le présent travail de recherche a été entrepris.

Dans ce contexte, notre travail est subdivisé en trois chapitres :

- ✓ Dans le premier chapitre de ce manuscrit, nous rappelons la systématique, les caractères botaniques et l'intérêt biologique de la de *curcuma longa* L.
- ✓ Le deuxième chapitre est une présentation de la méthodologie suivie dans cette étude.
- ✓ Dans le troisième chapitre nous décrivons les résultats obtenus et les discussions. **(El Alami, et Chait, 2017).**

# **Chapitre I**

## **Synthèse bibliographique**

## **I.1. Historique et généralité**

Le curcuma est originaire d'Asie du Sud, cette plante est connue pour égayer les plats avec sa saveur particulière mais aussi sa couleur chaleureuse. « Depuis des millénaires, cette racine est employée dans la médecine ayurvédique indienne », rappelle Laurence Benedetti, médecin nutritionniste. Il est très utilisé dans la médecine traditionnelle chinoise, thaïlandaise, japonaise et indonésienne. C'est cette popularité qui lui a valu au XVIIIe siècle d'être importé en Europe par les grandes puissances navales de l'époque

Le genre *Curcuma* compte plus de 100 espèces poussant dans les régions tropicales et subtropicales d'Asie. Certaines des espèces de curcuma les plus célèbres utilisées dans la médecine traditionnelle, on compte *C. aromatique*, *C. longa*, *C. xanthorrhiza*. et *C. zedoaria*.

*Curcuma xanthorrhiza* affilié à la famille du *Zingiberaceae*. Est une plante indigène indonésienne

.Elle se reproduit également dans les hautes terres autour des colonies, en particulier sur un sol meuble, de sorte que les rhizomes peuvent facilement se développer en grands. (El Alami, et Chait, 2017).

## **I.2. Description botanique**

*Curcuma longa* L. appartient au règne végétal, angiosperme, monocotylédone, division Magnoliophyta, classe des Liliopsidae, ordre des Zingiberales, famille des Zingibéracée, genre *Curcuma*. La partie utilisée est le rhizome qui doit être récolté 7 à 8 mois après la plantation, quand il commence à sécher.



**Figure 01 : Schémas et photographie de la plante *Curcuma longa* L.**

*Curcuma longa* L. est une plante persistante qui peut mesurer de 60 à 100 cm de hauteur, pourvue d'une tige courte et de longues feuilles engainantes. Les feuilles sont très longues, avec des lames elliptiques disposées en touffes, pouvant mesurer jusqu'à 1 m ou plus et dont le pétiole, effilé à la base, peut être aussi long que la lame (Figure 01).

Les fleurs sont généralement jaunes et assemblées en épi. Elles mesurent entre 10 à 15 cm de long et leur pédoncule mesure 15 cm mais il est généralement caché par les gaines des pétioles. Quand il fleurit, les bractées vert clair deviennent violettes.

Le rhizome se compose de plusieurs parties (Figure02).

Le rhizome commercialisé est le rhizome primaire, il est ovale, oblong, piriforme et communément appelé « ampoule » ou curcuma « rond ». Les rhizomes secondaires sont plus cylindriques, mesurent 4 à 7 cm de long pour 1 à 1,5 cm de large et sont appelés « doigts ». Ils sont de couleur jaunâtre à brun-jaunâtre à l'extérieur et jaune ou jaune orange à l'intérieur. Leur odeur est aromatique, leur goût chaud et légèrement amer.



**Figure 02 : Rhizomes primaires et secondaires de *Curcuma longa* L.**

La teneur en curcumine d'un rhizome est très faible. En effet, bien que le parenchyme et la moelle soient les parties les plus riches en curcumine, on y retrouve une grande quantité de grains d'amidon, un panel très large de composants chimiques dont certains sont des analogues directs de la curcumine, et enfin, la curcumine elle-même, qui ne représente que 1,11 % de cet ensemble (Jourdan, 2015).

### **I.2.1. Caractères morphologiques**

Les rhizomes présentent simultanément deux formes, provenant de la même plante :

- le curcuma rond produit par des tubercules primaires ovoïdes, de la grosseur d'un œuf de pigeon, recouvert d'écorce grisâtre, pourvue d'impressions circulaires,
- le curcuma long représente les rhizomes secondaires plus ou moins cylindriques, de la grosseur d'un doigt, portant des cicatrices provenant de branches latérales ou de rhizomes primaires, tubéreux et ovoïdes.

Ces rhizomes ont une surface grise et sillonnée. Les sillons sont obliques, irréguliers pour le curcuma rond et réguliers pour le curcuma long Leur cassure est nette, granuleuse, lisse, non fibreuse, légèrement brillante, de couleur uniformément jaune-orange et présente une zone corticale étroite et plus foncée à l'intérieur (Lonchamp, 2002)

### **I.2.2. Classification**

La classification botanique du *Curcuma longa* est comme suit (Tableau I).

D'après la classification phylogénétique, il existe de nombreuses espèces de *Curcuma* dont les propriétés sont exploitées en santé. Parmi ces espèces peuvent être citées le *Curcuma aeruginosa*, *Curcuma amada*, *Curcuma aromatica*, *Curcuma brog*, *Curcuma malabarica* ou encore *Curcuma sylvaticas* (Khedis, et Aid, 2020)

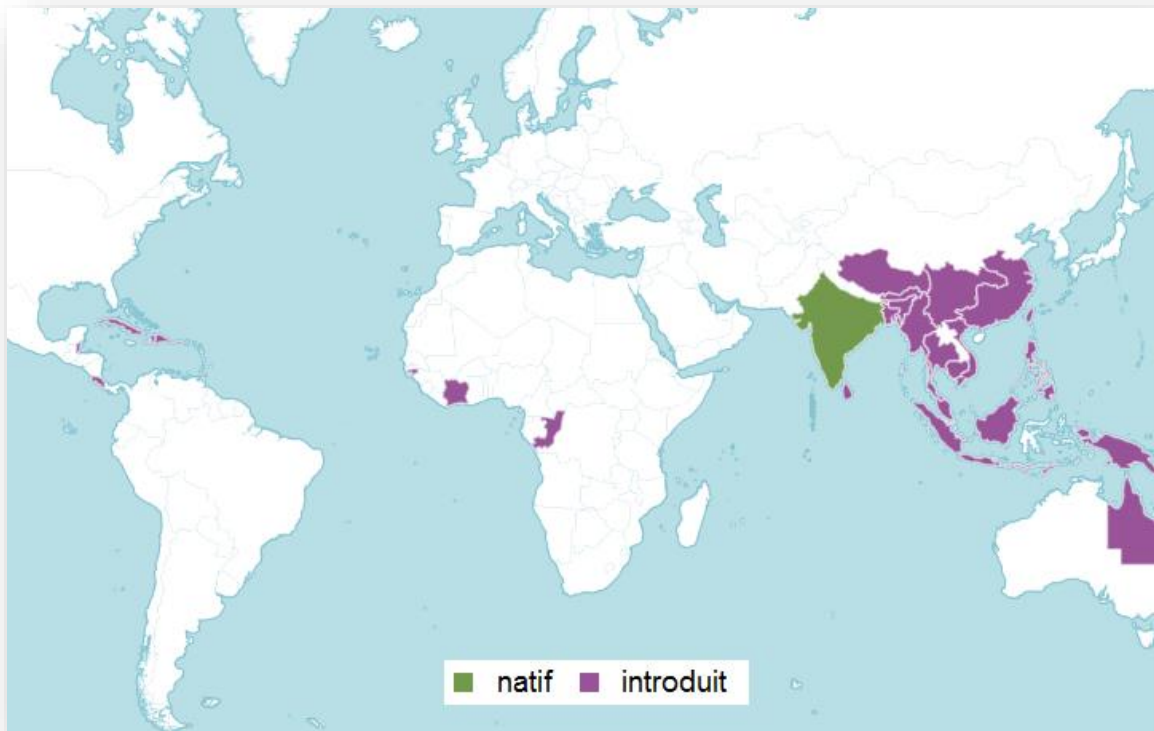
**Tableau 1 : La classification botanique du *Curcuma longa***

