

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE AKLI MOHAND OULHADJ – BOUIRA
FACULTE DES SCIENCES DE LA NATURE ET DE LA VIE ET DES SCIENCES DE LA TERRE
DEPARTEMENT DE BIOLOGIE



Réf :/UAMOB/F.SNV.ST/DEP.BIO/2018

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME MASTER

Domaine : SNV Filière : Sciences Biologiques
Spécialité : Physiologie Cellulaire et Physiopathologie

Présenté par :

SIAD Rabie & MOUSSA Hamza

Thème

Ultrasound-assisted extraction of Ziziphus lotus's bioactive compounds: Optimization by Fractional Factorial Design 2^{7-3} (FFD)

Soutenu le : 27 / 06 / 2018

Devant le jury composé de :

<i>Nom et Prénom</i>	<i>Grade</i>		
<i>M. REMINI Hocine</i>	<i>MCB</i>	<i>Univ. de Bouira</i>	<i>Président</i>
<i>M. DAHMOUNE Farid</i>	<i>MCA</i>	<i>Univ. de Bouira</i>	<i>Promoteur</i>
<i>Mlle. BARKANI Farida</i>	<i>Doctorante</i>	<i>Univ. de bouira</i>	<i>Co-Promoteur</i>
<i>M. BARA Mouslim</i>	<i>MCA</i>	<i>Univ. de Bouira</i>	<i>Examineur</i>
<i>M. HAMZA OUI Soufiane</i>	<i>MCA</i>	<i>Univ. de Bouira</i>	<i>Invité</i>

Année Universitaire : 2017/2018

Table of contents

Abbreviations list

Figures list

Tables list

INTRODUCTION

Chapter I: Literature Review

1. Overview of jujube plant <i>Ziziphus lotus</i>	3
2. Chemical composition	4
3. Bioactive composition	4
3.1. Tannins.....	5
3.2. Vitamin C.....	5
3.3. Polysaccharides	6
4. Biological activities	6
5. Extraction methods of antioxidant	7
5.1. Conventional extraction technique.....	7
5.2. Microwave assisted extraction	7
5.3. Ultrasounds in Extraction processes.....	8

Experimental Part

Chapter II: Materials and Methods

1. Chemical reagents and equipment	10
2. Plant material	10
2.1. Drying and Grinding.....	10
3. Experimental design	11
3.1. Plackett-Burman designs	11
3.1.1. Preparation of the experimental plan.....	12
3.1.1.1. Protocol description	12
3.1.1.2. Responses.....	12

Table of contents

3.1.1.3. Objectives of protocol.....	12
3.1.1.4. Factors and levels.....	12
3.1.1.5. Choice of the experimental design.....	13
3.2. Fractional factorial designs and optimization	14
3.2.1. Preparation of the experimental plan.....	14
3.2.1.1. Study Description	14
3.2.1.2. Responses, Factors and levels	14
3.2.1.3. Choice of the experimental design.....	15
4. Comparison of the different techniques for phenolic compounds extraction from Ziziphus lotus fruit.....	16
4.1. Ultrasound assisted extraction (UAE).....	16
4.2. Conventional solvent extraction (CSE).....	16
4.3. Microwave assisted extraction (MAE).....	17
5. Phenol index.....	17
6. Analytical determinations	17
6.1. Total phenolic content.....	17
6.2. Total flavonoids content.....	17
7. Antioxidant assays.....	18
7.1. Scavenging activity against the DPPH radical.....	18
8. Statistics analysis.....	18

Chapter III: Results and Discussion

1. Moisture content.....	19
2. Plackett–Burman Experimental design of plant extracts	19
2.1. Statistical screening of important factors influencing extraction.....	19
2.2. Global model and lack of fit.....	21
2.2.1. .Analysis of variance.....	21
2.3. Effects of independent factors on phenolic extraction factors.....	22

Table of contents

3. Fractional factorial design and optimization.....	24
3.1. Estimated effects of factors on extraction phenolic.....	24
3.2. Fitting the model and optimal condition.....	27
3.3. Analysis of variance.....	27
3.4. Several factors affecting antioxidants activity.....	28
3.5. Validation and verification of predictive model.....	29
4. Comparison UAE with other extraction method.....	29
Conclusion	33

