République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. M. OULHADJ - Bouira
Faculté des Sciences et des Sciences Appliquées
Département de Génie des Procédés
Laboratoire de Génie des Procédés

Mémoire

Présenté par

REZKALLAHI Lynda
MAKHZOUM Nouria

Pour l'obtention du diplôme de

MASTER

Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie Chimique

Extraction des huiles essentielles d'une plante médicinale locale

Soutenu le 30/09/2021

Devant le jury :

M. KERNANI R.	MCB	U. AMO de Bouira	Président
Mme MANSOURI L.	MAA	U. AMO de Bouira	Examinateur
M. ABDERRAHIM A.	MCB	U. AMO de Bouira	Encadrant

Année Universitaire : 2020/2021

Remerciements

En préambule à ce mémoire, nous remercions **ALLAH** qui nous aide et nous donne la patience et le courage durant ces années d'étude.

Ces remerciements vont tout d'abord au corps professoral et administratif du département de Génie des Procédés, pour la richesse et la qualité de leur enseignement et qui déploient de grands efforts pour assurer à leurs étudiants une formation actualisée.

Nous tenons à remercier sincèrement notre encadrant **M. ABDERRAHIM**, pour sa disponibilité ainsi que ses conseils judicieux, ses orientations et ses encouragements durant toute la période de réalisation de ce travail.

Nos vifs remerciements vont aux membres de jury (**M. KERNANI** & **Mme MANSOURI**) pour avoir accepté d'examiner notre mémoire.

Un immense merci au personnel du laboratoire du département de Génie des Procédés (Université Akli Mohand Oulhadj-BOUIRA) :

- **Mme SI LARBI K.**, nous vous sommes très reconnaissantes.
- **Mme BOURAS F.**, merci pour l'intérêt que vous avez porté à notre travail.

Nous souhaitons adresser nos remerciements les plus sincères aux personnes qui nous ont apporté leur aide et qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce mémoire.

Dédicaces

Je dédie ce travail à :

***Mes très chers parents**, aucun mot ne serait suffisant pour vous exprimer ma gratitude, mon amour et mon respect. C'est surtout grâce à vous, qui ne vous lassiez jamais, vos sacrifices, votre soutien et votre courage qui ont fait de moi la personne que je suis aujourd'hui. Je vous remercie pour tous les sacrifices, l'amour que vous m'avez apporté depuis mon enfance et même jusqu'à présent, en espérant que vous puissiez trouver ici le témoignage de ma reconnaissance et de ma grande affection.*

***Mon mari et sa famille**, qui ont tout fait pour réaliser mes rêves et mes souhaits.*

***Mes chers frères et sœurs**, qui ont oeuvré pour m'aider dans mes choix et mes réussites, que cet humble travail soit l'accomplissement de vos désirs exprimés. De vos innombrables sacrifices que vouz avez pris de Dieu Tout-Puissant, le Plus Miséricordieux. Je vous souhaite santé, bonheur et longue vie et soyez assuré que je ne vous décevrai jamais.*

***Mes amies Rezkallahi Lynda & Messaoudi Saliha**, qui ont tant fait pour moi, m'ont encouragées et sont restées à mes côtés jusqu'à la dernière minute.*

***Ma promotion de Génie Chimique 2021**, mes amis et toutes les personnes qui m'ont aidé de près ou de loin dans la réalisation de ce travail. Et que je ne pourrais citer et oublier les agréables souvenirs graves dans ma mémoire pour toujours et je vous souhaite du succès et bonheur pour la vie.*

Nouria MAKHZOUM

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à la femme dont je suis fière d'être la fille.

*À ma mère **Mme MOUSSOUNI MESSOUDA***

Qu'elle trouve dans cette œuvre le fruit de ses sacrifices et le témoignage de mon grand amour et de ma gratitude la plus sincère.

À la mémoire de mon père, décédé le 16 mai 1997, le plus cher être au monde.

À tous les membres de ma famille : mes frères et mes sœurs.

Mes remerciements particuliers sont adressés à ma chère copine :

***Messaoudi Saliha** de m'avoir procuré l'aide quand j'en avais besoin.*

*Toutes mes salutations à tous mes collègues de la promotion de **Master 2021** pour les sympathiques moments qu'on a passés ensemble.*

Lynda REZKALLAHI

Sommaire

Remerciements

Dédicaces

Liste des tableaux……..... iv

Liste des figures...……..... v

Introduction.……..01

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I.1. Plantes médicinales……...……..... 03

I.1.1. Définition...……03

I.1.2. Composés actifs...…….....03

I.1.2.1. Composés phénoliques……...…… 04

I.1.2.2. Alcaloïdes……... 05

I.1.2.3. Terpènes et stéroïdes……...……... 06

I.1.3. Utilisation des plantes médicinales……...…… 07

I.1.4. Avantages et inconvénients des plantes médicinales……..... 07

I.2. Les huiles essentielles…… 08

I.2.1. Localisation des huiles essentielles……... 08

I.2.2. Mode d'obtention des huiles essentielles……..... 08

I.2.2.1. Entraînement à la vapeur d'eau……..... 08

I.2.2.2. Expression à froid des péricarpes de citrus……..... 09

I.2.3. Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles……... 09

I.2.4. Composition chimique des huiles essentielles……..... 10

I.2.4.1. Composés terpéniques……..... 10

I.2.4.2. Composés aromatiques……..... 12

I.2.4.3. Composés d'origine diverse……... 12

I.2.5. Domaine d'utilisation des huiles essentielles…… 12

I.2.6. Rôle des huiles essentielles pour le règne végétal……13

I.2.7. Facteurs de variabilité des huiles essentielles……... 13

I.2.7.1. Origine botanique……... 14

I.2.7.2. Organe producteur…….. 14

I.2.7.3. Origine géographique……..... 14

I.3. Extraction des huiles essentielles……..... 15
I.3.1. Entraînement à la vapeur d'eau…… 15
I.3.1.1. Hydrodistillation…….....15
I.3.1.2. Distillation à vapeur saturée……... 16
I.3.1.3. Hydrodiffusion……... 17
I.3.2. Expression à froid……..18
I.3.3. Autres méthodes d'obtention des extraits volatils……19
I.3.3.1. Extraction par solvants……... 19
I.3.3.2. Extraction par les corps gras……..... 20
I.3.3.3. Extraction par un solvant organique volatil……..... 20
I.3.3.4. Extraction par micro-ondes……..... 21
I.3.3.5. Extraction par CO_2 supercritique……... 22
I.3.4. Avantages et inconvénients des méthodes d'obtention des extraits volatils……24
I.4. Analyse des huiles essentielles……..... 25
I.4.1. Propriétés physiques.……25
I.4.1.1. Densité..……..25
I.4.1.2. Indice de réfraction……26
I.4.1.3. Pouvoir rotatoire……26
I.4.2. Propriétés chimiques…… 27
I.4.2.1. Indice d'acide ……..... 27
I.4.2.2. Indice d'ester……..... 27
I.4.2.3. Indice de carbonyle…… 28
I.4.2.4. Indice d'iode…….....29
I.4.3. Analyses chromatographiques…….....29
I.4.3.1. Chromatographie en Phase Gazeuse (CPG)……..... 30
I.4.3.2. Chromatographie en Phase Gazeuse/Spectrométrie de Masse (CPG/SM)…… 31
I.4.3.3. Calcul de l'indice de rétention (indice de Kovats)……..... 33
I.5. Plantes étudiées…….....34
I.5.1. Inule visqueuse……..... 34
I.5.1.1. Description…… 34
I.5.1.2. Usage traditionnel…….....35
I.5.1.3. Travaux antérieurs sur les huiles essentielles d'*Inula viscosa* (L.) Aiton.……36

I.5.2. Moutarde de champs……. 36

I.5.2.1. Description……..... 36

I.5.2.2. Usage traditionnel…….....37

I.5.2.3. Travaux antérieurs sur les huiles essentielles de *Sinapis arvensis* L……. 38

***Chapitre II* :** Matériels et méthodes

II.1. Matériel végétal…….....39

II.1.1. Collecte……..... 39

II.1.2. Séchage……..... 39

II.2. Extraction des huiles essentielles…… 40

II.3. Rendement des huiles essentielles……..... 42

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1. *Inula viscosa* (L.) Aiton…….....43

III.2. *Sinapis arvensis* L……..43

Conclusion……..... 45

Références bibliographiques…….....46

Annexe

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Classification des terpénoïdes……..…..……... 10

Tableau I.2 : Avantages et inconvénients des méthodes d'extraction des huiles essentielles……24

Tableau I.3 : Travaux antérieurs sur les huiles essentielles *d'Inula viscosa (L.) Aiton*……..36

Tableau I.4 : Travaux antérieurs sur les huiles essentielles de *Sinapis arvensis L*……....38

Tableau II.1 : Collecte des échantillons……..……....39

Tableau II.2 : Extraction des huiles essentielles……..……...41

Tableau III.1 : Rendement en huile essentielle *d'Inula viscosa (L.) Aiton*…… 43

Tableau III.2 : Rendement en huile essentielle de *Sinapis arvensis L*……..…. 44

Liste des figures

Figure I.1 : Différentes structures des composés terpéniques…… 12
Figure I.2 : Structure moléculaire de l'eugénol……..... 12
Figure I.3 : Schéma du mécanisme d'extraction des huiles essentielles par hydrodistillation…….…… 16
Figure I.4 : Schéma du mécanisme d'extraction des huiles essentielles par distillation à vapeur saturée…… 17
Figure I.5 : Schéma du mécanisme d'extraction des huiles essentielles par hydrodiffusion…….……...18
Figure I.6 : Schéma de montage de l'expression à froid…… 18
Figure I.7 : Schéma d'obtention des extraits volatils par solvant……... 19
Figure I.8 : Schéma d'extraction par solvant organique volatil…….…….21
Figure I.9 : Montage d'extraction assisté par micro-onde..……...…… 22
Figure I.10 : Diagramme de phases du CO_2……...……..... 23
Figure I.11 : Schéma d'extraction par CO_2 supercritique……..……24
Figure I.12 : Appareillage pour la chromatographie en phase gazeuse (CPG)……...31
Figure I.13 : Schéma de couplage chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (CPG/SM)……..……. 32
Figure I.14 : Inule visqueuse…….……..35
Figure I.15 : Moutarde des champs…….……... 37
Figure II.1 : Séchage des plantes *Inula viscosa* (L.) Aiton et *Sinapis arvensis* L……..... 40
Figure II.2 : Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation (Appareil de Clevenger)……...…...41

Introduction

Introduction

Les plantes ont toujours fait partie de la vie quotidienne de l'homme, puisqu'il s'en sert pour se nourrir, se soigner et parfois dans ses rites religieux. L'histoire des plantes aromatiques et médicinales est associée à l'évolution des civilisations. Dans toutes les régions du monde, l'histoire des peuples montre que ces plantes ont toujours occupé une place importante en médecine, dans la composition des parfums et dans les préparations culinaires. La chine, berceau de la phytothérapie, l'Inde, le Moyen-Orient, notamment au cours de l'ère arabo-musulmane, l'Egypte, la Grèce, Rome, constituent des civilisations phares chez lesquelles les plantes aromatiques et médicinales ont occupé une place de premiers choix **[1].**

Se trouvant dans le bassin méditerranéen avec de grandes variations climatiques du Nord au Sud, l'Algérie présente un terrain de prédilection au développement de cultures. La culture des plantes aromatiques et médicinales en Algérie reste traditionnelle. Elle se limite aux jardins familiaux et aux jardins d'agrément, notamment avec des espèces florales faisant l'objet de cultures de fleurs. La valorisation de ces ressources naturelles peut avoir des retombées économiques considérables pour notre pays. Récemment des projets de production des plantes aromatiques et médicinales ont vu le jour et sont essentiellement orientés vers l'exportation des plantes fraiches, des huiles essentielles et des concrètes **[1].**

Les huiles essentielles ont, à toutes époques, occupé une place importante dans la vie quotidienne des hommes qui les utilisaient autant pour se parfumer, aromatiser la nourriture ou même se soigner. La connaissance des huiles essentielles remonte à fort longtemps puisque l'homme préhistorique pratiquait déjà, à sa manière, l'extraction des principes odorants des plantes. Il plongeait, dans un même récipient rempli d'eau, des plantes odorantes et des pierres brûlantes. La vapeur dégagée entraînait les molécules volatiles, puis le tout était recueilli à l'aide d'une peau d'animal dont l'essorage donnait quelques gouttes d'huile essentielle **[2].**

Au fil des siècles, l'extraction et l'usage des principes odorants des plantes sont développés, notamment par les civilisations arabe et égyptienne, qui leurs attribuent avant tout un usage religieux. De nos jours, la médecine moderne utilise les vertus thérapeutiques des huiles essentielles et de leurs constituants. En effet, de nombreux composés volatils sont aujourd'hui des ingrédients courants des préparations pharmaceutiques **[2].**

Dans le but d'exploiter des plantes réputées pour leurs vertus médicinales et poussant en Algérie, nous avons proposé ce mémoire de fin d'études pour extraire les huiles essentielles de l'inule visqueuse (*Inula viscosa* L.) et de la moutarde des champs (*Sinapis arvensis* L.).