<b>Règne</b>	<b>Plante</b>
<b>Sous règne</b>	<b>Tracheobionta</b>
<b>Division</b>	<b>Magnoliophyta</b>
<b>Classe</b>	<b>Liliopsida</b>
<b>Sous classe</b>	<b>Zingiberidae</b>
<b>Ordre</b>	<b>Zingibérales</b>
<b>Famille</b>	<b>Zingiberaceae</b>
<b>Sous Famille</b>	<b>Zingiberoideae</b>
<b>Genre</b>	<b>Curcuma</b>
<b>Espèce</b>	<b>Curcuma longa L.</b>

### **I.2.3. Habitat Répartition géographique**

La majorité des espèces de Zingiberaceae sont des plantes mouluées des forêts tropicales, ils colonisent particulièrement et en abondance la flore indo-malésienne, c'est-à-dire de l'Inde à la Nouvelle-Guinée. Ils poussent surtout dans l'humidité ainsi dans les endroits ombragés et humides. Ils se trouvent aussi rarement dans la forêt secondaire et les régions à climat tempéré. Certaines espèces peuvent pleinement s'exposer au soleil et se développer à haute altitude

Les Zingiberaceae sont distribuées principalement dans les zones tropicales et subtropicales. Le centre de la distribution est en Asie du sud-est. La plus grande concentration de genres et d'espèces se trouve dans la région de la Malaisie (Indonésie, Malaisie, Singapour, Brunei, Philippines et Papouasie-Nouvelle-Guinée).certaine espèces de cette famille se trouve en Afrique tropicale surtout au Nigeria (Khedis, et Aid , 2020)



**Figure 03 : La distribution de curcuma longa L.**

#### **I.2.4.Noms vernaculaire**

Le terme Curcuma est d'origine irano-indienne; il dérive du sanscrit kartouma qui a donné kurkum en persan ancien, kourkoum en arabe et Curcuma en latin

C'est sous cette dernière forme qu'il est passé dans les langues européennes, le «c» se transformant parfois en «k» dans les langues germaniques, à l'exception de l'anglais qui le désigne sous le nom de turmeric (BENAISSA, et Tabet , 2020)

**Tableau 2 : Différente nomination de Curcuma longa**

<b>Langue</b>	<b>Noms</b>
<b>Français</b>	<b>Curcuma</b>
<b>Angla</b>	<b>Turmeric</b>
<b>Arabe</b>	<b>Al kourkoum (الكركم)</b>
<b>Chinois</b>	<b>Jianghuang</b>
<b>Indien</b>	<b>Haldi</b>

### **I.2.5.Utilisation en médecine traditionnelle**

La médecine traditionnelle représente un terrain fertile et une source d'exploration de nouveaux médicaments. La curcumine est, de cette catégorie, un colorant naturel jaune obtenu du rhizome du safran des Indes «Curcuma longa Linn» Elle a été longtemps considérée, dans le monde entier, comme une substance alimentaire fonctionnelle en raison de ses propriétés sanitaires

Outre son utilisation dans la cuisine Indienne en tant qu'un colorant alimentaire et conservateur, le curcuma est utilisé en médecine ayurvédique pour traiter de nombreuses affections vu sa richesse en composés phénoliques à savoir les curcuminoïdes et les huiles essentielles à savoir monoterpénoïdes, sesquiterpénoïdes

Le curcuma peut être utilisé aussi pour:

- Le traitement des otites chroniques, contre les manifestations allergiques et contre les manifestations inflammatoires.
- Les troubles digestifs et les flatulences: antiémétiques, antiulcéreux, antispasmodiques et antidispeptiques.
- Les affections broncho-pulmonaires: antiasthmatiques, antitussifs et expectorants.
- Les troubles génitaux féminins, comme «régulateur»: antiabortif, emménagogue et régulateur de la menstruation.
- Les maux de tête et rhumes.

- Les infections des yeux, de la peau, l'arthrite, acnés, entorses, blessures, jaunisse et autres.
- En tant que cicatrisant dont il accélère significativement la guérison des blessures et renforce la cicatrisation des plaies chez les diabétiques.

De plus, il a été démontré que les composants de *Curcuma longa* ont des activités fongicides, insecticides, répulsives et antiseptiques ainsi qu'un insecticide (**Khedis, et Aid, 2020**)

### **I.2.6. Structure chimique et propriétés physique de la curcumine**

La curcumine est un ensemble des composés phénoliques, structurellement rattachées à un diarylheptane. Ces sont des pigments jaunes. Le code E100(i) correspond à la molécule colorante elle-même, la curcumine, tandis que le E100(ii) correspond au rhizome du curcuma (ou turmérique), riche en curcumine.

Le composé majoritaire de l'ensemble est la curcumine I ou le (E, E) 1,7-bis-(4-hydroxy-3-methoxyphényl)-1,6 heptandiène-3,5 dione. C'est une dicétone symétrique insaturée que l'on peut également nommer diferuloyl méthane (l'acide férulique est l'acide hydroxy-4-méthoxy-3-cinamique). Les autres pigments pondéralement importants sont la curcumine II ou le deméthoxycurcumine (bis-(4-hydroxycinnamoyl)-méthane). Enfin la curcumine III, ou le bisdéméthoxycurcumine (feruloyl-(4-hydroxycinnamoyl)). (**Lonchamp, 2002**).

Le tableau 3 présente les caractéristiques physico-chimiques des curcumines.

