



## (12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 37048 B1** (51) Cl. internationale : **C11B 1/00**
- (43) Date de publication : **29.07.2016**

---

(21) N° Dépôt : **37048**

(22) Date de Dépôt : **21.05.2014**

(71) Demandeur(s) :

- **KITANE SAÏD, RUE JBEL AYACHI 27 APP 6 AGDAL RABAT (MA)**
- **ATALLA YOUSSEF, RUE JBEL AYACHI 27 APP 6 AGDAL RABAT (MA)**
- **BENQLILOU CHOUAIB, RUE JBEL AYACHI 27 APP 6 AGDAL RABAT (MA)**

(72) Inventeur(s) : **KITANE SAÏD ; ATALLA YOUSSEF ; BENQLILOU CHOUAIB**

(74) Mandataire : **BENQLILOU CHOUAIB**

---

(54) Titre : **NOUVEAU ECO-PROCEDE D'EXTRACTION D'HUILE D'AVOCAT ET D'ARGOUSIER BASE SUR UN SECHAGE ET TRAITEMENT PAR DISTILLATION SOUS VIDE SUIVI D'UNE EXTRACTION PAR SOLVANT HYDROSOLUBLE**

(57) Abrégé : L'extraction des huiles végétales contenues dans les fruits tel que l'avocat et l'argousier est relativement compliquée vu la très forte interaction entre la structure cellulosique et les molécules de huile. L'objectif de la présente invention est de proposer une nouvelle éco-conception d'un procédé permettant d'extraire d'une manière écologique et 100% naturelle les huiles contenues dans les fruits. L'éco-procédé développée dans le présent travail est basée sur un séchage et un traitement de la biomasse sous étude moyennant une distillation sous vide suivie d'une extraction par un solvant hydrosolubles. Cette approche ainsi conçue a été validée pour l'extraction des huiles d'avocat et d'argousier et valable pour tout les fruits et biomasse contenant des huiles végétales. Après la soustraction des épiluchures et des noyaux dans le cas de l'avocat et les graines dans le cas des fruits de l'argousier, les mésocarpes (pulpes) sont placées dans une colonne assujettie à un chauffage via bain marie et une dépression de l'ordre de 12 mmHg. L'eau de la biomasse s'évapore à une température inférieure à 60°C (entre 40°C et 60°C) respectant ainsi la thermo-sensibilité des huiles sous étude. Ce prétraitement non seulement élimine une quantité d'eau de l'ordre de 40% mais permet de fragiliser les cellules cellulose contenant les huiles ce qui facilite en conséquence leur libération en présence du solvant hydrosoluble écologique qui est l'alcool éthanolique, contrairement à l'extraction directe par les autres solvants non miscibles à l'eau et qui forment des émulsions entre les phases ce

qui rend l'extraction de l'huile d'avocat ou de l'argousier très difficile et avec des rendements relativement faibles et une qualité inférieure. A titre d'exemple à partir de 45,9g de la pâte d'avocat brute le séché par distillation sous vide à 12mmHg et 45°C donne 12g de distillat eau ce qui élimine environ 40% d'eau de structure. Dans ces conditions opératoires la pâte obtenue garde la couleur vert clair et on n'observe aucune oxydation ou noircissement comme dans le cas du séchage à l'étuve ou à l'air libre. Par ailleurs, l'éthanol utilisé pour l'extraction de la biomasse traitée lors de la distillation sous vide permet d'un côté un rendement fort intéressant en terme d'huile extraite et d'un autre côté la séparation éthanol-huile efficace. Dans ces conditions on récupère 12,37g de l'huile d'avocat donnant ainsi un rendement de l'ordre de 27%. Dans le cas de fruits d'argousier et après application d'un même éco-procédé développé dans le présent projet on récupère à partir de 150g de fruit 17,1g d'huile jaune clair et limpide soit 11,4% de rendement. Ces résultats donnent une meilleure extraction des huiles avec une qualité considérablement significative dans des températures et de pression favorables. Les huiles ainsi obtenues (d'avocat, d'argousier, ...) subiront une purification afin d'être utilisées dans la fabrication de certains médicaments et dans l'industrie de la cosmétique: fabrication d'un savon d'avocat/ d'argousier riche en protéine tout en récupérant la glycérine ou d'un beurre d'avocat/ d'argousier après hydrogénation.