La rédaction est divisée en trois chapitres. Le premier chapitre est consacré à la synthèse bibliographique. Il regroupe des connaissances nécessaires sur les plantes médicinales, les huiles essentielles et les deux plantes étudiées (*Inula viscosa* L. et *Sinapis arvensis* L.). Le second chapitre illustre le matériel et les méthodes utilisés pour l'extraction des huiles essentielles. Le troisième et dernier chapitre rapporte les résultats obtenus et leur discussion. On termine par la conclusion et quelques perspectives.

<u>Chapitre I</u> :

Synthèse bibliographique

Chapitre I :

Synthèse bibliographique

I.1. Plantes médicinales

I.1.1. Définition

D'après la Xème édition de la Pharmacopée française, les plantes médicinales "*sont des drogues végétales au sens de la pharmacopée européenne dont au moins une partie possède des propriétés médicamenteuses*". En d'autres termes nous pouvons dire qu'une plante médicinale est une plante dont un des organes, par exemple la feuille ou l'écorce, possède des vertus curatives lorsqu'il est utilisé à un certain dosage et d'une manière précise. Ces plantes médicinales peuvent également avoir des usages alimentaires, condimentaires ou hygiéniques.

La plante, organisme vivant, marque son identité par des spécificités morphologiques à l'origine de la classification botanique, mais aussi biochimiques liées à des voies de biosynthèses inédites, représentant l'intérêt de l'usage des plantes médicinales **[3].**

I.1.2. Composés actifs

Le principe actif est une molécule contenu dans une drogue végétale ou dans une préparation à base de drogue végétale et utilisé pour la fabrication des médicaments. Cette molécule, présentant un intérêt thérapeutique curatif ou préventif pour l'homme ou l'animal, est issue de plantes fraîches ou séchées. Nous pouvons citer comme parties utilisées : les racines, écorces, sommités fleuries, feuilles, fleurs, fruits, ou encore les graines **[4].**

Parmi les originalités majeures des végétaux, leurs capacités à reproduire des substances naturelle très diversifiées. En effet, à côté des métabolites primaires classiques, glucides, protides, lipides, ils accumulent fréquemment des métabolites secondaires. Ces derniers, représentent une source importante de molécules utilisables par l'homme dans des domaines aussi différent que la pharmacologie ou l'agroalimentaire **[5].**

Les métabolites secondaires sont classés en trois grands groupes : les composés phénoliques, les terpènes et les alcaloïdes. Chacune de ces classes renferme une très grande

diversité de composés qui possèdent une très large gamme d'activités en biologie humaine **[5].**

I.1.2.1. Composés phénoliques

Les polyphénols ou composés phénoliques forment une grande classe de produits chimiques qu'on trouve dans les plantes au niveau des tissus superficielles. Ils sont des composés photochimiques poly-hydroxylés et comprenant au moins un noyau aromatique à 6 carbones. Ils se subdivisent en sous-classes principales : les acides phénoliques, les flavonoïdes, les tanins, les lignines,... **[5].**

i. Acides phénoliques

Les acides phénoliques sont rares dans la nature. Ces composés sont formés de deux catégories : la première contient les acides phénoliques dérivés de l'acide benzoïque qui par mono-hydroxylation et/ou poly-hydroxylation forme des acides phénoliques et des acides polyphénoliques respectivement l'acide gallique et l'acide protocatéchique. La deuxième catégorie regroupe les acides phénoliques dérivés de l'acide cinnamique. De même avec l'acide cinnamique, l'hydroxylation conduit à l'acide *p*-coumarique et à l'acide caféique **[6].**

ii. Flavonoïdes

Terme en latin : *flavus* = jaune. Les flavonoïdes ont une structure de C_6-C_3-C_6 à poids moléculaire faible, ils peuvent être considérés parmi les agents responsables des couleurs des plantes à côté des chlorophylles et caroténoïdes **[5].**

Les flavonoïdes ont des sous-groupes caractérisés, contenant deux ou plusieurs cycles aromatiques existent sous forme libre dite aglycone ou sous forme d'hétérosides, chacun portant un ou plusieurs groupes hydroxyles phénoliques et reliés par un pont carboné **[5].**

Certaines classes de flavonoïdes sont présentes exclusivement chez certains végétaux. On trouvera par exemple, les flavanones dans les agrumes, les isoflavones dans le soja. Les anthocyanes et les flavonols ont une large distribution dans les fruits et les légumes tandis que les chalcones se retrouvent plus fréquemment dans les pétales des fleurs, qui sont considérés comme des pigments naturels au même titre que les chlorophylles et les caroténoïdes **[1].**

Le monde animal est aussi concerné par les flavonoïdes. Des chercheurs ont isolé des composés aromatiques à partir du lait de vache dont des composés dus principalement à la consommation des plantes.

On trouve aussi la chrysine, la quercétine, de la galangine dans les propolis, sécrétion des bourgeons de nombreux arbres (le bouleau, le sapin, le saule…), et récoltés par les abeilles. Ces insectes les fabriquent en modifiant la propolis par leurs enzymes salivaires. Les abeilles mettent à profit les propriétés antifongiques et antibactériennes des polyphénols pour aseptiser leurs ruches **[1].**

iii. Tanins

Tanin est un terme provient d'une pratique ancienne qui utilisait des extraits de plantes pour tanner les peaux d'animaux. On distingue deux catégories : Les tanins condensé, polymères d'unités flavonoïdes reliées par des liaisons fortes de carbone, non hydrolysable mais peuvent être oxydées par les acides forts libérant des anthocyanidines. Les tanins hydrolysables, polymères à base de glucose dont un radical hydroxyle forme une liaison d'ester avec l'acide gallique. Les plantes riches en tanins sont utilisées pour retendre les tissus souples et pour réparer les tissus endommagés par un eczéma ou une brûlure, elles rendent les selles plus liquides, facilitant ainsi le transit intestinal [**5].**

iv. Lignines

Composés qui s'accumulent au niveau des parois cellulaires (tissus sclérenchymes ou le noyau des fruits) et au niveau de sève brute, permettent la rigidité des fibres. Ils sont le résultat d'association de trois unités phénoliques de base dénommées monolignols de caractère hydrophobe **[5].**

I.1.2.2. Alcaloïdes

Ce sont des substances organiques azotées d'origine végétale, de caractère alcalin et de structure complexe (noyau hétérocyclique), on les trouve dans plusieurs familles de plantes. La plupart des alcaloïdes sont solubles dans l'eau et l'alcool et ont un gout amer et certains sont fortement toxiques. Certains alcaloïdes sont utilisés comme moyen de défense contre les infections microbiennes (nicotine, caféine, morphine, lupinine) **[5].**

I.1.2.3. Terpènes et stéroïdes

Les terpénoïdes sont une vaste famille de composés naturels près de 15000 molécules différentes et de caractère généralement lipophiles, leurs grandes diversités est due au nombre de base qui constituent la chaîne principal de formule $(C_5H_8)_n$ selon la variation de nombre n, dont les composés mono-terpènes, sesquiterpènes, di-terpènes, tri-terpènes,.... Ces molécules présentent sous plusieurs formes : des huiles essentielles (parfums et goût des plantes), pigments (carotène), hormones (acide abscissique) et des stérols (cholestérol). Les stéroïdes sont des triterpènes étracycliques, possèdent moins de 30 atomes de carbone, synthétisés à partir d'un tri-terpène acyclique **[5].**

i. Saponosides

Le terme saponoside est dérivé du mot savon. Les saponosides sont des terpènes glycolyses, comme ils peuvent se trouver sous forme aglycone. Ils ont un gout amer, et existe sous deux formes : les stéroïdes et les terpénoïdes **[5].**

ii. Huile essentielle

Les huiles essentielles sont définies ainsi à la pharmacopée européenne (2008) : « *Produit odorant, généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par distillation sèche, soit par un procédé mécanique approprié sans chauffage. L'huile essentielle est le plus souvent séparée de la phase aqueuse par un procédé physique n'entraînant pas de changement significatif de sa composition* ».

Les huiles essentielles sont des substances extraites à partir de plantes aromatiques via le processus de l'hydrodistillation. Ces substances possèdent un noyau aromatique mais surtout de composés terpéniques, volatiles de consistance huileuse et très concentrées en principes actifs. Elles possèdent de nombreuses propriétés biologiques utilisées comme antiseptiques et antimicrobiens dans diverses infections, et sont largement utilisées par l'homme dans ses pratiques pour se parfumer, aromatiser la nourriture et pour se soigner. **[7].**

I.1.3. Utilisation des plantes médicinales

Les plantes médicinales sont utilisées pour prévenir, soigner ou soulager divers maux. Cette connaissance ancestrale fut mise de côté au profit de la prise de médicaments d'ordonnance souvent plus puissants et agissant plus rapidement que la médecine traditionnelle. Par contre, aujourd'hui nous assistons au retour de l'utilisation des plantes médicinales pour favoriser la santé. Chaque plante médicinale a une définition qui lui est propre et une utilisation spécifique.

Les plantes médicinales sont importantes pour la recherche pharmacologique et l'élaboration des médicaments, non seulement lorsque les constituants des plantes sont utilisées directement comme des agents thérapeutiques, mais aussi comme matière première pour la synthèse des médicaments ou comme modèles pour les composés pharmacologiquement actifs**.** Les plantes sont donc la source principale de substances actives, et pas uniquement dans la médecine traditionnelle **[1].**

I.1.4. Avantages et inconvénients des plantes médicinales

I.1.4.1. Avantages des plantes médicinales

Généralement, les plantes médicinales d'usage courant ne provoquent que très peu, voire aucun effet indésirable : c'est l'un de leurs principaux avantages. De plus, l'action synergique des divers constituants commence à être mieux comprise et acceptée scientifiquement, contrairement à certaines croyances populaires, plusieurs plantes ont des effets pratiquement immédiats sur le métabolisme. Par contre, les médicaments de synthèses ont souvent une action plus directe et plus spectaculaire puisqu'ils sont formulés pour être immédiatement assimilés par l'organisme. Il est également plus facile de s'assurer de leur composition exacte, de leurs conditions de conservation **[8].**

I.1.4.2. Inconvénients des plantes médicinales

Certaines plantes sont inoffensives, mais d'autre, comme de nombreuses espèces (digitale, belladone, colchique, etc.), sont toxiques et ne sont utilisées que sous des formes bien contrôlées, exclusivement commercialisées en pharmacie. L'emploi inconsidéré de plantes cueillies dans la nature peut aboutir à des intoxications graves et mortelles **[8].**

I.2. Les huiles essentielles

Une huile essentielle peut être un ensemble de molécules pour un chimiste, un arome pour un parfumeur ou encore la quintessence ou l'esprit d'un végétal pour un alchimiste. Dans la réalité, une huile essentielle est l'ensemble de tout cela, car il s'agit d'un produit parfumé et volatil, composé de molécules sécrétées par certains arbres et certaines plantes qui lui confèrent un parfum spécifique. Le terme « *volatil* » s'explique par le fait que les huiles essentielles s'évaporent très rapidement. C'est pourquoi il est nécessaire de les conserver correctement afin qu'elles gardent intacts leurs principes actifs. Les huiles essentielles sont responsables de l'odeur caractéristique de la plante **[9].**

I.2.1. Localisation des huiles essentielles

Les huiles essentielles n'existent quasiment, que dans les végétaux supérieurs. Elles se forment dans un grand nombre de plantes comme produits du métabolisme secondaire. Elles peuvent être stockées dans divers organes : fleurs, feuilles, écorces, bois, racines, rhizomes, fruits ou graine **[9].**

I.2.2. Mode d'obtention des huiles essentielles

Plusieurs techniques d'extraction des essences sont pratiquées, deux seulement sont admises par la pharmacopée Française AFNOR et l'ISO :

- l'entraînement à la vapeur d'eau ;
- l'expression à froid des péricarpes de certains citrus **[10].**

Les méthodes d'extraction sont adaptées aux propriétés physiques les plus importantes des huiles essentielles :

- leur volatilité dans l'air et dans la vapeur d'eau ;
- leur solubilité dans les solvants organiques **[10].**

I.2.2.1. Entraînement à la vapeur d'eau

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des huiles essentielles des plantes aromatiques. À la différence de l'hydrodistillation, cette

technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter. La vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au-dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange « *eau + huile essentielle* ». Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique (huile essentielle). L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile **[11].**

I.2.2.2. Expression à froid des péricarpes de citrus

Cette technique est la plus simple, mais ne s'applique qu'aux agrumes dont l'écorce des fruits comporte des poches sécrétrices d'essences. Cela concerne les *citrus* (orange, citron, mandarine, bergamote…). Cette méthode se fait sans chauffage et consiste à dilacérer (briser mécaniquement) les péricarpes ou « zestes » en y exerçant une forte pression à l'aide d'une presse hydraulique. Cela permet de faire sortir l'essence contenue dans les sacs oléifères, qui tapissent l'écorce du fruit, et de récupérer cette dernière par un procédé physique **[12].**

I.2.3. Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont incolores ou jaune pales à l'état liquide à température ordinaire. Elles sont volatiles, odorantes et inflammables. Leur densité est le plus souvent inférieure à 1.Seules trois huiles essentielles officinales ont une densité supérieure à celle de l'eau, ce sont les huiles essentielles de cannelle, de girofle et de sassafras.