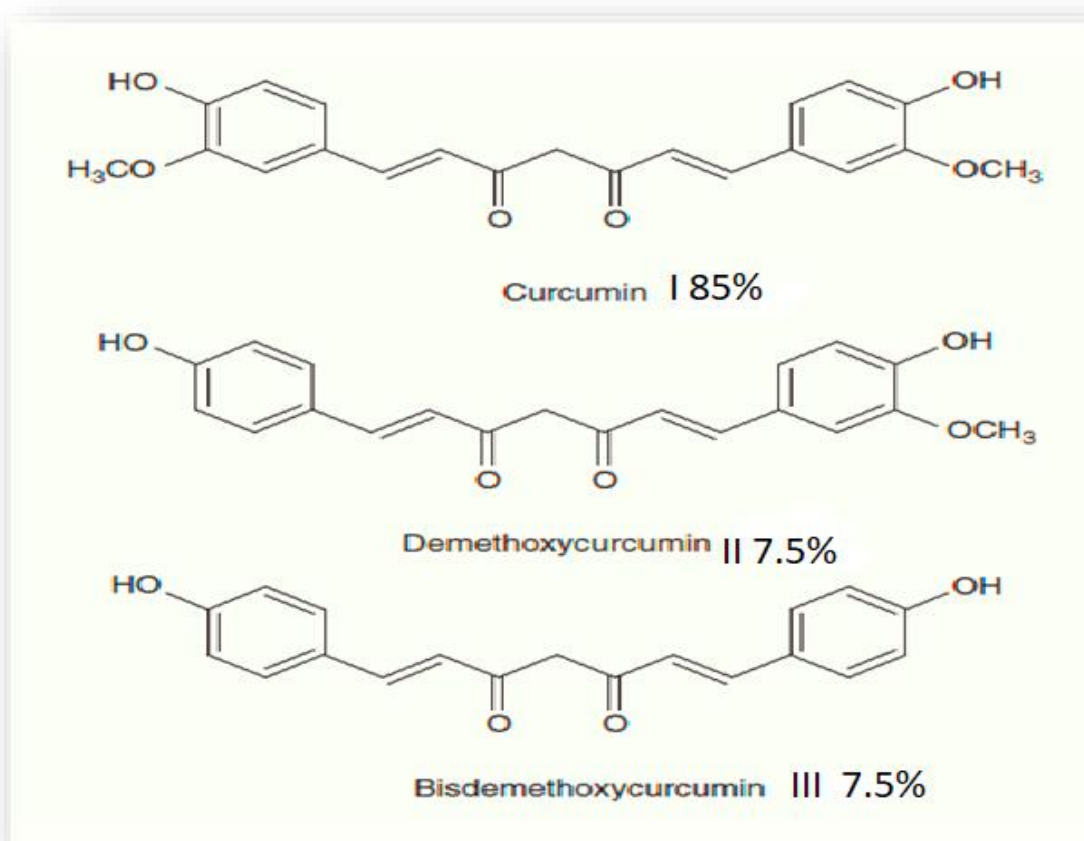


Figure 04: Structure chimique des curcuminoides

Tableau 3 : Caractéristiques physico-chimiques des curcumines (Garugeau, 1995)

	Poids moléculaire	Point de fusion	Spectre d'absorption
<b>Curcumine I</b>	368,4	178-180° C	429 nm
<b>Curcumine II</b>	338	168° C	425 nm
<b>Curcumine III</b>	308,1	224° C	418 nm

### **I.2.7. Données pharmacologiques**

La médecine holistique, à l'inverse de l'allopathie, prend en compte l'intégralité physique et psychologique de la personne avec également une dimension importante de l'environnement dans lequel elle évolue. Différents courants se distinguent dans ce type de médecine comme l'Ayurveda, développé en Inde durant la période Védique (IIème siècle av. JC) et la médecine de Siddha, originaire d'Inde également mais plus récente (500 ans av. JC).

Intéressons-nous à cette dernière, pionnière dans l'intégration de la notion de médicament ou Aviztham dans la pratique de la médecine holistique. L'Aviztham est défini comme une substance ou un procédé effaçant la peine du patient pour réinstaurer la joie dans celui-ci et dans la société. Le curcuma, ou Manjal, est utilisé par les Siddhars, médecins de Siddha, en tant qu'agent cardioprotecteur. Ces écrits partent du fait que les maladies, notamment les maladies cardiovasculaires, dépendent de facteurs diététiques. De nos jours,

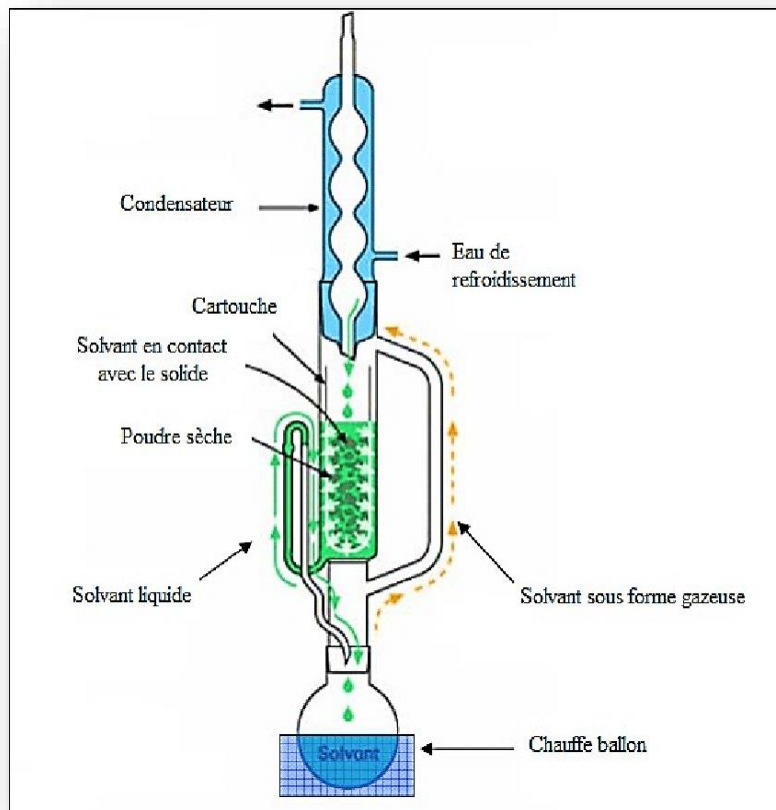
Les données épidémiologiques nous enseignent qu'une alimentation à base de fruits, de légumes et d'épices est associée à une diminution des risques d'être en mauvaise santé, toutes maladies confondues.

Ces légumes sont très populaires en Inde et grandement consommés par les populations pauvres, c'est la raison pour laquelle cette étude est menée. Ces chercheurs de l'Université Agricole de Hyderabad en Inde ont prouvé que les protéines de ces légumes sont 10 à 20 % mieux assimilées si elles sont cuisinées et ingérées avec 1,5% d'un mélange de 11 épices parmi lesquelles on peut citer la coriandre, le curcuma, le poivre noir et le cumin pour les plus connues.