Bibliographical references

Appendix

GAB: Goffe solid equivalent

MAE: Microwave assisted extraction

MC: Molecules content

PRD: Plackett-Burman design

PI: Phenol index

PS: Polysaccharides

TFC: Total flavonoid content

TPC: Total phenolic content

UAE: Ultrasound assisted extraction

Abstract

The present study reports on the extraction of phenolic compounds from *Ziziphus lotus*. Plackett-Burman design PBD and the 2^{7-3} fractional factorial design (FFD) was used for the optimization of extraction parameters in terms of total phenolic contents, total flavonoid and antioxidant activities. Result suggested the optimal conditions obtained by FFD for UAE as follows: acetone concentration 10%, pH (4) and solid to solvent 1/50 g/mL. In the optimal conditions, the experimental total phenolic contents were 5066.99 mg GAE/100 g, total flavonoid were 584.18 mg EQ/100 g and antioxidant activity of 89.31 %. Finally, compared proposed technique to conventional extraction methods and MAE, the UAE provided higher extraction efficiency and offered many advantages.

Keywords

Ziziphus lotus; phenolic compounds; antioxidant activities; Plackett-Burman design; fractional factorial design; ultrasound-assisted extraction; optimization.

Résumé

La présente étude porte sur l'extraction des composés phénoliques de *Ziziphus lotus*. Le plan expérimental de Plackett-Burman et le plan factoriel fractionnaire 2^{7-3} a été adopté pour l'optimisation des paramètres d'extraction en composés phénoliques totaux, des flavonoïdes totaux et d'activité antioxydante. Le résultat a suggéré que les conditions optimales obtenues par FFD pour EAU comme suit : concentration en acétone 10%, pH (4), solide en solvant 1/50 g / mL. Dans les conditions optimales, le contenu phénolique total obtenu expérimentalement est de 5066.99 mg GAE / 100 g, flavonoïde total est de 584.18 mg EQ / 100 g et pourcentage d'inhibition de 89.31% du radical DPPH*. Enfin, en comparant EAU par rapport à la méthode d'extraction conventionnelle et au EAM, la technique EAU montre un rendement d'extraction plus élevé et de nombreux avantages.

Les mots clé

Ziziphus lotus ; composés phénoliques ; activité antioxydant ; plan plackett-Burman ; plan factorielle fractionnaire ; extraction assisté par ultrasons ; optimisation

المخلص

تتناول الدراسة استخراج المركبات الفينولية من فاكهة السدر. تم اعتماد التصميم التجريبي بلاكيت-بورمان والتصميم الاختزالي 2^{7-3} من اجل تحسين العوامل المؤثرة في استخراج البوليفينولات الاجمالية، الفلافونيدات الاجمالية والفعالية المضادة للأكسدة. وبينت النتائج المتحصل ان الظروف المثلى المتحصل عليها من التصميم الاختزالي من خلال الاستخراج بالموجات فوق الصوتية على النحو التالي: تركيز الأسيتون 10 %، ودرجة الحموضة pH (4)، نسبة الصلبة / السائل 50/1 غرام / مل. في الظروف المثلى، البوليفينولات الاجمالية التي تم الحصول عليها تجريبيا هي: 5066.99 ملغ/GAE / 100 غرام، الفلافونيدات الكلية 584.18 ملغ /EQ / 100 غرام ونسبة الفعالية المضادة للأكسدة هي 89.31 % وأخيراً، بمقارنة تقنية الاستخراج بالموجات فوق الصوتية مع التقنية التقليدية والميكروويف، فإن تقنية الموجات فوق الصوتية تظهر اعلى كفاءة استخراج مع العديد من المزايا.

الكلمات المفتاحية

التصميم ; بلاكيت-بورمان; الموجات فوق الصوتية ; الفعالية المضادة للأكسدة ; السدر ; مركبات الفينول ; تحسين العوامل المؤثرة

الاختزالي