-Elles sont peu solubles dans l'eau, solubles dans les alcools et dans la plupart des solvants organiques.

- Elle est altérables et très sensibles à l'oxydation.

-Les huiles essentielles possèdent un indice de réfraction souvent élevé et sont douées d'un pouvoir rotatoire. Leur point d'ébullition varie de 160 °C à 240 °C **[13].**

I.2.4. Composition chimique des huiles essentielles

Les huiles essentielles ont une composition assez complexe. On y trouve généralement de nombreux constituants appartenant principalement à deux grandes familles chimiques : Les composés terpéniques et les composés aromatiques, dérivés du phénylpropane **[14].**

I.2.4.1. Composés terpéniques

Dans le règne végétal, les terpénoïdes sont classés dans la catégorie des métabolites secondaires. Leur classification est basée sur le nombre de répétition de l'unité de base (isoprène) : hémiterpène (C_5), monoterpènes (C_{10}), sesquiterpènes (C_{15}), diterpènes (C_{20}). Ils représentent le groupe le plus important **[14].**

Tableau I.1 : Classification des terpénoïdes **[15].**

Classe	Nombre d'unités d'isoprène	Nombre d'atomes de carbone	Exemples
Monoterpène	**2**	**10**	Camphor, eucalyptol, geraniol, lavandulol, limonene, menthol, pinene, thymol.
Sesquiterpène	**3**	**15**	Abscisic acid, bergamotene, cedrol, curcumene, patchoulol, vetivone.
Diterpène	**4**	**20**	Abietic acid, cafestol, caffeol, carnosol, gibberellin, phytol.
Triterpène	**6**	**30**	Betulinic acide, morolic acid, oleanolic acid, ursolic acid, brassinosteroids, saponins.
Tétraterpène	**8**	**40**	Carotenoids (α-caratene, β-caratene, crocin, licopene) et xanthophylls (e.g. lutien, zeaxanthir).

i. Monoterpènes

Plus de 900 monoterpènes connus se trouvent principalement dans 3 catégories structurelles : les monoterpènes acycliques, monocycliques ou bicycliques. Ils constituent parfois plus de 90% des Huiles essentielles. Dans cette catégorie de composés, il existe de nombreuses molécules fonctionnalisées, par exemple :

- *Alcools* : acyclique (géraniol, citronellol), monocycliques (menthol), bicycliques (bornéol) ;

- *Aldéhydes* : le plus souvent acycliques (géranial, néral, citronellal) ;

- *Cétones* : acycliques (tagétone), monocyclique (menthone, isomenthone, carvone,pulégone), bicycliques (camphre, fenchone) ;

- *Esters* : acycliques (acétate ou propionate de linalyle, acétate de citronellyle), monocycliques (acétate de menthyle), bicycliques (acétate d'isobornyle) ;

- *Ethers* : 1,8-cinéole (eucalyptol) mais aussi les éthers cycliques tétrahydrofuraniques ou di- et tétrahydropyraniques qui pour certains jouent un rôle majeur dans l'arôme des fruits (oxyde de linalol ou de rose) ;

- *Peroxydes* : ascaridole ;

- *Phénols* : thymol, carvacrol **[16].**

ii. Sesquiterpènes

C'est la classe la plus diversifiée des terpènes puisqu'elle contient plus de 3000 molécules. Les variations structurales dans cette série sont de même nature que dans le cas précédent, carbures, alcools et cétones étant les plus fréquents **[16].**

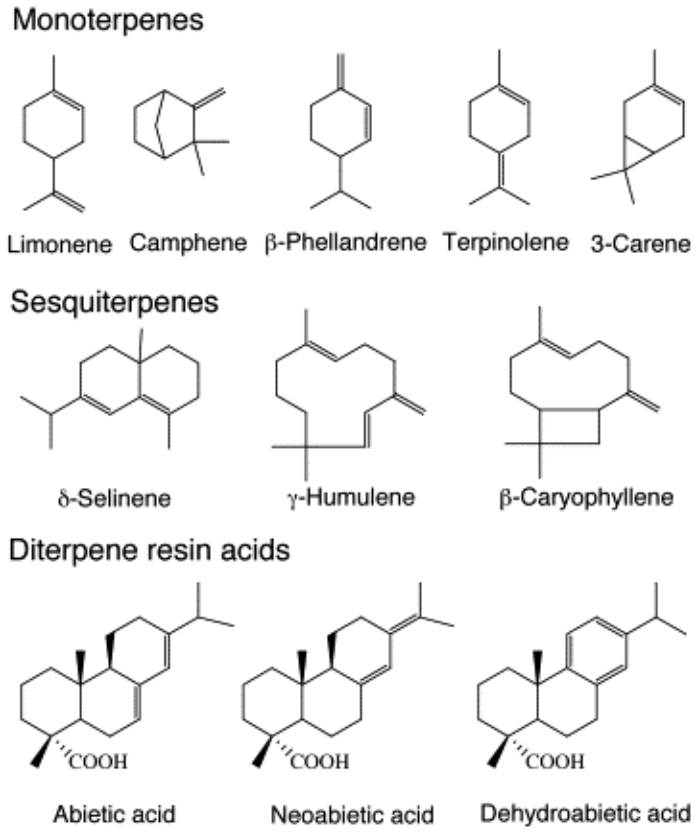


Figure I.1 : Différentes structures des composés terpéniques **[17].**

I.2.4.2. Composés aromatiques

Contrairement aux dérivés terpéniques, les composés aromatiques sont moins fréquents dans les huiles essentielles. Très souvent, il s'agit d'allyle et de propénylphénol. Ces composés aromatiques constituent un ensemble important, car ils sont généralement responsables des caractères organoleptiques des huiles essentielles. On peut citer en exemple l'eugénol qui est responsable de l'odeur du clou de girofle **[18].**

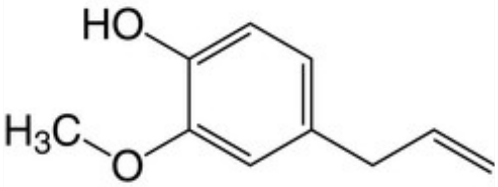


Figure I.2 : Structure moléculaire de l'eugénol **[19].**

I.2.4.3. Composés d'origine diverse

En général, ils sont de faibles poids moléculaire, entrainables lors de l'hydrodistillation, sont des hydrocarbures aliphatiques à chaine linéaire ou ramifiée porteurs de différentes fonctions par exemple : l'heptane et la paraffine dans l'essence de camomille **[16].**

I.2.5. Domaine d'utilisation des huiles essentielles

I.2.5.1. Phytothérapie

L'aromathérapie est une banche de la phytothérapie qui utilise les huiles essentielles pour traiter un certain nombre de maladies. Les huiles essentielles sont largement utilisées pour traiter certaines maladies internes et externes (infections d'origine bactérienne ou virale, troubles hormonaux ou nerveux).En médecine dentaire, plusieurs huiles essentielles ont donné des résultats cliniques très satisfaisants dans la désinfection de la pulpe dentaire, ainsi que dans le traitement et la prévention des caries **[20].**

I.2.5.2. Parfumerie et cosmétologie

L'utilisation des huiles essentielles dans les crèmes et les gels permet de préserver ces cosmétiques grâce à leurs activités antiseptiques et antioxydant, tout en leur assurant leur odeur agréable **[21].**

I.2.5.3. Industrie alimentaire

En industrie alimentaire, on cherche toujours à avoir une conservation saine de longue durée pour les produits consommés ainsi qu'une meilleure qualité organoleptique. Une nouvelle technique pour réduire la prolifération des micro-organismes réside dans l'utilisation des huiles essentielles. Les plantes aromatiques et leurs huiles essentielles sont utilisées dans la conservation des denrées alimentaires **[22].**

I.2.6. Rôle des huiles essentielles pour le règne végétal

Nous ne savons pas exactement ce que représentent les huiles essentielles pour le règne végétal. Des recherches récentes ont montré que bon nombre d'entre elles ont un rôle défensif pour les plantes. Les huiles essentielles jouent un rôle écologique dans les interactions végétales, végétales-animales et pourraient même constituer des supports de communication par des transferts de messages biologiques sélectifs. En effet, elles contribuent à l'équilibre des écosystèmes, attirent les abeilles et des insectes responsables de la pollinisation, protègent les végétaux contre les herbivores et les rongeurs, possèdent des propriétés antifongiques, antibactériennes, allopathiques dans les régions arides et peuvent servir de solvants bioactifs des composés lipophiles. Des travaux ont montré que les monoterpènes et les sesquiterpènes peuvent jouer des rôles importants dans la relation des plantes avec leur environnement, par exemple, le 1,8-cinéol et le camphre inhibent la germination des organes infectés ou la croissance des agents pathogènes issus de ces organes **[9].**

I.2.7. Facteurs de variabilité des huiles essentielles

La composition chimique de l'huile essentielle de certaines plantes peut varier à l'intérieur d'une même espèce, ces variétés chimiques sont communément appelées chémotypes. Le mot chémotypes est dérivé de chimiotype ou chimiovariété. Une huile essentielle peut contenir de vingt-cinq à cent molécules biochimiques différentes. Ce qui explique la polyvalence d'action des huiles essentielles. On effectue une chromatographie en phase gazeuse liée à une spectrométrie de masse pour identifier et quantifier chacune de ces molécules et connaître ainsi la composition précise des huiles essentielles. Cette variation peut être due à des nombreux facteurs, dont nous citons les plus importants **[9].**

I.2.7.1. Origine botanique

La certification botanique doit apparaître selon la nomenclature internationale sous son nom latin précisant le genre, l'espèce et la sous-espèce. La composition d'une huile essentielle varie en fonction de l'espèce productrice. En effet, l'extraction de l'huile essentielle d'un même organe de deux plantes différentes ne donne pas la même composition chimique. Il existe par exemple deux espèces de sauge : la sauge officinale (*Salvia officinalis*) et la sauge sclarée (*Salvia sclarea*), qui peuvent être vendues toutes les deux sous l'appellation d'essence de sauge. La première, riche en cétones neurotoxiques, peut provoquer des crises d'épilepsie, alors que la seconde possède des esters aromatiques anti-épileptisants **[9].**

I.2.7.2. Organe producteur

Selon la partie de la plante (feuilles, fleurs…) distillée, il peut exister plusieurs huiles essentielles pour la même plante avec des compositions chimiques et des activités différentes. Par exemple, pour la cannelle de Ceylan, l'huile essentielle peut être extraite de ses feuilles et de son écorce. Ainsi, l'huile essentielle provenant de l'écorce a des propriétés plus marquées que celle extraite des feuilles **[9].**

I.2.7.3. Origine géographique

Cela permet de connaître l'environnement dans lequel grandit la plante et de caractériser ainsi l'huile essentielle obtenue. Il y a des différences de composition chimique selon le pays d'origine. Une même plante grandissant dans des lieux différents avec changement de situation géographique (altitude et latitude), avec variation de la nature du sol, peut produire des huiles essentielles différentes. Par exemple, le thym vulgaire à géraniol ne produit cette molécule de géraniol qu'en hiver alors que l'acétate de géranyl la remplace en été **[9].**

I.3. Extraction des huiles essentielles

Il existe plusieurs méthodes pour extraire les huiles essentielles. Les principales sont basées sur l'entraînement à la vapeur, l'expression, la solubilité et la volatilité. Le choix de la méthode la mieux adaptée se fait en fonction de la nature de la matière végétale à traiter, des

caractéristiques physico-chimiques de l'essence à extraire, de l'usage de l'extrait et l'arôme du départ au cours de l'extraction **[23].**

I.3.1. Entraînement à la vapeur d'eau

Les méthodes d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau sont basées sur le fait que la plupart des composés volatils contenus dans les végétaux sont entraînables par la vapeur d'eau, du fait de leur point d'ébullition relativement bas et de leur caractère hydrophobe. Sous l'action de la vapeur d'eau introduite ou formée dans l'extracteur, l'essence se libère du tissu végétal et entraînée par la vapeur d'eau. Le mélange de vapeurs est condensé sur une surface froide et l'huile essentielle se sépare par décantation [**23].**

En fonction de sa densité, elle peut être recueillie à deux niveaux :

- au niveau supérieur du distillat, si elle est plus légère que l'eau, ce qui est fréquent ;

- au niveau inférieur, si elle est plus dense que l'eau [**23].**

Les principales variantes de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau sont l'hydrodistillation, la distillation à vapeur saturée et l'hydrodiffusion **[23].**

I.3.1.1. Hydrodistillation

Le principe de l'hydrodistillation est celui de la distillation des mélanges binaires non miscibles. Elle consiste à immerger la biomasse végétale dans un alambic rempli d'eau, que l'on porte ensuite à l'ébullition. La vapeur d'eau et l'essence libérée par le matériel végétal forment un mélange non miscible. Les composants d'un tel mélange se comportent comme si chacun était tout seul à la température du mélange, c'est à dire que la pression partielle de la vapeur d'un composant est égale à la pression de vapeur du corps pur. Cette méthode estsimple dans son principe et ne nécessite pas un appareillage coûteux. Cependant, à cause de l'eau, de l'acidité, de la température du milieu, il peut se produire des réactions d'hydrolyse, de réarrangement, d'oxydation, d'isomérisation, etc. qui peuvent très sensiblement conduire à une dénaturation. **[23]**