Le curcuma est décrit comme possédant un très large spectre d'actions dans plusieurs domaines : utilisations traditionnelles ou études scientifiques actuelles. En médecine traditionnelle, le curcuma peut être utilisé pour traiter les affections hépatiques, les helminthiases, l'éléphantiasis et autres parasitoses, les ulcères gastriques ou cutanés, l'eczéma, les maladies inflammatoires, les hémopathies, les vertiges et les gonorrhées, etc... En 2003, Duke a fait une liste qui se veut exhaustive des utilisations du curcuma dont les activités ont été validées par des essais pharmacologiques ou même cliniques. On en compte 114. **(Jourdan, (2015)**

### I.3. Extraction par Soxhlet

L'extraction par Soxhlet est une technique standard souvent utilisée comme référence pour apprécier l'efficacité des autres techniques d'extraction solide/liquide. Elle est plus performante que les autres techniques d'extraction conventionnelle exceptée pour les composés sensibles à la chaleur (thermolabile). Cet atout fait que ce procédé est bien établi et utilisé depuis longtemps.



**Figure 05: Schéma de principe de l'extraction par Soxhlet**

La matrice végétale est placée dans une cartouche en cellulose (figure 05) et le solvant dans un ballon. Celui-ci est chauffé à sa température d'ébullition puis condensé dans la cartouche. Lorsque le solvant atteint la même hauteur que le bras du siphon, il est chargé en molécule Bioactive et se décharge de la cartouche pour retourner dans le ballon. Une fois dans le ballon, les molécules extraites et dissoutes (le soluté) sont séparées du solvant par distillation ce qui permet au soluté de rester dans le ballon tandis que le solvant est de nouveau condensé dans la cartouche contenant la matière végétale. Ces cycles sont répétés jusqu'à extraction complète du soluté.

La diffusion interne est l'étape limitant de cette technique d'extraction qui doit s'appliquer sur des solides secs avec de fines particules. Les avantages de cette extraction sont les suivants:

- Le recyclage du solvant permet un déplacement de l'équilibre de transfert.
- La température élevée permet l'augmentation des rendements.
- Elle ne nécessite pas de filtration post-extraction.
- Elle est simple à mettre en œuvre (avec peu d'équipement) et peu onéreuse.

Cependant, ce procédé implique des temps d'extraction longs et l'utilisation d'une quantité de solvants organiques importante ; les solvants sont souvent inflammables et toxiques. Ces conditions soulèvent des problématiques économiques et environnementales liées à cette technique. Ajouté à cela, l'impossibilité d'accélérer l'extraction par agitation, l'étape d'évaporation du solvant post-extraction ainsi que la possible dégradation thermique des composés cibles poussent la recherche à développer des procédés d'extraction innovants permettant de surmonter et de contourner ces inconvénients. **(Dall'armellina, 2021)**

# **Chapitre II**

## **Matériels et Méthodes**

## **II.1. Introduction**

Ce travail a été effectué dans les laboratoires du département de Génie des procédés à l'université Ammar Thelidji Laghouat dont le but l'extraction et l'isolement des curcuminoïdes à partir des rhizomes de curcuma qui est utilisé quotidiennement dans nos préparations.

## **II.2. Matériel végétale**

La plante Curcuma qui fait l'objet de notre étude, a été achetée chez le moulin royal à Laghouat sous forme des rhizomes sèches.



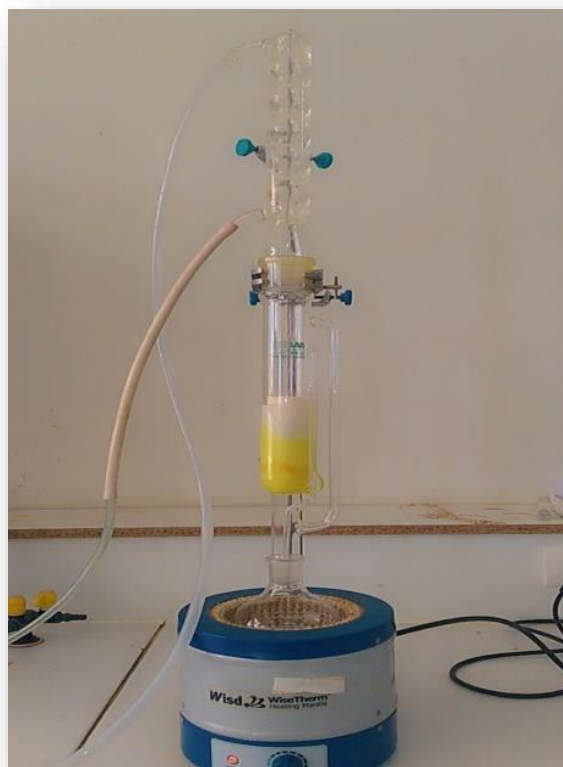
**Figure 07: Les rhizomes de curcuma**



**Figure 08: Poudre de curcuma**

## **II.3. Extraction d'oléorésine**

La poudre de rhizome 50g de curcuma a été extraite avec de l'acétate d'éthyle dans un montage soxhlet (Figure 9) pendant 3 heures jusqu'à ce que toute la matière colorante soit extraite. L'extrait brut obtenu a été concentré (Figure 10) en une masse de couleur brune avec un aspect semi-solide (oléorésine).



**Figure 09 : Montage d'extraction par soxhlet**



**Figure 10 : Montage de concentration**

## II.4. Extraction de curcuminoïdes bruts à partir d'oléorésine

Un gramme d'oléorésine a été ajouté à 25 ml d'hexane et maintenu de côté pendant 12 heures. En suite il subit une agitation magnétique pendant 3 heures. Pendant l'agitation et à un moment donné, le morceau a été brisé en petit fragment et finalement réduit en poudre.

### II.4.1. La centrifugation

Le mélange à séparer est constitué de particules solides en suspension dans m'hexane. L'appareil utilisé est une centrifugeuse de type OHAUS fc 5706. (Figure 11)



Figure 11 : L'appareil de centrifugation

### II.4.2. Rendement d'extraction

Le rendement de l'extrait obtenu est défini comme étant le rapport entre la masse de l'extrait sec obtenus après séchage dans l'étuve à 37°C et la masse du matériel végétale traité .ce rendement est calculés par l'équation suivante:

$$R (\%) = (Me / Mv) \times 100$$

Où:

R (%): Rendement exprimé en %.

Me : Masse de l'extrait sec résultant en gramme.

Mv : Masse du matériel végétal à traiter en gramme (Benaïssa, et Tabet, 2020)

## **II.5. Recristallisation de curcumine**

En dissoudre 0.5g de la poudre de curcuminoïde brut dans 5 ml de mélange chaud d'alcool isopropylique/hexane (1/ 1.5). On observe une recristallisation de curcumine immédiatement après le refroidissement à température ambiante. On récupère par la suite la curcumine par filtration et séchage à 40°C. (Figure 12)



**Figure 12 : Montage de recristallisation**

## **II.6. Analyse des produits obtenus**

### **II.6.1. Mesure de point de fusion**

Cette technique est utilisée pour confirmer la pureté d'une substance. Pour déterminer le point de fusion de curcumine brute et cristallisée on a utilisé l'appareil : BUCHI Melting point B-545. (Figure 13)



Figure 13 : L'appareil de mesure de point de fusion.