---

## ABREGE

L'extraction des huiles végétales contenues dans les fruits tel que l'avocat et l'argousier est relativement compliquée vu la très forte interaction entre la structure cellulosique et les molécules de huile.

L'objectif de la présente invention est de proposer une nouvelle éco-conception d'un procédé permettant d'extraire d'une manière écologique et 100% naturelle les huiles contenues dans les fruits. L'éco-procédé développée dans le présent travail est basée sur un séchage et un traitement de la biomasse sous-étude moyennant une distillation sous vide suivi d'une extraction par un solvant hydrosolubles. Cette approche ainsi conçus a été validée pour l'extraction des huiles d'avocat et d'argousier et valable pour tout les fruits et biomasse contenant des huiles végétales. Après la soustraction des épiluchures et des noyaux dans le cas de l'avocat et les graines dans le cas des fruits de l'argousier, les mésocarpes (pulpes) sont placées dans une colonne assujetti à un chauffage via bain marie et une dépression de l'ordre de 12mmHg. L'eau de la biomasse s'évapore à une température inférieure à 60°C(entre 40°C et 60°C)respectant ainsi la thermo-sensibilité des huiles sous études. Ce prétraitement non seulement élimine une quantité d'eau de l'ordre de 40% mais permet de fragilisant les cellules cellulosique contenant les huiles ce qui facilite en conséquence leur libération en présence du solvant hydrosoluble écologique qui est l'alcool éthanoïque, contrairement à l'extraction directe par les autres solvants non miscibles à l'eau et qui forment des démixtions entre les phases ce qui rend l'extraction de l'huile d'avocat ou de l'argousier très difficile et avec des rendement relativement faibles et une qualité inferieure.

A titre d'exemple à partir 45,9g de la pate d'avocat brute le séché par distillation sous vide à 12mmHg et 45°C donne 12g de distillat eau ce qui élimine environnement 40% d'eau de structure. Dans ces conditions opératoires la pate obtenue garde la couleur vert clair et on n'observe aucune oxydation ou noircissement comme dans le cas du séchage à l'étuve ou à l'air libre. Par ailleurs, l'éthanol utilisé pour l'extraction de la biomasse traitée lors de la distillation sous vide permet d'un coté un rendement fort intéressant en terme d'huile extraite et d'un autre côté la séparation éthanol-huile efficace. Dans ces conditions on récupère 12,37g de l'huile d'avocat donnant ainsi un rendement de l'ordre de 27%. Dans le cas de fruits d'argousier et après application d'un même eco-procédé développé dans le présent projet on récupère à partir de 150g de fruit 17,1g d'huile jaune clair et limpide soit 11,4% de rendement. Ces résultats donnent une meilleure extraction des l'huiles avec une qualité considérablement significative dans des favorables de températures et de pression.

Les huiles ainsi obtenues (d'avocat, d'argousier,...) subiront une purification afin d'être utilisées dans la fabrication de certains médicaments et dans l'industrie de la cosmétique : fabrication d'un savon d'avocat/d'argousier riche en protéine tout en récupérant la glycérine ou d'une beurre d'avocat/d'argousier après hydrogénation.

## ETAT DE L'ART DES PROCEDES D'EXTRACTION DE L'HUILE D'AVOCAT

L'huile d'avocat présente une haute stabilité, par ailleurs, son contenu significatif en vitamine E (alpha-tocophérol) 12-15 mg/g d'huile et (beta-sitostérol) approximativement 4.5 mg/g d'huile permet respectivement une réduction des maladies cardiovasculaires et inhibe l'absorption intestinal du cholestérol. Il est démontré que l'huile d'avocat est très salubre vu sa richesse en acide oléique, oméga3 et oméga6 qui réduisent les radicaux libres dans le sang et agit comme un antioxydant. En plus de ces applications thérapeutiques, l'huile d'avocat a des vertus cosmétiques si considère sa grande capacité pénétrante de l'épiderme d'où son utilisant comme agent transporteur d'autre éléments actifs en dermatologie.