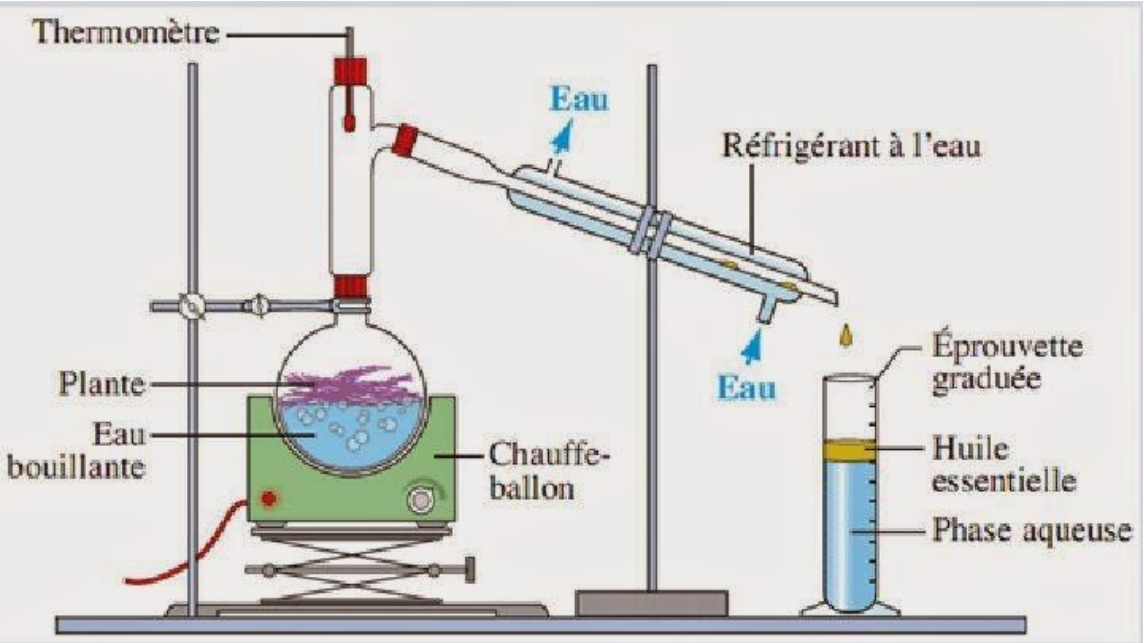


Figure I.3 : Schéma du mécanisme d'extraction des huiles essentielles par hydro distillation **[24].**

I.3.1.2. Distillation à vapeur saturée

Dans cette variante, la matière végétale n'est pas en contact avec l'eau. La vapeur d'eau est injectée au travers de la masse végétale disposée sur des plaques perforées. La distillation à vapeur saturée est la méthode la plus utilisée à l'heure actuelle dans l'industrie pour l'obtention des huiles essentielles à partir de plantes aromatiques ou médicinales. En général, elle est pratiquée à la pression atmosphérique ou à son voisinage et à 100°C, température d'ébullition d'eau. Son avantage est que les altérations de l'huile essentielle recueillie sont minimisées **[23].**

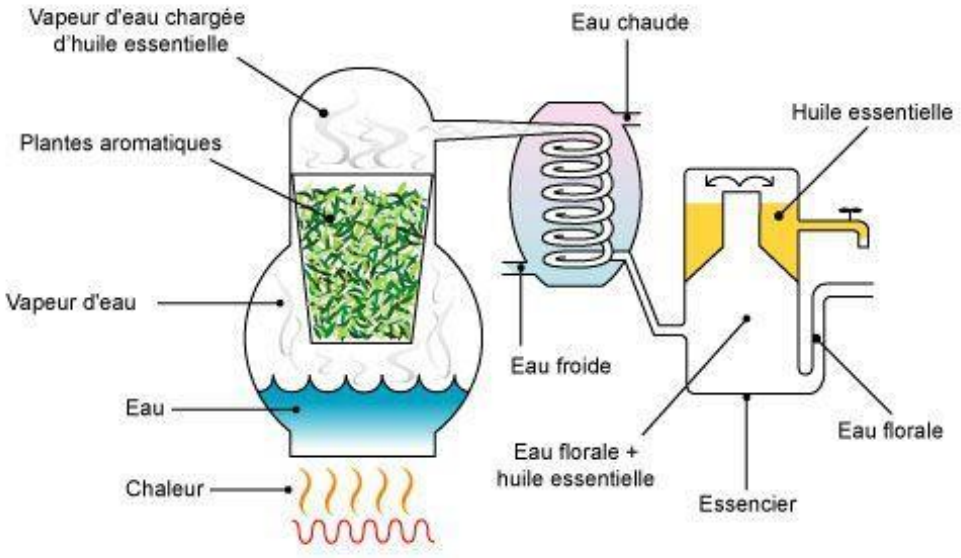


Figure I.4 : Schéma du mécanisme d'extraction des huiles essentielles par distillation à vapeur saturée **[25].**

I.3.1.3. Hydrodiffusion

Elle consiste à pulser de la vapeur d'eau à travers la masse végétale, du haut vers le bas. Ainsi le flux de vapeur traversant la biomasse végétale est descendant contrairement aux techniques classiques de distillation dont le flux de vapeur est ascendant. L'avantage de cette technique est traduit par l'amélioration qualitative et quantitative de l'huile récoltée, l'économie du temps, de vapeur et d'énergie **[23].**

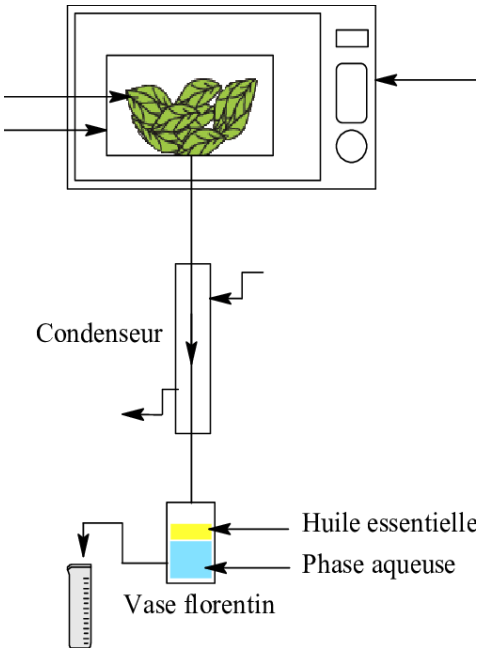


Figure I.5 : Schéma du mécanisme d'extraction des huiles essentielles par hydrodiffusion **[26].**

I.3.2. Expression à froid

Elle constitue le plus simple des procédés, mais ne s'applique qu'aux agrumes dont l'écorce des fruits comporte des poches sécrétrices d'essences. Ce procédé consiste à broyer, à l'aide de presses, les zestes frais pour détruire les poches afin de libérer l'essence. Le produit ainsi obtenu porte le nom d'essence, car il n'a subi aucune modification chimique **[23].**

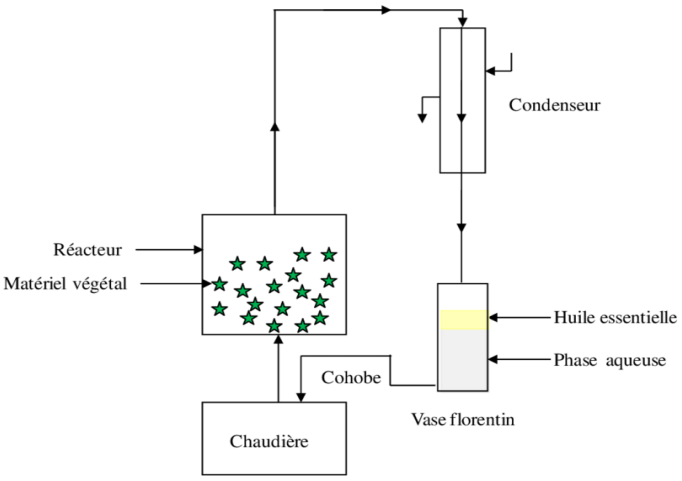


Figure I.6 : Schéma du montage de l'expression à froid **[27].**

I.3.3. Autres méthodes d'obtention des extraits volatils

I.3.3.1. Extraction par solvants

La méthode de cette extraction est basée sur le fait que les essences aromatiques sont solubles dans la plupart des solvants organiques. L'extraction se fait dans des extracteurs de construction variée, en continu, semi-continu ou en discontinu. Le procédé consiste à épuiser le matériel végétal par un solvant à bas point d'ébullition qui par la suite, sera éliminé par distillation sous pression réduite. L'évaporation du solvant donne un mélange odorant de consistance pâteuse dont l'huile est extraite par l'alcool. L'extraction par les solvants est très coûteuse à cause du prix de l'équipement et de la grande consommation de solvants. Un autre désavantage de cette extraction par les solvants est leur manque de sélectivité ; de ce fait, de nombreuses substances lipophiles (huiles fixes, phospholipides, caroténoïdes, cires, coumarines, etc.) peuvent se retrouver dans le mélange pâteux et imposer une purification ultérieure **[23].**

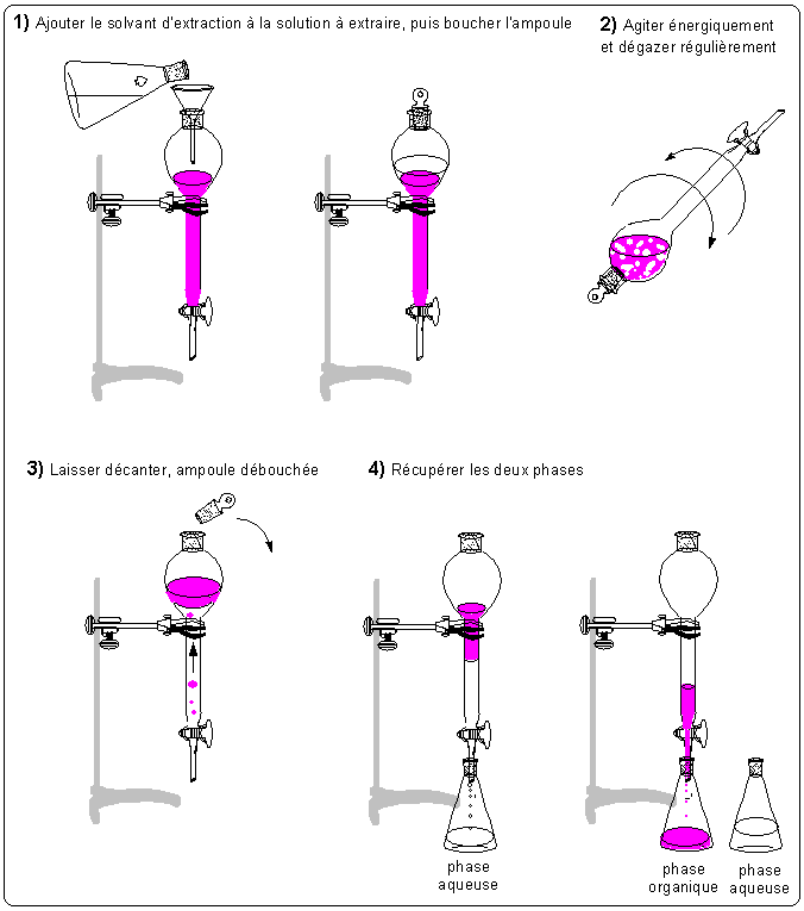


Figure I.7 : Schéma d'obtention des extraits volatils par solvant **[28].**

I.3.3.2. Extraction par les corps gras

La méthode d'extraction par les corps gras est utilisée en fleurage dans le traitement des parties fragiles de plantes telles que les fleurs, qui sont très sensibles à l'action de la température. Elle met à profit la liposolubilité des composants odorants des végétaux dans les corps gras. Le principe consiste à mettre les fleurs en contact d'un corps gras pour le saturer en essence végétale. Le produit obtenu est une pommade florale qui est ensuite épuisée par un solvant qu'on élimine sous pression réduite. Dans cette technique, on peut distinguer l'enfleurage où la saturation se fait par diffusion à la température ambiante des arômes vers le corps gras et la digestion qui se pratique à chaud, par immersion des organes végétaux dans le corps gras **[23].**

I.3.3.3. Extraction par un solvant organique volatil

Cette technique est la plus pratiquée avec 1'hydrodistillation. Elle consiste à épuiser la matière première de ses constituants odorants au moyen d'un solvant, puis à séparer celui-ci de l'extrait par évaporation sous vide. II en existe deux cas particuliers, les hydrolats (extraction par solvant en présence d'eau) et les alcoolats (extraction avec de l'éthanol dilué) pour lesquels on récupère les composés odorants conjointement avec le solvant lors de la distillation pratiquée pour éliminer l'eau présente dans les isolats. Le choix du solvant dépend de nombreux paramètres techniques et économiques, notamment :

-la sélectivité (pouvoir solvant) ;

-la température d'ébullition (stabilité thermique des constituants) ;

- la miscibilité dans l'eau ;

-la facilité de recyclage ;