## II.6.2. Détermination des concentrations par spectroscopie UV-visible

La spectrométrie d'absorption dans le domaine Ultra-Violet-visible a toujours été une technique de mise en œuvre facile, en s'appuyant sur la structure électronique d'un composé ou plutôt d'une fraction de ce composé pour mettre en évidence sa présence (analyse qualitative) et de connaître sa concentration (analyse quantitative). Son emploi est de plus en plus réservé à l'analyse quantitative via la loi de Beer-Lambert

Le domaine concerné s'étale de 80 à 800 nm. L'intervalle du visible s'étale de 400 nm (bleu) à 800 nm (rouge). L'intervalle de l'UV proche s'étale de 200 nm à 400 nm et le domaine de l'UV lointain de 10 nm à 200 nm. Dans notre étude l'UV-vis a été utilisée pour des analyses quantitatives, on appliquant la loi de Beer-Lambert.

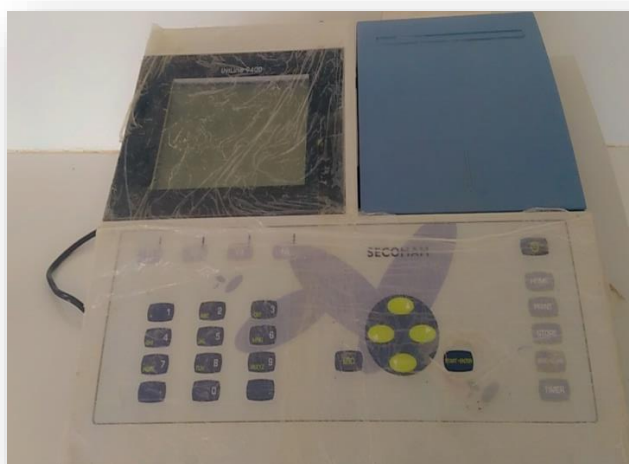
$$A = \epsilon \cdot l \cdot c$$

A: absorbance.  $\epsilon$  : le coefficient d'absorption molaire en  $L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$ .

l: la longueur de cuve en cm.

C: la concentration de la solution en mol/l.

Pour faire la comparaison on a concèderai comme standard une curcumine commerciale dont la concentration en curcumine est connue. La courbe standard a été obtenue en utilisant la solution standard dans la plage de 1 µg/ml à 5 µg/ml en solubilisant la quantité nécessaire dans l'alcool (95 %), la solution subit une agitation magnétique pendant 10 min. Les mêmes étapes de préparation sont suivies pour préparer les solutions d' d'oléorésine, brute et poudre de curcumine recristallisée. Les absorbances de ces solutions ont été prises à 425 nm en utilisant la spectrophotométrie UV SECOMAM de type uviline 9400 (Figure 18). Les mesures ont été répétées trois fois.



**Figure 14 : L'appareil de spectroscopie UV-visible**

### **II.6.3. Séparation par chromatographie sur couche mince CCM**

La chromatographie d'adsorption est une technique de séparation de composés basée sur la différence d'affinité existant entre ces composés, la phase mobile, qui entraîne les composés, et la phase stationnaire.

La technique présentée ici est la chromatographie sur couche mince (CCM). Elle utilise une phase stationnaire déposée sur une plaque d'aluminium. La phase mobile est entraînée par capillarité vers le haut de la plaque. Cette technique est très largement utilisée, notamment lors de la réalisation de colonnes, en tant que technique d'analyse. Au cours de cette séquence nous verrons le principe de cette technique sur la séparation de colorants visibles à l'œil nu.

## II.7. Activité antioxydante :

Le DPPH est pratiquement, le radical libre le plus stable, en solution (méthanol ou éthanol). Il est caractérisé par une couleur violette dont l'intensité est mesurée à 515nm. En présence d'un donneur d'hydrogène, le DPPH est réduit à la forme non radicalaire de couleur jaune pâle (forme d'hydrazine). Ce passage à la deuxième forme est accompagné d'une diminution de l'absorbance (DO) qui peut être exprimé par le pourcentage de réduction de DPPH conventionnellement une grande capacité de piégeage (réduction) des radicaux libres est considérée comme une grande activité antioxydant.

Principe L'activité antiradicalaire a été évaluée en utilisant le DPPH, qui fut l'un des premiers radicaux libres utilisé pour étudier la relation structure-activité antioxydant.( **Benaissa, et Tabet, 2020**)

Le DPPH (2,2 -diphényl -1- picrylhydrazyl) est un radical libre stable possédant un électron non apparié sur un atome du pont d'azote. Cette délocalisation empêche la polymérisation du composé, qui reste sous forme monomère relativement stable à température ambiante. Ainsi, cet état induit l'apparition d'une couleur violet foncée bien caractéristique de la solution DPPH.

Cette couleur disparaît en présence d'antioxydant lorsque le DPPH est réduit, passant au jaune pâle du groupe picryl; et l'intensité de la couleur est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans le milieu à donner des protons. Le suivi de la délocalisation est réalisé par spectrophotométrie à 517nm (**Métali , et Kerras, 201**

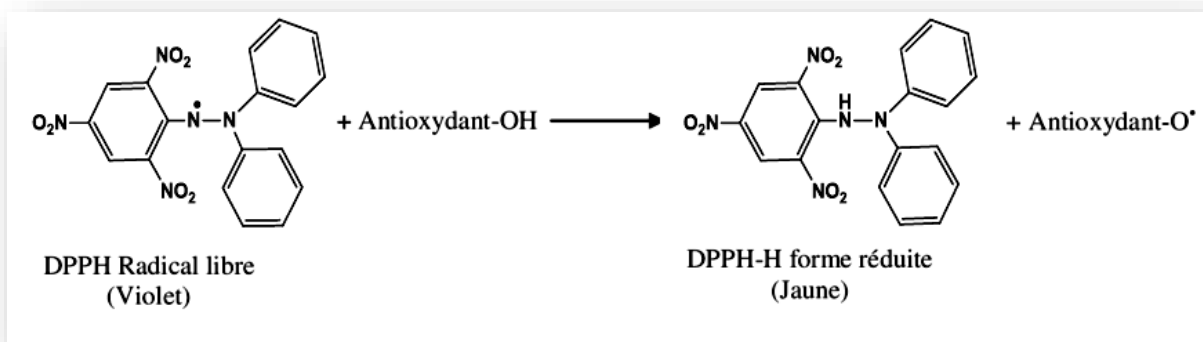


Figure 15 : Mécanisme réactionnel intervenant lors du test DPPH entre l'espèce radicalaire DPPH et un antioxydan

## **Mode opératoire**

Le processus a été effectué sur les trois solutions ( oléorésine , curcumine brute et curcumine recristallisée) sur des plaques de gel de silice (phase stationnaire) en utilisant un mélange de n-hexane et d'acétate d'éthyle dans le rapport 7:3 comme système de solvant (phase mobile) , le choix de ce rapport est baser sur les résultats des travaux de (**Pawar, et al., 2018**).