Il est fort intéressant de considérer la totalité de la chaîne de valorisation du produit sous étude afin d'exploiter les huiles se trouvant dans le mésocarpe. L'extraction de l'huile se trouvant dans le mésocarpe présente plusieurs difficultés liées notamment à la rigidité des cellules attrapant les huiles, la texture de la pâte en question qui conditionne l'étape de malaxage qui a son tour influence directement la séparation mécanique (par exemple la centrifugation, le pressage,...) et en conséquence le rendement [7] et finalement, la mixtion eau-huile est difficilement séparable. Les techniques les plus utilisées pour l'extraction de l'huile d'avocat à l'échelle du laboratoire sont principalement à base d'une extraction par solvant. Dans ce contexte, il est important de rapporter le travail de Haendler et al. [1] qui a comparé les rendements de l'extraction par solvant avec pré-séchage (95%) avec celui obtenu par pression de la pulpe séchée (80%). Sadir et al. [2] a travaillé sur l'extraction par solvant après une fermentation anaérobique de la pulpe permettant ainsi une rupture cellulaire plus facile (90%). Jaubert et al. [3] a trouvé un rendement de l'ordre de 80% sur la base de l'utilisation d'une pression et filtration successive.

### Période de récolte suivant la maturité du fruit

Il est important de noter que la teneur en huile et en conséquence le pourcentage de récupération de l'huile varie considérablement suivant la période horticole de l'avocatier, le tableau ci-dessous résume l'évolution temporelle de cette teneur en fonction de la maturité des fruits et des mois. Il est clair qu'une récupération supérieure à 90% peut être obtenue vers les mois de septembre/octobre [5].

Mois	Teneur en huile %	Récupération %
Avril	7.0	52.6
Mai	11.0	73.6
Juin	13.0	76.4
Juillet	15.0	78.9
Aout	1.4	88.4
Septembre	18.5	92.0
Octobre	20.3	92.3

### **Le séchage est un facteur déterminant dans le rendement de l'extraction**

Le séchage du fruit d'avocat permet d'élever la teneur en huile de 15-30% jusqu'à les 70-75%. Ce prétraitement est une étape qui conditionne considérablement le rendement de l'extraction de l'huile d'avocat. Plusieurs techniques de séchage ont été reportées en littératures et le rendement correspondant moyennant une extraction a été obtenu a savoir: lyophilisation (85%), chauffage a l'étude (73%) [6].

### **Extraction de l'huile d'avocat**

L'extraction de l'huile par solvant (hexane) du mésocarpe séché peut être utilisée comme référence pour comparer les différentes alternatives et proposition d'extraction (Equation ci-dessous). L'extraction par hexane permet de déterminer une teneur en huile du cultivar sous étude (p.e. 25-30% pour le cultivar Hass). L'extraction à base d'hexane réduit l'utilisation du produit extrait dans les disciplines cosmétique, alimentaires et notamment thérapeutique. [6]

$$\text{rendement} = \frac{\text{huile obtenue}}{\text{huile obtenue par hexane}} \cdot 100\%$$

Les techniques qu'on a considérées dans le présent travail sont les suivantes :

Extraction par solvant (hexane) après séchage moyennant un chauffage On considère une pulpe d'avocat de 414,52g qu'on met dans un four à 80°C pendant 24h on obtient la masse d'avocat séché est de 102g ce qui nous fait 75% humidité. On extrait l'huile d'avocat par solvant hexane : on récupère 13,90 de l'huile d'avocat, ce qui donne un rendement de 14%.