- la sécurité de manipulation : les solvants choisis seront, dans la mesure du possible, non toxiques tant pour le manipulateur que pour le consommateur **[23].**

Les solvants les plus utilisés à l'heure actuelle sont surtout des hydrocarbures aliphatiques (hexane, éther de pétrole), des hydrocarbures aromatiques (toluène), des alcools ou des solvants carbonylés, et moins fréquemment des hydrocarbures halogénés (dichlorométhane). La méthode d'extraction mise en œuvre dépend aussi de la nature de la matière première végétale. On peut extraire soit à chaud, c'est-à-dire à température proche de la température d'ébullition du solvant, soit à température ambiante. On travaille, en général, dans un

extracteur statique afin d'éviter la dégradation de la matrice végétale et la solubilisation concomitante de composés indésirables **[23].**

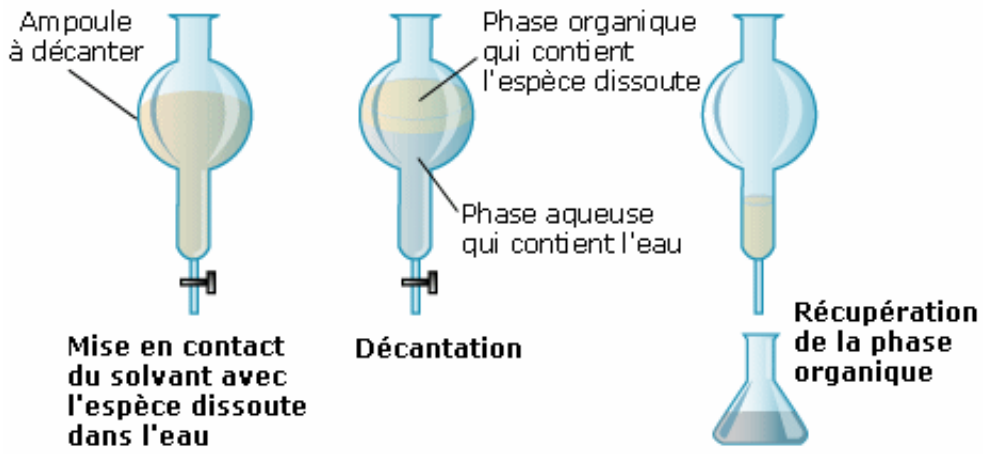


Figure I.8 : Schéma extraction par solvant organique volatil **[29].**

Les solutions aromatiques obtenues, appelées *miscella*, sont évaporées sous vide, à température la plus basse possible afin d'éviter la dégradation des molécules odorantes. Le solvant organique extrait également des composés indésirables, en particulier des matières grasses (huile, cires, etc.). Celles-ci sont d'ailleurs responsables de la dénomination «*concrète*» qui traduit la tendance des produits à se solidifier à température ambiante. Un traitement secondaire est donc nécessaire pour séparer les fractions aromatique et grasse. Il consiste à entraîner, à l'éthanol, les composés aromatiques. Cette opération est pratiquée à basse température (environ -20 °C). On obtient, après évaporation de l'éthanol, un produit appelé «*absolue*» qui comporte la majorité des composés volatils **[23].**

I.3.3.4. Extraction par micro-ondes

Le procédé d'extraction par micro-ondes consiste à extraire l'huile essentielle à l'aide d'un rayonnement micro-ondes d'énergie constante et d'une séquence de mise sous vide. Seule l'eau de constitution de la matière végétale traitée entre dans le processus d'extraction des essences. Sous l'effet conjugué du chauffage sélectif des micro-ondes et de la pression réduite de façon séquentielle dans l'enceinte de l'extraction, l'eau de constitution de la matière végétale fraîche entre brutalement en ébullition. Le contenu des cellules est donc plus aisément transféré vers l'extérieur du tissu biologique, et l'essence est alors mise en œuvre par la condensation, le refroidissement des vapeurs et puis la décantation des condensats. Cette technique présente

les avantages suivants : rapidité, économie du temps, d'énergie et d'eau, extrait dépourvu de solvant résiduel **[23].**

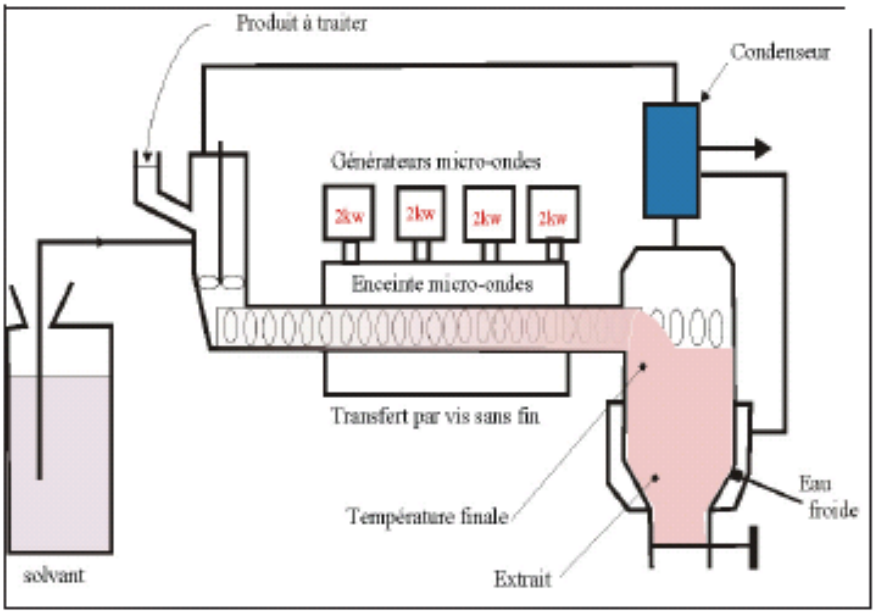


Figure I.9 : Montage d'extraction assisté par micro-onde **[30].**

I.3.3.5. Extraction par CO_2 supercritique

Sur la Figure 14, on distingue les zones où la substance existe sous forme de solide, de liquide ou de vapeur. Les courbes représentent la zone de coexistence entre deux phases. Au point triple (-56,4 °C ; 5,2 bar) les trois phases coexistent. Si on augmente la température et la pression à partir du point triple, on se déplace vers le haut sur la courbe liquide-vapeur. Le liquide devient moins dense à cause de l'expansion thermique et la vapeur devient plus dense à cause de l'augmentation de la pression. Finalement, au point critique, les masses volumiques des deux phases deviennent identiques, on ne distingue plus la vapeur et le liquide. Au-delà de ce point les substances existent sous forme d'une seule phase, le fluide supercritique **[31].**

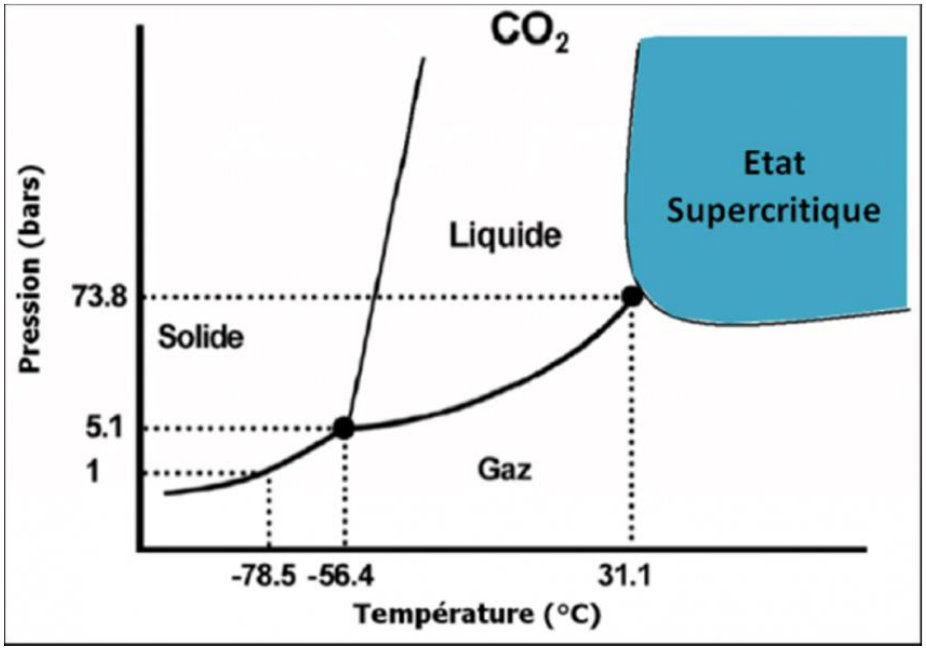


Figure I.10 : Diagramme de phases du CO_2 **[32].**

Le CO_2 supercritique est utilisé en tant que solvant d'extraction.

Le CO_2 est un solvant apolaire, il ne dissout quasiment pas les composés polaires. Pour cette raison, dans la plupart des études, l'extraction au CO_2 supercritique a été utilisée pour éliminer des composés non désirés, c'est-à-dire pour prétraiter la matière végétale, ainsi que pour isoler des composés de haute valeur ajoutée pouvant être contenus dans les huiles essentielles **[31].**

Les fluides supercritiques présentent les avantages principaux suivants :

- le pouvoir solvant des fluides supercritiques est très flexible et dépend de leur masse volumique, c.-à-d. qu'il est ajustable en modifiant la température et/ou la pression ;

- la tension superficielle des fluides supercritiques est très faible, ils ont une diffusivité élevée et une viscosité faible, ce qui favorise le transfert de matière et permet une pénétration facile dans les pores d'une matrice solide **[31].**

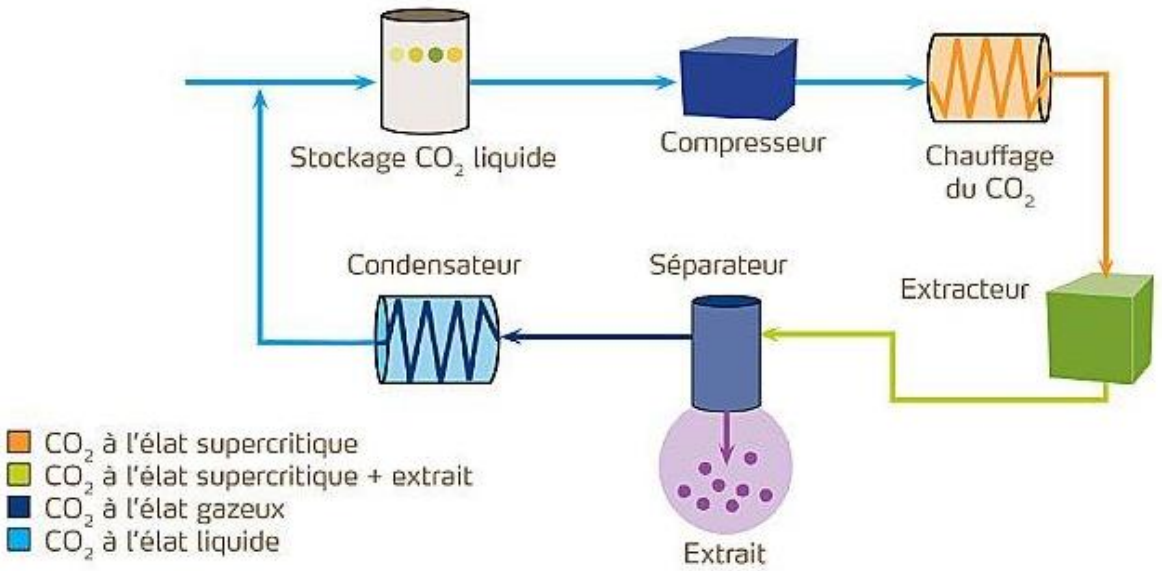


Figure I.11 : Schéma d'extraction par CO_2 supercritique **[33].**

I.3.4. Avantages et inconvénients des méthodes d'obtention des extraits volatils

À partir de la recherche bibliographie sur les méthodes d'extractions des huiles essentielles et les extraits aromatiques, nous présentons dans le tableau ci-dessous quelques avantages et inconvénients concernant les méthodes d'extractions **[34].**

Tableau I.2 : Avantages et inconvénients des méthodes d'extraction des huiles essentielles **[34].**

Méthodes	***Avantages***	***Inconvénients***
Hydrodistillation	- Rendement plus grand.	- Temps d'extraction plus long. -Plus grande quantité d'eau. -Hydrolyse des composés non saturé. - Pertes de quelques composés volatils.
Entraînement à la vapeur d'eau	-Rendement acceptable. -Pas des réactions d'hydrolyse.	
Extraction par micro-ondes	- Moins d'énergie. - Plus effectives que les composés oxygénés. - Temps d'extraction très court.	
Extraction par des solvants organique	-Rendement plus important par rapport aux autres méthodes.	- Grand volume de solvant. - Exige un temps d'opération long (plusieurs heures). - Reste des solvants toxique dans l'extrait. - Dégradation des composés non saturé.