### **II.7. 1. Activité antioxydante déterminée par le test DPPH**

Cette méthode est basée sur la mesure de la capacité des antioxydants à piéger le radical 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazil (DPPH•). Ce dernier est réduit à la forme d'hydrazine (non radical) en acceptant un atome d'hydrogène. L'effet de chaque extrait sur le DPPH est mesuré par la procédure décrite par Brand-Williams, et al., 1995.

#### **Protocole expérimental**

Pour la mesure de l'activité, une prise d'essai de 50 µl d'une solution de curcumine solubilisée dans l'éthanol 96% à différentes concentrations est mise en présence de 1950 µl d'une solution de DPPH (60 µM, préparée dans le méthanol). Le mélange est placé pendant 30 mn à l'abri de la lumière pour réagir et l'absorbance est mesurée à 517 nm contre un témoin négatif. L'acide ascorbique est utilisé comme antioxydant de référence et toutes les mesures sont faits en trois répétitions.

Les résultats sont exprimés en pourcentage d'inhibition, calculés suite à la diminution de l'intensité de la coloration du mélange, selon la formule :

$$I\% = \frac{A \text{ blanc} - A \text{ échant}}{A \text{ blanc}} \times 100$$

Où :

**A échant** : Absorbance de la solution de DPPH• en présence d'extrait;

**A blanc** : Absorbance de la solution de DPPH• en absence d'extrait.

Les graphes de pourcentage d'inhibition en fonction des concentrations des échantillons, nous permettent d'obtenir la quantité d'antioxydant nécessaire pour diminuer la concentration

DPPH• initiale à 50%. Cette valeur est appelée la concentration efficace EC<sub>50</sub> ou et parfois notée IC<sub>50</sub> (Concentration inhibitrice à 50 %). Une faible valeur d'EC<sub>50</sub> correspondant à une grande efficacité de l'extrait. **(Bakchiche, 2015)**

# **Chapitre III**

## **Résultats et discussion**

### **III.1. Introduction**

Dans le présent travail de recherche, les oléorésines ont été séparées de la poudre de rhizome de curcuma à l'aide d'acétate d'éthyle. Les curcuminoïdes bruts ont été séparés de l'extrait d'acétate d'éthyle en utilisant de l'hexane par une simple méthode d'agitation. Pendant l'agitation, l'huile volatile et d'autres substances interférentes résineuses ont été éliminées de l'extrait d'acétate d'éthyle. Les curcuminoïdes séparés ont été purifiés davantage par une méthode de recristallisation.

### **III.2. Les propriétés organoleptiques**

Le tableau( 04) regroupe les différentes propriétés organoleptiques, déterminées visuellement, (Odeur, aspect et couleur), les produits obtenus (oléorésine, curcumine brute et curcumine recristallisée) sont présentés dans les figure ( 15,16,17 ).

**Tableau 4 : Propriétés organoleptiques de curcumine.**

<b>Produit</b>	<b>Oléorésine</b>	<b>Curcumine brute</b>	<b>Curcumine recristallisée</b>
<b>Odeur</b>	Odeur de curcuma	Odeur de curcuma	Odeur de curcuma
<b>Aspect</b>	Pate	Poudre	Poudre
<b>Couleur</b>	Marron orange	Orange	Jaune orange



**Figure 16 : L'oléorésine obtenue de couleur brune et aspect semi-solide**



**Figure 17 : Curcumin brute**



**Figure 18 : Curcumine recristallisée**

### **III.3. Rendements d'extraction et d'isolement**

Les rendements d'extraction d'oléorésine par soxhlet, de curcumine brute et de curcumine recristallisée sont présentés dans le tableau suivant :

**Tableau 05 : Rendements d'extraction et d'isolement de curcumine**

<b>Produit</b>	<b>Oléorésine</b>	<b>Curcumine brute</b>	<b>Curcumine recristallisée</b>
<b>Rendement d'extraction %</b>	4.79	2.23	2.21
<b>Rendement d'opération d'élément totale %</b>	4.79	46.45	99.18

Les curcuminoides, sont des composés phénoliques, structurellement rattachées à un diarylheptane. Leur teneur varie beaucoup selon le cultivar de 2,5 à 6% (**Pawar et al, 2018**). Le rendement d'extraction d'oléorésine par soxhlet est dans la norme. On observe un meilleur rendement de recristallisation ou il atteint 99.18%.

### **III.4. Analyse des produits obtenus**

#### **III.4.1. Mesure de point de fusion**

A fin d'avoir une idée sur la pureté des produits obtenus, une mesure de point de fusion de curcumine brute et cristallisée a été effectuée, le tableau suivant présente les résultats obtenus :

**Tableau 06 : Points de fusion des Curcumines isolées**

<b>Produit</b>	<b>Curcumine brute</b>	<b>Curcumine recristallisée</b>
<b>Point de fusion °C</b>	154	164

Le point de fusion de poudre de curcumine obtenue après recristallisation est supérieur que ce lui obtenu à partir d'oléorésine ce qui veut dire qu'il y a une amélioration de pureté même si elle est encore inférieure au point de fusion de curcumine pure, la curcumine pure est une poudre cristalline de couleur jaune orangé avec un point de fusion de 183°C.

### III.4.2. Détermination des concentrations par spectroscopie UV-visible

La courbe d'étalonnage de la curcumine standard (figure 18) a été obtenue en traçant les valeurs de différentes concentrations de curcumine en fonction de leurs absorbances pour la détermination quantitative de la teneur en curcuminoïdes. La pente, l'intersection, le coefficient de corrélation ( $R^2$ ) et l'équation de régression a été obtenue. L'équation linéaire représentative obtenue était  $y = 0,1507x - 0,0137$ , où  $x$  est la concentration et  $y$  est l'absorbance. La valeur du coefficient de corrélation obtenue était de 0,99, ce qui indiquait une bonne linéarité dans la plage de 0.5  $\mu\text{g/ml}$  à 7.2  $\mu\text{g/ml}$ .