Extraction par solvant (hexane) après Lyophilisation : La lyophilisation, ou séchage à froid, est un procédé qui permet de retirer l'eau contenue dans un aliment ou un produit afin de le rendre stable à la température ambiante et ainsi faciliter sa conservation. La lyophilisation utilise un principe physique fort simple qu'on appelle la sublimation. La sublimation est le passage d'un élément de l'état solide à l'état gazeux directement sans passer par l'état liquide. Dans le cas de l'eau que l'on veut retirer des aliments, l'opération de lyophilisation consiste à : i- Congeler les aliments pour que l'eau qu'ils contiennent soit sous forme de glace. ii- Ensuite sous l'effet du vide, sublimer la glace directement en vapeur d'eau. iii- Récupérer cette vapeur d'eau. Une fois que toute la glace est sublimée, les aliments sont séchés à froid et on peut les retirer de l'appareil. On a lyophilisé 500g de fruit d'avocat après dénoyautage on obtient 103,1g. On prend 45,82 g d'avocat lyophilisé, on la broie puis on l'extrait avec de l'hexane on récupère une huile d'avocat de 6g ce qui nous fait un rendement de 13,09%.

Extraction par Pression à froid : La méthode d'extraction de l'huile d'avocat consiste à déshydrater la pulpe d'avocat par chauffage et d'enlever l'huile par un procédé de pression. 500g de fruit d'avocat dénoyautés puis séché dans un four à 80°C pendant 24h. Après séchages du fruit on obtient environ 112g de fruit séché qu'on le fait passer dans une presse mécanique pour extraire l'huile d'avocat l'huile obtenue est de l'ordre de 12,37g cela donne un rendement de l'ordre de 11,04%.

Extraction par centrifugation on ajout de l'eau chaude (20%) a la pulpe d'avocat le tout se maintient a une température de 60°C et un pH de 4 dans l'étape de broyage qui dure approximativement 30 min. la centrifugation permet de séparer la phase liquide (eau-huile) de la pulpe. L'extraction de l'huile d'avocat par les centrifugeuses utilisées pour l'extraction de l'huile d'olive présente un rendement faible en comparaison avec celui de l'huile d'olive. Cette atténuation du rendement pourra être due a plusieurs facteurs a savoir la rigidité des cellules et la texture de la pate en question qui conditionne l'étape de malaxage qui a son tour influence directement la centrifugation et en conséquence le rendement [7].

### DESCRIPTION DU NOUVEAU PROCÉDE D'EXTRACTION D'HUILE D'AVOCAT PAR SECHAGE BASE DISTILLATION SOUS VIDE SUIVI D'UNE EXTRACTION PAR SOLVANT HYDROSOLUBLE

Le fruit est coupé en lamelle et le tout est mis dans une colonne de distillation assujettie à un chauffage via un bain marie et à une dépression de l'ordre de 12mmHg. On observe qu'au fur et à mesure que l'eau se s'évapore du bioproduit la température varie entre 45°C et 60°C respectant ainsi la thermo-sensibilité des huiles sous-études. Ce prétraitement non seulement élimine une quantité d'eau de l'ordre de 40% mais permet de fragiliser les cellules contenant l'huile ce qui facilite sa libération en présence d'un solvant écologique. Dans ce contexte, on utilise 45,9g de la pate d'avocat séché par distillation sous vide 12mmHg et 60°C avec environnement 10% d'humidité. La pate ainsi obtenue passe par une extraction par solvant notamment l'éthanol pour récupérer 12,37g de l'huile d'avocat donnant ainsi un rendement de 26,94%. L'approche proposée présente non seulement des avantages importants et des améliorations significatives en termes de rendement matière mais aussi des avantages considérables en termes qualitatifs le Tableau ci-dessous résume les indices : d'acidité, de saponification, de réfraction et d'iode.

	Séchage et Extraction par hexane	Extraction distillation sous vide et Extraction par éthanol	Lyophilisation et extraction par hexane	Pression à froid	Normes SI
Acidité	2%	1%	2,5%	2,4%	<6
Indice d'iode	87	87	87	87	80-95
Indice de saponification	177	176	176	176	180-195
Indice de réfraction	1,4679	1,4657	1,4673	1,4655	1,4650-1,4740
Densité	0,915	0,919	0,918	0,919	0,915-0,920
Rendement	14%	26,94%	13,09%	11,04%	30%

**Raffinage de l'huile d'avocat :** Postérieurement, l'huile d'avocat ainsi extraite subit un raffinage afin d'enlever les odeurs et d'apporter une certaine blancheur.