I.4. Analyse des huiles essentielles

I.4.1. Propriétés physiques

Les huiles essentielles ont des propriétés physiques communes. Elles ne sont pas solubles dans l'eau, mais en revanche elles le sont dans les solvants organiques et huiles végétales **[34].**

Les essences et les huiles essentielles ont des propriétés physiques communes, qui peuvent cependant varier en fonction de leur composition chimique **[35].**

À température ambiante, les huiles essentielles sont liquides. Il existe cependant des exceptions. Par exemple, l'huile essentielle est visqueuse chez la myrrhe, pâteuse pour le bois de gaïac, solide pour le cèdre de Virginie ou parfois la rose ou encore un mélange solide-liquide lorsqu'elle est extraite de la badiane **[35].**

Les huiles essentielles sont volatiles. C'est ce qui les rend entraînables à la vapeur et particulièrement odorantes. Ce caractère les différencie aussi des huiles végétales grasses ou «fixes». Si ces dernières laissent des taches indélébiles, la trace laissée par une huile essentielle tendra à disparaitre plus ou moins rapidement. La volatilité étant très liée à la composition chimique, les monoterpènes sont par exemple beaucoup plus volatiles que les sesquiterpènes **[35].**

Par contre, elles ont des caractéristiques différentes :

I.4.1.1. Densité

Leurs densités sont inférieures à « 1 » sauf exceptions (huiles essentielles de cannelle, girofle en particulier). Un litre d'huile essentielle n'est pas égal à 1 kg d'huile essentielle. La densité des huiles essentielles est différente de celle de l'eau (dont 1 litre pèse, par convention, 1 kg). Ainsi, compte tenu d'un indice de densité de 1,1 environ (variable selon des huiles essentielles), 1 kg d'huile essentielle fera 1,1 litre. Inversement, 1 litre d'huile essentielle pèsera environ 900 grammes. On peut mesurer la densité relative à 20°C avec un pycnomètre (flacon dont on se sert pour déterminer la densité des liquides ou des solubles). À 20°C d'une huile essentielle est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile essentielle à 20°C à la masse égale du volume d'eau distillée à 20 °C **[35].**

La densité (appelée aussi masse volumique) est le rapport entre la masse et le volume. On la calcule en gramme par millilitre ou kilo par litre.

$$\boldsymbol{Densit}\text{é} = \frac{\boldsymbol{Poids}}{\boldsymbol{Volume}}$$

I.4.1.2. Indice de réfraction

L'indice de réfraction (changement de direction de la lumière au passage d'un milieu à un autre) d'une huile essentielle est le rapport entre le *sinus* de l'angle d'incidence et le *sinus* de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air à l'huile essentielle maintenue à une température constante. Cet indice peut être mesuré par un réfractomètre **[34].**

L'indice de réfraction est utilisé pour l'identification et comme critère de pureté des huiles essentielles et de composés liquides divers. Chaque substance a son indice de réfraction spécifique. Plus l'indice de réfraction d'un produit est près de la valeur attendue, plus sa pureté est grande. Cette pureté est définie dans des intervalles considérés comme acceptable. Voici à titre indicatif quelques intervalles d'acceptation pour les huiles essentielles suivantes :

- Eucalyptus : 1,458 à 1,470 ;
- Lavande (aspic) :1,463 à 1,468 ;
- Thym : 1,495 à 1,505 **[34].**

I.4.1.3. Pouvoir rotatoire

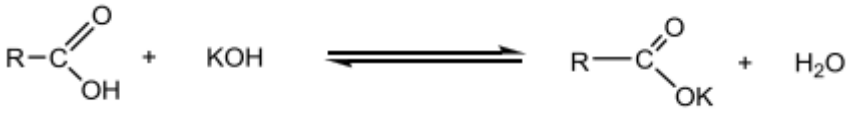
Le pouvoir rotatoire d'une huile essentielle est l'angle exprimé en milli-radians et/ou degrés d'angle dont tourne le plan de polarisation d'une radiation lumineuse de longueur d'onde λ = 589,3 nm, correspondant aux raies D du sodium, lorsque celles-ci traversent une épaisseur de 100 mm d'huile essentielle dans des conditions déterminées de température. On peut mesurer le pouvoir rotatoire avec un polarimètre appareil de mesure de la polarisation (propriété des ondes électromagnétiques) d'un corps **[34].**

I.4.2.Propriétés chimiques

Les indices chimiques (indice d'acide, indice d'ester, indice de saponification, indice de carbonyle et indice d'iode) sont aussi des propriétés pouvant différencier les huiles essentielles.

I.4.2.1. Indice d'acide (I_a)

L'indice d'acide exprime le nombre de mg d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire à la neutralisation des acides libres présents dans 1g d'huile essentielle **[36].**



L'indice d'acide $\mathbf{I_a}$ est déterminé par la formule suivante :

$$I_a = \frac{56,11}{m}.V.C$$

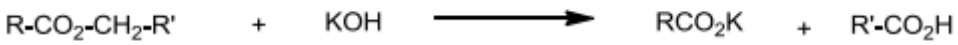
V : volume en ml de la solution de KOH utilisé pour le titrage ;

C : concentration en mol/L de la solution de KOH ;

m : masse en g de la prise d'essai.

I.4.2.2. Indice d'ester (I_e)

L'indice d'ester est le nombre de mg d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides libérés par hydrolyse en milieu basique des esters contenus dans 1 g d'huile essentielle **[36].**



L'indice d'ester $\mathbf{I_e}$ est calculé à l'aide de la relation suivante :

$$I_e = \frac{28,05}{m}.(V_0 - V_1) - I_a$$

$\mathbf{V_0}$: volume en ml de la solution d'HCl (0,1 N) mesuré pour l'essai à blanc ;

$\mathbf{V_1}$: volume en ml de la solution d'HCl (0,1N) mesuré pour le calcul de $\mathbf{I_e}$;

I_a : valeur d'indice d'acide ;

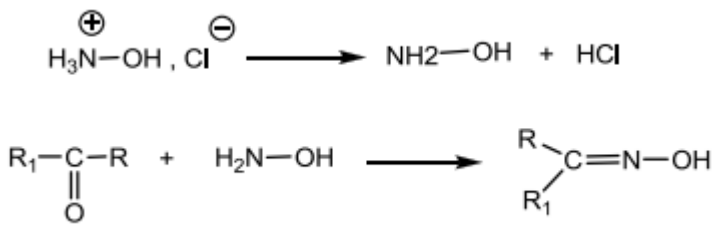
m : masse en g de la prise d'essai.

L'indice d'ester **I_e** peut aussi de se déterminer à partir de l'indice de saponification **I_s** et de l'indice d'acide **I_a.**

$$I_e = I_s - I_a$$

I.4.2.3. Indice de carbonyle (I_c)

L'indice de carbonyle est défini comme le nombre de mg d'hydroxyle de potassium nécessaire pour la neutralisation de l'acide chlorhydrique livré dans la réaction d'oximation avec le chlorure d'hydroxylammonium **[36].**



La détermination de l'indice carbonyle se fait par la relation suivante :

$$I_c = \frac{(V_0 - V_1)}{m} . 56,1 . C$$

V_0 : volume en ml de la solution d'HCl (0,1N) mesuré pour l'essai à blanc ;

V_1 : volume en ml de la solution d'HCl (0,1N) mesuré pour le calcul d'**I_c** ;

C : concentration en mol/L de la solution de KOH ;

m : masse en g de la prise d'essai.

Le pourcentage des constituants carbonylés (aldéhyde ou cétone) présent dans l'huile essentielle est donné par la formule suivante **[36].**

$$\%\ constituants\ carbonylés = C . M_r . \frac{(V_0 - V_1)}{10m}$$

C, **m**, **V_0**, **V_1** ont la même signification que précédemment ;

M_r : masse moléculaire relative au dérivé carbonylé majoritaire.

I.4.2.4.Indice d'iode (I_i)

L'indice d'iode est la quantité d'iode susceptible d'être fixée par 100g de substance, par le rupteur de la double liaison. Les deux atomes d'iode se fixent sur les deux carbones voisins **[36].**

L'indice d'iode est calculé selon la relation ci-dessous :

$$I_i = \frac{(V_0 - V_1)}{m} . N_T$$

V_0 : volume en ml de la solution de $Na_2S_2O_3$ utilisée pour l'essai à blanc ;

V_1 : volume en ml de la solution de $Na_2S_2O_3$ utilisée pour le calcul d'**I_i** ;

m : masse en g de la prise d'essai ;

N_T : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium.

I.4.3. Analyses chromatographiques

L'analyse des huiles essentielles comporte généralement plusieurs séquences :

- la première séquence consiste à analyser les huiles essentielles, tout d'abord, par Chromatographie en Phase Gazeuse (CPG) ; cette technique chromatographique permet l'individualisation des constituants, leur quantification et le calcul de leurs indices de rétention (Ir), puis à les analyser par le couplage «*en ligne*» d'une technique chromatographique, généralement la CPG, avec une technique d'identification spectrale, généralement la spectrométrie de masse (SM) ou, quelques fois, la Spectrométrie Infrarouge par Transformée de Fourier (IRTF). L'identification est ensuite réalisée par comparaison des indices de rétention Ir et des données spectrales (spectres de masse ou infrarouge) des constituants individualisés avec les caractéristiques de produits de référence contenus dans des bibliothèques de spectres. Cette étape est habituellement suffisante dans les cas d'analyse de routine d'huiles essentielles **[37]**.

- une deuxième séquence est mise en œuvre lorsque l'huile essentielle est complexe ou qu'elle contient des composés pouvant co-éluer ou encore lorsque l'analyse est réalisée dans une optique de recherche. Un fractionnement de l'huile essentielle est alors effectué, le plus souvent par chromatographie liquide sur colonne ouverte de silice ou d'alumine. Les fractions obtenues sont ensuite analysées de la façon décrite dans la première séquence. Cette étape est à privilégier lorsque l'on veut étudier les différentes familles de composés (esters, alcools, cétones…) **[37].**

- enfin, une troisième séquence peut être mise en œuvre lorsqu'un ou plusieurs constituants de l'huile essentielle sont inconnus des bibliothèques de comparaison et qu'ils ne sont pas décrits dans la littérature. Il est alors nécessaire de les purifier par distillation fractionnée ou par des techniques chromatographiques préparatives telles la Chromatographie sur Couche Mince (CCM), la Chromatographie liquide sur Colonne ouverte (CC), la Chromatographie Liquide Haute Performance (CLHP) ou encore la Chromatographie en Phase Gazeuse Préparative (CGP). L'objectif est d'aboutir à leur identification structurale par les techniques spectroscopiques usuelles : Résonance Magnétique Nucléaire du proton (RMN-1H) et du carbone-13 (RMN-13C), SM, IRTF, etc. **[37].**

I.4.3.1. Chromatographie en Phase Gazeuse (CPG)

La *Chromatographie en Phase Gazeuse (CPG)* est une méthode d'analyse par séparation qui s'applique aux composés gazeux ou susceptibles d'être vaporisés par chauffage sans décomposition. C'est la technique de séparation la plus utilisée dans le domaine des huiles essentielles, car elle permet d'effectuer l'individualisation des constituants à partir d'échantillons de l'ordre du milligramme voire du microgramme. Les progrès technologiques réalisés dans le domaine des colonnes capillaires, des phases stationnaires et des détecteurs (FID) ont contribué à rendre la CPG incontournable pour l'analyse des huiles essentielles **[37].**

Chaque constituant est caractérisé par des indices calculés à partir d'une gamme d'alcanes ou plus rarement d'esters méthyliques linéaires, à température constante (indice de Kováts) ou en programmation de température (indices de rétention). Les temps de rétention, bien que spécifiques d'un composé, ont tendance à varier d'une analyse à l'autre, notamment du fait du vieillissement des colonnes. Les indices de rétention polaire (Ir_p) et apolaire (Ir_a)

sont comparés à ceux d'échantillons authentiques contenus dans des bibliothèques de référence élaborées au laboratoire, dans des bibliothèques commerciales ou répertoriés dans la littérature **[37].**

Les techniques de couplage de la CPG avec des techniques spectroscopiques (SM, IRTF) ont permis une approche beaucoup plus précise de l'identification **[37].**

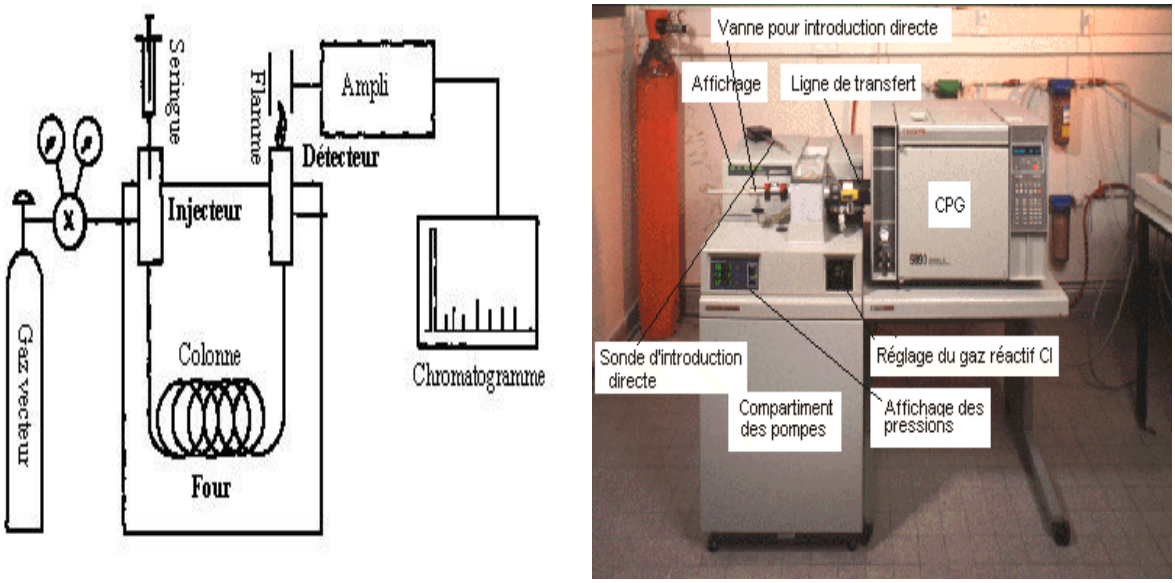


Figure I.12 : Appareillage pour la Chromatographie en Phase Gazeuse (CPG) **[38, 39].**