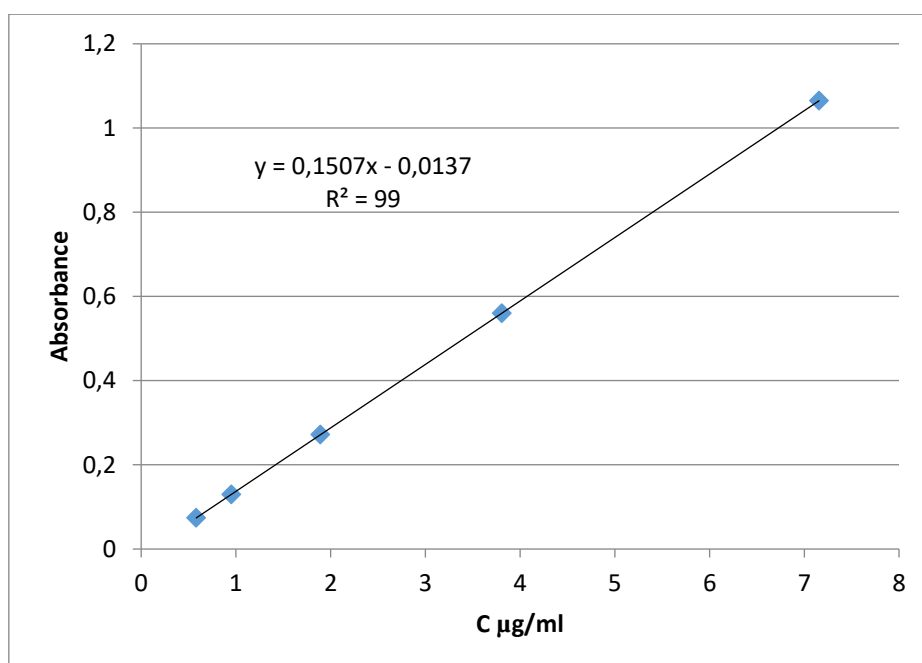


Figure 19 : Courbe standard de la curcumine

Dans le présent travail de recherche, les oléorésines ont été séparées de la poudre de rhizome de curcuma à l'aide d'acétate d'éthyle. Les curcuminoïdes bruts ont été séparés de l'extrait d'acétate d'éthyle en utilisant de l'hexane par une simple méthode d'agitation. Pendant l'agitation, l'huile volatile et d'autres substances interférentes résineuses ont été éliminées de l'extrait d'acétate d'éthyle. Les curcuminoïdes séparés ont été purifiés davantage par la méthode de recristallisation en la recristallisant dans le mélange d'alcool isopropylique et d'hexane (1:1,5).

La teneur totale en curcumine dans les produits obtenus est déterminée d'après la courbe présentée dans la figure 18, le tableau suivant présente les teneurs obtenues.

**Tableau 07 : Teneurs totales en curcumine dans les produits obtenus**

<b>Produit</b>	<b>Oléorésine</b>	<b>Curcumine brute</b>	<b>Curcumine recristallisée</b>
<b>Teneur %</b>	27,2 ± 0,017	45,6 ± 0,021	53,5 ± 0,006

On observe une amélioration de pureté pour chaque étape, pour l'isolement de brute à partir d'oléorésine on observe une augmentation de 27.2 % à 45.6% et de même l'étape de cristallisation conduit à une augmentation de 53,5%, ces valeurs sont en accord avec les résultats obtenus pour la mesure des points de fusion.

Lors de l'isolement et de la purification de la curcumine à partir de l'oléorésine, l'huile volatile présente dans le curcuma solubilise la curcumine, créant un problème dans le processus de recristallisation, ce problème est surmonté par l'étape d'isolement de brute en utilisant l'hexane comme solvant.

Après la recristallisation, les solvants organiques peuvent être récupérés et de ce fait cela réduira le coût d'isolement et de purification.

### **III.4.3. Séparation par chromatographie sur couche mince CCM**

Le complexe de curcuminoïdes, présent dans le rhizome du curcuma (2,5-6%) comprend la curcumine (curcumine-I), la déméthoxycurcumine [4-hydroxycinna [p-moyl-(4-hydroxy-3-méthoxycinnamoyl) méthane] (curcumine-II) et la bisdéméthoxycurcumine [bis-ane] (curcumine-III) . Certains auteurs ont utilisés la vanilline-acide sulfurique pour faciliter la détection des produits, vu le manque de cette matière, la détection des produits est difficile. La figure suivante présente les résultats de CCM obtenus.



Figure 20 : CCM de standard et des curcuminoïdes isolés

#### III.4.4. Activité antioxydante déterminée par le test DPPH

La technique utilisée, in vitro, afin de déterminer l'activité antioxydante des produits isolés est le piégeage du radical libre DPPH•. Tous les EC<sub>50</sub> sont calculés à partir de la partie linéaire des courbes de pourcentage d'inhibition en fonction de la concentration des différents composés à tester, le tableau suivant présent les valeurs d'EC<sub>50</sub>.

Tableau 08 : Activité antioxydante de curcumine cristallisée et de standard déterminée par le test DPPH

Extraits	EC <sub>50</sub> (mg/ml)
Curcumine cristallisée	0,3
Acide ascorbique	0,4

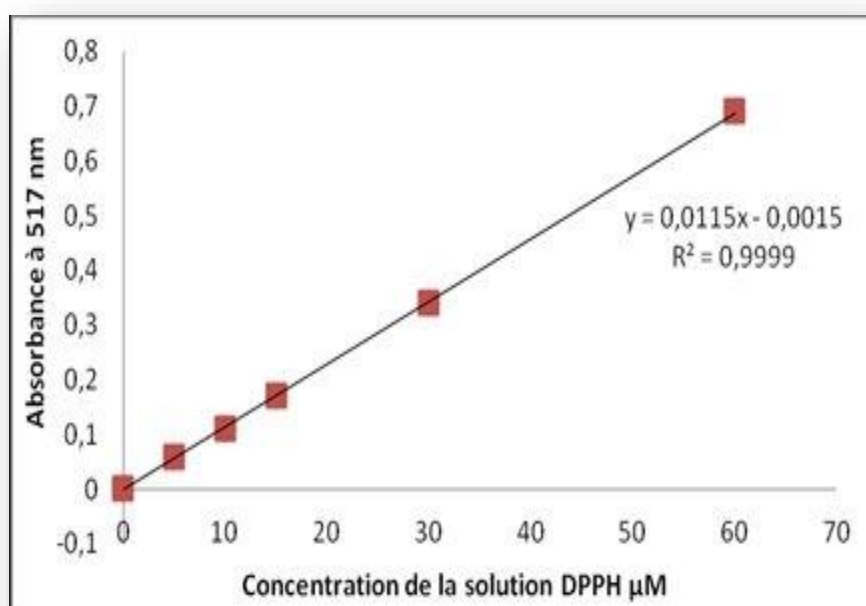
Les résultats nous montrent que les extraits et le standard : acide ascorbique réduisent d'une manière dose-dépendante le radical DPPH, quand la concentration des extraits augmentent dans le milieu réactionnel, le pourcentage d'inhibition augmente proportionnellement jusqu'à

arriver à un plateau qui correspond à l'inhibition presque totale du DPPH• présent dans ce milieu.

Le résultat le plus marquant c'est que l'activité de curcumine cristallisée est comparable au standard. Dans les travaux homologues on trouve pour les valeurs de EC<sub>50</sub> des extraits méthanoïques varies entre 40 et 52 µg/ml contre 43µg/ml pour l'acide ascorbique. (Ameur, et Dechoucha, 2018)

#### **Courbe d'étalonnage de la solution de DPPH° :**

Avant de commencer les tests de l'activité antioxydante, la stabilité et l'intervalle de linéarité des solutions de DPPH° doit être évalués et les résultats sont présentés graphiquement. Six solutions du DPPH° (5, 10, 15, 25, 50 et 60 µM) à base du méthanol ont été testées. (Khoudali S. et al. 2014.)