**Valorisation de l'huile d'avocat en terme cosmétique par saponification :** Fabrication du savon à partir de la saponification de l'huile d'avocat ainsi extraite : se fait en traitant par hydrolyse l'huile en présence de la soude caustique à 30%. Après le chauffage à reflux, le mélange réactionnel est traité par chlorure de sodium (relargage). Ceci donne deux phases

une phase solide qui est le savon et l'autre, aqueuse, riche en glycérine. Après une décantation de 12h on sépare le savon de la phase aqueuse, on le lave à l'eau et on le sèche à l'air libre. Le savon obtenu est présente les caractéristiques suivantes : Aspect propre, Lisse au toucher ; Couleur vert claire ; Mousse abondante et consistante. Par ailleurs, la solution aqueuse alcaline issue de la fabrication du savon ainsi préparé est neutralisée par l'acide chlorhydrique concentré pour en extraire de la glycérine. Après évaporation et distillation, on isole la glycérine (ou glycérol) avec un rendement de 40% [8,9] : Liquide incolore ; Anhydre et pur ; Sirupeux, à saveur sucrée ; Densité de 1,24 ; Point de distillation élevée.

### **ETAT DE L'ART DES PROCEDES D'EXTRACTION DE L'HUILE D'ARGOUSIER**

L'argousier appartient a une famille botanique présente principalement e dans l'hémisphère nord. Les fruits sont riches en éléments antioxydants, vitamines C, E de carotènes, de flavonoïdes, d'acides gras, d'oméga3 et d'oméga7 et en huile d'intérêt cosmétique, nutritionnel et médical, cependant les extractions comme la macération, Soxhlet, l'hydro distillation ainsi que l'extraction par fluide supercritique [10] sont fastidieux et couteux.

### **DESCRIPTIION DU NOUVEAU PROCEDE D'EXTRACTION D'HUILE D'AVOCAT PAR SECHAGE BASE DISTILLATION SOUS VIDE SUIVI D'UNE EXTRACTION PAR SOLVANT HYDROSOLUBLE**

On considère une quantité de 150g de fruits d'argousier, lavés à l'eau potable ,puis introduite dans un Mixeur pour séparer les graines dures, du mésocarpe (pulpe et peau du fruit). On obtient ainsi un jus relativement visqueux qu'on place dans la colonne de distillation sous vide dans les mêmes conditions opératoires de pression (12mmHg), température (45°C), temps de séjour(30min) pour réaliser un traitement de ce bioproduit et en particulier un séchage partiel dans l'objectif d'éliminer l'eau de structure jusqu'à une teneur de l'ordre de 50%.Le produit fini ainsi obtenu est traité a trois reprises avec 50ml d'éthanol pour extraire l'huile sous-étude. Finalement les phases aqueuses et organiques sont séparées par évaporation sous vide. On observe que de la phase liquide initiale on obtient 17,1g de l'huile d'argousier de couleur jaune limpide, soit un rendement de 11,4% comparativement avec d'autre résultats qui donnent un rendement de l'ordre de 5 à 8 % et avec une couleur relativement sombre, pouvant être due a une oxydation des bioproduits ,notamment la poudre et l'l'huile d'argousier de couleurs sombre. Par contre ils sont clairs non dégradés par ce nouveau procédé. Ce qui conserve les divers constituants de l'argousier.