I.4.3.2. Chromatographie en Phase Gazeuse/Spectrométrie de Masse (CPG/SM)

Les premiers appareils de routine CPG/SM à colonnes capillaires datent de 1975. Depuis, cette méthode de couplage n'a cessé d'évoluer et a trouvé de nombreuses applications dans les domaines de l'agroalimentaire (aliments, eau), des produits pétroliers (carburants, matières synthétiques), des produits naturels (parfumerie, cosmétique, médecine), etc. **[37].**

Dans le secteur particulier des huiles essentielles, le couplage CPG/SM est, aujourd'hui, la technique de référence. Il existe plusieurs analyseurs de masse mais les plus fréquents pour l'analyse des huiles essentielles sont le «*quadripôle*» et le piège à ions ou «*ion trap*». Tous deux utilisent la stabilité des trajectoires pour séparer les ions selon le rapport masse sur charge *m/z*. Les analyseurs quadripolaires sont constitués de quatre barres cylindriques. Un cation pénétrant entre les barres sera attiré vers une barre négative. Si le potentiel change de signe avant qu'il ne soit déchargé sur cette barre, il changera de direction. Dans les appareils à quadripôle, les potentiels sont réglés de manière telle que seuls les ions d'une fourchette de masses déterminées traversent les barres. Par la suite, le faisceau d'ions ayant traversé

l'analyseur de masse, doit être détecté et transformé en un signal utilisable. Les détecteurs les plus courants sont les multiplicateurs d'électrons et les photomultiplicateurs ; ils convertissent les impacts ioniques en signaux. L'ordinateur enregistre les signaux visualisés sous forme de pics d'intensités variables, rangés sur une échelle de masses. Le multiplicateur de photons permet la détection des ions positifs et dans certains cas des ions négatifs **[37].**

Le couplage de la chromatographie en phase gazeuse avec la spectrométrie de masse (CPG/SM) permet d'effectuer simultanément la séparation et l'analyse des différents constituants d'un mélange complexe. Il existe deux modes d'ionisation : l'ionisation par impact électronique (IE) et l'ionisation chimique (IC). Dans ce dernier cas, on distingue l'ionisation chimique positive (ICP) et l'ionisation chimique négative (ICN) **[37].**

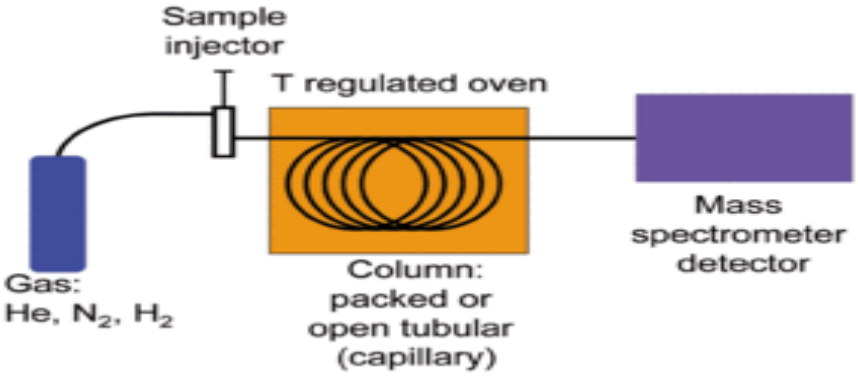


Figure I.13 : Schéma de couplage Chromatographie en Phase Gazeuse/Spectrométrie de Masse (CPG/SM) **[40].**

i. CPG/SM en mode «Impact Electronique » (CPG/SM-IE)

En mode impact électronique, le bombardement de substances par un faisceau d'électrons d'énergie de l'ordre de 70 eV provoque leur ionisation et leur fragmentation. Les fragments ioniques positifs forment alors le spectre de masse caractéristique du composé. Les spectres de masse ainsi obtenus sont comparés avec ceux des produits de référence contenus dans des bibliothèques informatisées commerciales (*NIST/EPA/NIH Mass Spectral Library* et *Wiley Registry of Mass Spectral Data* contenant plusieurs milliers de spectres, *König-Joulain* contenant plus de 1200 composés essentiellement terpéniques et *Adams* utilisant un analyseur «*ion trap*») **[37].**

Les systèmes actuels de CPG/SM sont très performants pour la séparation, la détection et l'identification des molécules. Néanmoins, en mode IE, il existe des difficultés qui sont dues :

- à la similitude des spectres de masse. C'est le cas de molécules proches d'un point de vue structural comme les quatre isomères du menthol ou du farnésol ou les acétates d'isobornyle et de bornyle qui ne diffèrent que par la configuration du carbone asymétrique portant le groupement fonctionnel. Cette similitude des spectres de masse est également observée pour certaines molécules possédant des squelettes différents telles les (Z,Z) et (E,Z)-a-farnésène (sesquiterpènes linéaires avec 4 insaturations) et le cis-a-bergamotène (sesquiterpène bicyclique diénique) ou encore le 1-endo-bourbonanol (sesquiterpène tricyclique) et le 1,6-germacradièn-5-ol (sesquiterpène monocyclique) ;

- à la faible intensité voire l'absence du pic moléculaire sur le spectre de masse ;

- à la co-élution des composés ou à la mauvaise résolution de certains pics chromatographiques **[37].**

ii. CPG/SM en mode «Ionisation Chimique» (CPG/SM-IC)

Par définition, l'ionisation chimique c'est des réactions ions-molécules entre des molécules de l'échantillon en phase gazeuse et les ions d'un plasma obtenus à partir d'un gaz réactif. Cette technique, de mise en œuvre aisée avec un appareil équipé d'une source à ionisation chimique (en série sur la plupart des appareils récents), a trouvé de nombreuses applications chimiques et biochimiques dans les domaines de l'environnement et du médical. La littérature concernant la spectrométrie de masse en ionisation chimique est très importante. En effet, plus de 1100 articles utilisant le mot-clé « *ionisation chimique* » ont été publiés. Après un démarrage timide, le développement ultérieur fut spectaculaire et on ne compte pas moins d'une dizaine de revues générales importantes qui font le point sur le millier de publications concernant l'ionisation chimique **[37].**

I.4.3.3. Calcul de l'indice de rétention (indice de Kovats)

L'identification d'une substance peut être facilitée par la connaissance de son indice de kovats qui est une valeur caractéristique pour une phase stationnaire donnée. Il est calculé à partir des temps de rétention fournis par les chromatogrammes d'huile essentielle totale et du mélange huile essentielle, paraffines normales. L'indice de kovats IK d'un produit inconnu X est donné par la formule suivante en programmation de température **[41]** :

$$\boldsymbol{IK = 100.\left(n + \frac{tr(X) - tr(n)}{tr(n-1) - tr(n)}\right)}$$

n : nombre d'atome de carbone de la paraffine éluée avant le produit inconnu ;

tr(X) : temps de rétention réduit du produit inconnu X ;

tr(n) : temps de rétention réduit de la paraffine normale à **n** atome de carbone éluée après le produit X ;

tr(n-1) : temps de rétention réduit de la paraffine normale à **n-1** atome de carbone éluée après le produit X.

I.5. Plantes étudiées

I.5.1. Inule visqueuse

I.5.1.1. Description

Inula viscosa (L.) Aiton est une plante annuelle, herbacée, visqueuse et glanduleuse de la famille des Astéracées. Elle est ligneuse à sa base (forte racine pivotante lignifiée pouvant atteindre 30 cm de long). Elle peut atteindre de 50 cm à1m de hauteur et présente des capitules à fleurs jaunes très nombreux au sommet de la tige. Les feuilles sessiles sont ondulées, dentées, aiguës, crénelée, embrassant (formant deux petites oreillettes à sa base), rudes recouvertes sur les deux faces de glandes visqueuses, glanduleuse qui dégagent pendant la phase végétative une odeur forte et âcre, agréable selon certains, désagréable pour d'autres. La floraison commence à partir du mois de Septembre. Les inflorescences sont de longues grappes pyramidales, fournies des capitules jaunes. Les fleurs périphériques sont liguliformes, celles du centre sont tubulaires. Elles sont rayonnantes de couleur jaune et à forte odeur. Les fruits sont des akènes velus à aigrette grisâtre **[42].**

Figure I.14 : Inule visqueuse **[originale].**

I.5.1.2. Usage traditionnel

Le médecin arabe *el tamimi*, qui a pratiqué à Jérusalem au cours du 10éme siècle, a écrit que la boisson '*Raesen*', fabriqués à partir d'*Inula viscosa* et ajoutés au miel, a été la '*boisson des rois*'. Il a été efficace dans la lutte contre les rhumatismes, les rhumes, et même agi comme un aphrodisiaque. Depuis les temps anciens, *Inula viscosa* a été largement utilisé comme traitement pour ce qui suit :

- *Plaies* : L'application de feuilles fraiches, ou une poudre de feuilles sèches sur des plaies ouvertes ou les résultats des brulures à l'arrêt de l'hémorragie, sert comme antiseptique et anti-inflammatoire. Il favorise aussi une cicatrisation plus rapide.

- *Les peaux sèches et rugueuses* : La poudre de la feuille *Inula viscosa* séchée et mélangée avec de l'huile est appliquée à l'extérieur des parties touchées du corps.

- *Hémorroïdes* : Une pate est également préparée à partir de feuilles broyées, mélangée avec de huile d'olive et appliquée comme une pommade.

- *L'hypertension artérielle et le diabète* : Les feuilles *Inula viscosa* sont cuites à l'eau et la tonique est consommée.

- *Bronchite et les infections respiratoires* : L'extrait est ajouté à l'eau bouillante et la tonique consommée **[43].**

I.5.1.3. Travaux antérieurs sur les huiles essentielles d'Inula viscosa (L.) Aiton

Tableau I.3 : Travaux antérieurs sur les huiles essentielles d'Inula viscosa (L.) Aiton.

Auteurs (Pays)	*Rendement (%)*	*Composés majoritaires (%)*
Marongiu et al. (Italie) **[44]**	0,43%	Globulol (16,8%), valerianol (12,0%) et caryophyllene oxide (8,0%).
Haoui et al. (Algérie) **[45]**	3,213-6,540% (décembre 2009 et juin 2010)	Eudesma-3,11(13)-dien-12-oic acid (1,82-22,13%) et 1,2-Benzenedicarboxylic acid, diisooctyl ester (73,13-88,58%).
Aissa et al. (Tunisie) **[46]**	0,033%	Neryl isovalerate (26,2%), 1,10-di-epi-cubenol (24,7%) et 2,5-dimethoxy-p-cymene (8,9%).
Madani et al. (Algérie) **[47]**	0,34%	Isocostic acid (56,83%) et fokienol (14,6%).
Sriti Eljazi et al. (Tunisie) **[48]**	0,12%	2-hexenal (3,70%), caryophyllene oxide (3,11%), γ-selinene (3,09%), 3-hexen-1-ol (2,00%), eugenol (1,70%) et trans-caryophyllene (1,34%).
Pérez-Alonzo et al. (Espagne) **[49]**	0,20%	Borneol (25,2%), isobornyl acetate (22,5%) et bornyl acetate (19,5%).

I.5.2. Moutarde de champs

I.5.2.1. Description

La moutarde des champs (*Sinapis arvensis* L.) est une plante herbacée de la famille des brassicacées, annuelle, originaire d'Eurasie. La tige est dressée, simple, mais plus souvent ramifiée et mesure de 30 à 100 cm de haut. La base de la tige présente des poils hérissés. Une coloration violacée est retrouvée à la jonction de la tige principale et des rameaux. La racine pivotante et peu développée. Les feuilles sont alternes et légèrement velues surtout sur les nervures de la face inférieure. Elles mesurent de 3 à 18 cm de long et de 1,5 à 5 cm de large. Les fleurs sont d'un jaune brillant en forme de croix (4pétales). Les fruits sont des siliques glabres, mais certains biotypes portent des poils hérissés. Des cotes sont apparentes sur la longueur ce qui leur donne une allure bosselée **[50].**

Figure I.15 : Moutarde des champs **[originale].**

I.5.2.2. Usage traditionnel

Comme la majorité des plantes de la famille des crucifères, la moutarde (ses feuilles) est antiscorbutique, à cause notamment de sa très grande richesse en vitamine C. On a longtemps prescrit les graines par voie interne pour soigner divers problèmes (dyspepsie, atonie de l'estomac ou des intestins, chlorose, gaz, constipation). C'était, soi-disant, un traitement divin contre la paralysie. Toutefois, comme l'administration par voie interne est assez délicate et peut provoquer une intoxication, cette pratique a été abandonnée. On extrayait jadis par distillation, et après macération dans l'eau, une huile des graines de la moutarde noire. Plus pratique que la poudre, elle était employée de la même manière et pour les mêmes indications, après avoir été diluée dans 60 parties d'alcool **[51].**

- *Utilisation interne* : Utilisé principalement comme tonifiant, contre les carences en vitamines C et le scorbut ou dans le cadre de cures de désintoxication.