**Figure 21 : Courbe d'étalonnage de la solution de DPPH**

# **Conclusion générale**

## *Conclusion générale*

---

L'objectif des travaux présentés dans ce mémoire est l'extraction de curcumine de curcuma puis l'isolation de cette dernière par extraction liquide solide et par cristallisation afin d'améliorer la concentration en curcumine. La curcumine isolée des rhizomes, constitue le principe actif majoritaire du point de vue thérapeutique : elle est à l'origine de la plupart des propriétés pharmacologiques et du pouvoir colorant.

Pour ce la nous avons utilisés la méthode d'extraction par soxhlet, l'extraction liquide solide a été effectuée en utilisant l'hexane pour éliminé l'huile volatile et d'autres substances interférentes résineuses qui peuvent solubilisent la curcumine, créant un problème dans le processus de recristallisation, et finalement une cristallisation en utilisant le mélange hexane – alcool isopropylique ( 1.5 : 1 ). La méthode actuelle d'isolement était simple et économique. Après recristallisation, les solvants organiques peuvent être récupérés et de ce fait cela réduira le coût de fabrication.

Pour connaître les concentrations des produit obtenus en curcumine on a concèderai comme standard une curcumine commerciale dont la concentration en curcumine est connue. On observe une amélioration de pureté pour chaque étape, pour l'isolement de brute à partir d'oléorésine on observe une augmentation de 27.2 % à 45.6% et de même l'étape de cristallisation conduit à une augmentation de 53,5%, ces valeurs sont on accord avec les résultats obtenus pour la mesure des points de fusion.

A fin de déterminer l'activité antioxydante des produits isolés on a utilisé la technique de piégeage du radical libre DPPH•. Le résultat le plus marquant c'est que l'activité de curcumine cristallisée est comparable à l'activité d'acide ascorbique utilisé comme standard.

# **Références bibliographiques**

Ameur, I. Dechoucha, S. (2018). Evaluation de l'activité antioxydante in vitro des plantes Lavandula stoechas et Curcuma longa. Master Académique. *Université Mohamed Boudiaf M'sila*.

Bakchiche B., 2015, *Contribution à la valorisation des extraits phénoliques et des huiles essentielles de quelques plantes médicinales locales*. Thèse de doctorat en sciences. Université Amar Telidji – Laghouat

Benaissa L. A. T. (2020). Evaluation de l'activité antioxydant des extraits aqueux de Curcuma longa L. commercialisé dans la wilaya de Biskra.

El Alami, A., & Chait, A. (2017). Enquête ethnopharmacologique et ethnobotanique sur les plantes médicinales dans le Haut Atlas central du Maroc. *Algerian Journal of Natural Products*, 5(1), 427-445.

Emeline Lonchamp. (2002). Curcuma domesticaV. (Zingibéracées), *UNIVERSITE JOSEPH FOURIER FACULTE DE PHARMACIE DE GRENOBLE*

Garugeau c. (1995) curcuma monga L (Zingibéracées), Thèse de doctorat, *Université de limoges, Faculté de pharmacie*.

Jourdan, J. P. (2015). Curcuma et curcumine, de l'histoire aux intérêts thérapeutique, Thèse de doctorat, *UNIVERSITE DE CAEN*

Khedis, L. & Aid, A. (2020). Caractérisation phytochimique et activité antibactérienne de curcuma longa »Memoire De Master. Université Akli Mohand Oulhadj . Bouira .

Métali .M, Kerras.kh. (2016). Etude des activités antibactériennes et antioxydantes des extraits d'Ocimum basilicum (basilic) dans la région de Ain Defla

Pawar, H. A., Gavasane, A. J., & Choudhary, P. D. (2018). A novel and simple approach for extraction and isolation of curcuminoids from turmeric rhizomes. *Nat Prod Chem Res*, 6(300), 2

Khoudali, S., Essaqui, A., Zertoubi, M., Azzi, M., & Benaissa, M. (2014). Study of

## ***Références bibliographiques***

---

antioxidant activity and anticorrosion action of the methanol extract of dwarf palm leaves (chamaerops humilis l.) from morocco|[Étude de l'activité antioxydante et de l'action anti corrosion de l'extrait méthanolique des feuilles du palmier nain (chamaerops humilis l.) du maroc].

عنوان المذكرة:

المؤطر : محجوبي الحاج عيسى

اللقب :لزرقي

الاسم :خديجة

اللقب :توات

الاسم : فردوس

**الملخص:** الهدف من العمل المقدم في هذه الرسالة هو استخلاص الكركمين من الكركم ثم عزل الأخير عن طريق استخلاص السائل الصلب وبالتبلور لتحسين تركيز الكركمين. أظهرت النتائج تحسناً في النقاوة لكل خطوة ، لعزل الخام من الأوليوريسين هناك زيادة من 27.2% إلى 45.6% وبالمثل فإن خطوة التبلور تؤدي إلى زيادة بنسبة 53.5% وهذه القيم تتفق مع النتائج المتحصل عليها لقياس نقاط الانصهار. تُظهر دراسة نشاط مضادات الأكسدة للمنتجات المعزولة بواسطة اختبار DPPH أن نشاط الكركمين المتبلور يمكن مقارنته بنشاط حمض الأسكوربيك المستخدم كمعيار.

الكلمات المفتاحية: الكركم - الكركمين - الاستخلاص - التبلور - النشاط المضاد للأكسدة.

**Memory title:**

**Name:** lazreg

**First name:**khadidja

**Directed by:** Mahdjoubi Hadj Aissa

**Name:**touat

**First name:** ferdaous

**Abstract:** The objective of the work presented in this thesis is the extraction of curcumin from turmeric then the isolation of the latter by solid liquid extraction and by crystallization in order to improve the concentration of curcumin. The results show an improvement in purity for each step, for the isolation of crude from oleoresin there is an increase from 27.2% to 45.6% and similarly the crystallization step leads to an increase of 53.5%, these values agree with the results obtained for the measurement of the melting points. The antioxidant activity study of the products isolated by the DPPH• test shows that the activity of crystallized curcumin is comparable to the activity of ascorbic acid used as a standard.

**Keywords :** Turmeric - curcumin - extraction - crystallization - antioxidant activity.

**Titre du mémoire :**

**Nom :** lazreg

**Prénom :**khadidja

**Encadreur :** Mahdjoubi Hadj Aissa

**Nom :**touat

**Prénom :** ferdaous

**Résumé :** L'objectif des travaux présentés dans ce mémoire est l'extraction de curcumine de curcuma puis l'isolation de cette dernière par extraction liquide solide et par cristallisation a fin d'améliorer la concentration en curcumine. Les résultats montres une amélioration de pureté pour chaque étape, pour l'isolement de brute à partir d'oléorésine on observe une augmentation de 27.2 % à 45.6% et de même l'étape de cristallisation conduit à une augmentation de 53,5%, ces valeurs sont on accord avec les résultats obtenus pour la mesure des points de fusion. L'étude d'activité antioxydante des produits isolés par le test de DPPH• montre que l'activité de curcumine cristallisée est comparable à l'activité d'acide ascorbique utilisé comme standard.

**Mots clefs :** Curcuma - curcumine – extraction - cristallisation - activité antioxydante.