**Références**

1. Haendler, L., *Fruits*. 20, 625 (1965).
2. Sadir R., *olio di abacate : tecnologia della raffinazione*. Riv. Ital. Sost. Grasse. 49. 117-120. 1972
3. Jaubert J. N. Une nouvelle technologie de préparation et de raffinage de l'huile d'avocat. *Fruits*. 25(4) 292-294. 1970
4. Hulme A.C., *The Biochemistry of Fruits and Their Products*, Vol. 2, Academic Press, New York, 1971, p. 6
5. Masson, EG., J.C. Mukezangango and A. Hassanien, *Technoserve Agro-Industry Survey*, Technoserve, Inc., Kigali, Rwanda, 1986, p. 53.
6. Jacobsberg, B. « Avocado oil : a literature survey » *Belgian Journal of Food Chemistry and Biotechnology*. 43.115-124 (1988).
7. Farmnote No. 76/2000 Avocado maturity testing (Agdex235/50).
8. S. Kitane, A. Sebban et A. Bahloul. « Procédés et schéma de traitement pour la valorisation de déchets agro-alimentaires : fabrication de savon biodégradable, du Furfural de la glycérine et du charbon actif des grignons d'olive » Brevet numéro 27014 déposé à l'OMPIC le 20 /06/2003.
9. S. Kitane, A. Sebban, A. Bahloul et J. L. Pineau. « Procédé écologique de traitement et de valorisation de rejets solides et des margines ». Brevet numéro 29150 déposé à l'OMPIC le 14 /03/2007.
10. Thomas Michel. « Nouvelle méthodologies d'extraction, de fractionnement et d'identification / Application aux molécules bioactives de l'argousier ». Thèse soutenue le 23 novembre 2011.



## LES REVENDICATIONS

Pour le procédé d'extraction de l'huile d'avocat, d'argousier ou d'autres produits similaires sans dégradation nous revendiquons :

1. Procédé d'extraction d'huile d'avocat et d'argousier avec un rendement relativement important est caractérisé par le séchage et traitement en utilisation une distillation sous vide, avec une pression de l'ordre de 12mmHg ; et a des températures réduites entre 45°C et 60°C pour réduire la quantité d'eau de structure à des valeurs significatives, approximativement 50% suivi d'une extraction par solvant hydrosoluble.
2. Le procédé d'extraction de l'huile végétale suivant la première revendication et pour le cas de l'huile d'avocat est précédé d'un lavage des fruits ainsi que la séparation de la peau et des noyaux. Dans le cas des fruits d'argousier, après le lavage à l'eau les fruits sont malaxés à l'aide de mixeur et les graines sont séparées par filtration.
3. Le procédé d'extraction de l'huile selon la première revendication est caractérisé par l'emplacement de la pulpe dans l'équipement de distillation sous vide qui peut être en verre ou autres matériaux comme l'inox.
4. Le procédé d'extraction de l'huile selon la première revendication est caractérisé par les dimensions de cet équipement selon la quantité de la pulpe de fruit, ainsi que la durée nécessaire pour réduire l'eau de structure à une teneur d'eau inférieure à 50%.
5. Le procédé d'extraction de l'huile selon l'étape précédente, le fait de ne pas éliminer une grande partie d'eau de structure de la pulpe permet de travailler dans des conditions d'efficacité énergétique et pour le fonctionnement correct des opérations en amont.
6. Le procédé d'extraction de l'huile selon la première revendication est caractérisé par le vide, qu'il peut être obtenu par une pompe à vide, comme il peut être obtenu à l'aide d'une trempe à eau,...
7. Le procédé d'extraction de l'huile selon la première revendication est caractérisé par la température qui ne doit pas dépasser les 60°C moyennant un bain marie ou toute autre source d'énergie qui permet de contrôler la température à des valeurs inférieures à 60°C pour que la qualité de l'huile reste suivant les spécifications et les standards
8. Le procédé d'extraction de l'huile selon la première revendication est caractérisé par la pulpe ainsi séchée est traitée par l'alcool éthylique et après agitation la phase alcoolique est distillée également sous vide pour isoler l'huile d'avocat ou l'huile d'argousier de couleur claire qu'il faut stocker à l'abri de la lumière et de la chaleur.
9. Les bioproduits obtenus par le procédé de la revendication 1 sont caractérisés par le fait qu'ils conservent l'ensemble de leurs constituants bioactifs tel que les stérols, les vitamines, les antioxydants, les lipides et les oligo-éléments. Ces bioproduits extraits par un tel procédé donnant lieu à des compositions spécifiques pour leur utilisation comme médicament, comme agent dermatologique, comme agent cosmétique, ou comme nutraceutique, à utilisation humaine et/ ou animale.
10. Le procédé de la revendication 1 pourra être appliqué sur d'autres fruits, légumes et biomasse contenant des huiles végétales dans leurs structures