- *Utilisation externe* : *Tonifiant* : stimule les capacités de l'organisme. En cataplasmes : contre les rhumes, bronchites, névralgies, rhumatismes, maux de tête et douleurs menstruelles, nécroses. *En pommade ou dans le bain* : évite le refroidissement du corps et les frissons (maladie de Raynaud). Soulage les raideurs des épaules et de la nuque en stimulant la circulation sanguine.

- *Indications thérapeutiques usuelles* : Carence en vitamine C, scorbut, baisse de tonus, rhumes, bronchites, rhumatismes, maux de tête.

- *Autres indications thérapeutiques démontrées* : Troubles digestifs, atonie de l'estomac et des intestins, douleurs menstruelles. En Chine, la moutarde est couramment utilisée dans le traitement de certains abcès **[52].**

I.5.2.3. Travaux antérieurs sur les huiles essentielles de Sinapis arvensis L.

Tableau I.4 : Travaux antérieurs sur les huiles essentielles de Sinapis arvensis L.

Auteurs (Pays)	*Rendement (%)*	*Composés majoritaires (%)*
Bendimerad et al. (Algérie) **[53]**	0,01%	Dimethyl trisulfide (33,6%), heptadecane (10,5%), methylpentadecane (9,1%), 6,10,14-trimethylpentadecane-2-one (8,6%) et dimethyl tetrasulfide (7,3%).
Al-Qudah et al. (Jordanie) **[54]**	0,043%	1-butenyl isoithiocyanate (36,42%), cubenol (14,27%), dimethyl trisulfide (10,39%), dimethyl tetrasulfide (6,3%), octadecane (2,55%), 6,10,14-trimethylpentadecane - 2-one (2,2%) et indole (1,88%).

<u>Chapitre II</u> :

Matériels et méthodes

Chapitre II :

Matériels et méthodes

II.1. Matériel végétal

II.1.1. Collecte

Les plantes ont été récoltées à la fin du mois d'avril dans la région ouest de la Kabylie (Bouira, Algérie). L'identification des plantes a été effectuée au niveau du département de génie des procédés de l'université A.M.O. de Bouira, Algérie.

Les informations sur la collecte des échantillons de plantes sont regroupées dans le tableau ci-dessous :

Tableau II.1 : Collecte des échantillons.

Nom commun de la plante	***Nom scientifique de la plante***	***Date de collecte***	***Partie utilisée***	***Lieu de collecte***	***Coordonnées GPS***	***Altitude (m)***
Inule visqueuse	*Inula viscosa* (L.) Aiton	30/04/2021	Feuilles	Ath Chayev (Bouira-DZ)	36° 17′ 36″ N 4°02′ 49″ E	486
Moutarde des champs	*Sinapis arvensis* L.	20/04/2021	Partie aérienne	Ath Aanboub (Bouira-DZ)	36° 18′ 17″ N 4° 02′ 43″ E	471

II.1.2. Séchage

Les plantes collectées (*Inula viscosa* (L.) Aiton et *Sinapis arvensis* L.) ont été nettoyées, triées puis séchées pendant 8jours à température ambiante (*figure II.1*).

Figure II.1 : Séchage des plantes Inula viscosa (L.) Aiton et Sinapis arvensis L. **[originale].**

II.2. Extraction des huiles essentielles

L'extraction des huiles essentielles a été réalisée par hydrodistillation en utilisant l'appareil de Clevenger (*figure II.2*), qui consiste à immerger directement le matériel végétal (entier ou éventuellement broyé) dans un ballon, auquel est ajouté une quantité d'eau distillée suffisante, pour recouvrir la matière végétale. Le mélange est ensuite porté à ébullition à l'aide d'un chauffe ballon. Lors du chauffage, l'huile essentielle va être entraînée avec la vapeur d'eau. Ce mélange monte dans le Clevenger pour arriver dans le réfrigérant, qui est en permanence refroidi par une circulation d'eau. Au contact des parois froides, les vapeurs sont refroidies et condensées dans l'ampoule à décanter. L'huile essentielle ainsi obtenue est mise dans des flacons en verre et conservée au réfrigérateur à 4 °C.

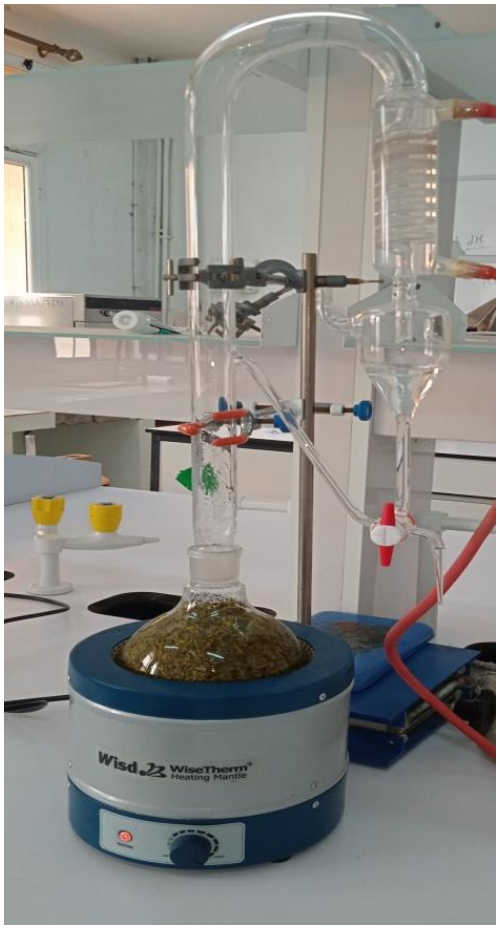


Figure II.2 : Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation (Appareil de Clevenger) **[originale].**

Les données concernant les masses de matière végétale et les volumes d'eau distillée utilisées pour chaque plante sont regroupées dans le tableau ci-dessous :

Tableau II.2 : Extraction des huiles essentielles.

Plante	***Matière végétale***	***Masse de la matière végétale (g)***	***volumes d'eau distillée (mL)***
Inula viscosa (L.) Aiton	*Feuilles broyées*	100	700
Sinapis arvensis L.	*Partie aérienne concassée*	75	700

II.3. Rendement des huiles essentielles

Le rendement en huile essentielle est déterminé par l`équation suivante :

$$\boldsymbol{R_{HE}}(\%) = \frac{\boldsymbol{m_{HE}}}{\boldsymbol{m_{PS}}}.\mathbf{100}$$

avec :

R_{HE} : rendement en huile essentielle (%) ;

m_{HE} : masse de l'huile essentielle (g) ;

m_{PS} : masse de la plante séchée.

<u>Chapitre III</u> :

Résultats et discussion

Chapitre III :

Résultats et discussion

III.1. *Inula viscosa* (L.) Aiton

L'huile essentielle extraite des feuilles broyées de l'inule visqueuse est de couleur jaune foncé, son aspect est limpide et son odeur est forte caractéristique du fruit écrasé, mais différente de celle de la partie verte de la plante.

Les données concernant le rendement en huile essentielle de l'inule visqueuse sont regroupées dans le tableau ci-dessous :

Tableau III.1 : Rendement en huile essentielle d'Inula viscosa (L.) Aiton.

Plante	***Matière végétale***	***Masse de la plante séchée (g)***	***Masse de l'huile essentielle (g)***	***Rendement en huile essentielle (%)***
Inula viscosa (L.) Aiton	*Feuilles broyées*	100	0,1665	0,167

Le rendement en huile essentielle obtenu des feuilles d'*Inula viscosa* (L.) Aiton est de 0,167%. Ce résultat est supérieur à celui rapporté par Aissa *et al.* **[46]** et Sriti Eljazi *et al*. **[48]** qui ont obtenu respectivement 0,033% et 0,12%.

Le résultat est faible comparativement à celui rapporté par Pérez-Alonzo *et al.* **[49]**, Madani *et al.* **[47]**, Marongiu *et al.* **[44]** et Haoui *et al.* **[45]** qui notent des rendements respectivement de 0,20% ; 0,34% ; 0,43% et 3,213-6,540%.

III.2. *Sinapis arvensis* L.

L'huile essentielle extraite de la partie aérienne concassée de la moutarde des champs est de couleur jaune clair, son aspect est liquide mobile et son odeur est caractéristique de la moutarde des champs.

Les données concernant le rendement en huile essentielle de la moutarde des champs sont regroupées dans le tableau ci-dessous :

Tableau III.2 : Rendement en huile essentielle de Sinapis arvensis L.

Plante	***Matière végétale***	***Masse de la plante séchée (g)***	***Masse de l'huile essentielle (g)***	***Rendement en huile essentielle (%)***
Sinapis arvensis L.	*Partie aérienne concassée*	75	0,0196	0,026

Le rendement en huile essentielle obtenu de la partie aérienne concassée de *Sinapis arvensis* L. est de 0,026%. Ce résultat est supérieur à celui rapporté par Bendimerad *et al.* **[53]**, mais relativement faible comparativement à celui rapporté par Al-Qudah *et al.* **[54]**, qui observent respectivement des rendements de 0,01% et 0,043%.

Ces différences sont dues à plusieurs facteurs : l'origine géographique, les facteurs écologiques notamment climatiques (la température et l'humidité), la durée de l'éclairage, l'espèce végétal, le stade de développement, la période de cueillette, la conservation du matériel végétal et la méthode d'extraction.

Conclusion

Conclusion

Les plantes médicinales restent toujours la source fiable des principes actifs connus par leurs propriétés thérapeutiques. On s'est intéressé à l'extraction des huiles essentielles de deux plantes fréquemment employées en Algérie (Inule visqueuse et moutarde des champs).

L'extraction des huiles essentielles de chaque espèce végétale (feuilles broyées d'*Inula viscosa* (L.) Aiton et la partie aérienne concassée de *Sinapis arvensis* L.) a été réalisée par hydrodistillation, qui présente la particularité d'être à la fois simple, peu coûteuse et facile à mettre en œuvre.

L'huile essentielle extraite des feuilles broyées d'*Inula viscosa* (L.) Aiton est de couleur jaune foncé, son aspect est limpide et son odeur est forte caractéristique du fruit écrasé, mais différente de celle de la partie verte de la plante. Le rendement obtenu est de 0,167%.

L'huile essentielle extraite de la partie aérienne concassée de *Sinapis arvensis* L. est de couleur jaune clair, son aspect est liquide mobile et son odeur est caractéristique de la moutarde des champs. Le rendement obtenu est de 0,026%.

Pour poursuivre ce travail, il est nécessaire d'analyser les huiles essentielles extraites par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS) et ce pour déterminer leur composition chimique.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

[1] **A. BENYAHIA.** *Contribution à l'étude phytochimique et activités biologiques de deux plantes médicinales Inula viscosa et Inula Montana*. Mémoire de Master. Université Abou Bekr Belkaïd - Tlemcen (20 14).

[2] **M. PIOCHON.** *Étude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore laurentienne : Composition chimique, activités pharmacologiques et hémi-synthèse*. Mémoire de Maîtrise. Université du Québec - Chicoutimi (2008).

[3] **J.-Y. CHABRIER.** *Plantes médicinales et formes d'utilisation en phytothérapie*. Thèse de Doctorat. Université Henri Poincaré - Nancy 1 (2010).

[4] **R. BOUACHERINE & H. BENRABIA.** *Biodiversité et valeur des plantes médicinales dans la phytothérapie : Cas de la région de Ben Srour (M'sila)*. Mémoire de Master. Université Mohamed Boudiaf - M'sila (2017).

[5] **N. BOUDJEMAA.** *Étude ethnobotanique des plantes médicinales utilisées dans la région de Biskra*. Mémoire de Master. Université Mohamed Khider - Biskra (2019).

[6] **W. GHNIMI.** *Étude phytochimique des extraits de deux Euphorbiacées : Ricinus communis et Jatrapha curcas. Évaluation de leur propriété anti-oxydante et de leur action inhibitrice sur l'activité de l'acetylcholinestérase*. Thèse de Doctorat. Université de Lorraine & Université de Carthage - Tunis (2015).

[7] **F. MERAD & T. MAHIOUT.** *Contribution à l'étude de conformité des drogues pour tisanes vendues en officines*. Mémoire de Master. Université Mouloud Mammeri - Tizi Ouzou (2019).

[8] **H. ZBALAH & Y. BELARBI.** *Effet de séchage des plantes médicinales de la famille des Lamiacées (Romarin) sur l'activité antibactérienne*. Mémoire de Master. Université Abdelhamid Ibn Badis - Mostaganem (2018).

[9] **A. BOUAINE.** *Étude de l'activité antifongique des huiles essentielles extraites de deux plantes aromatiques et médicinales : Lentisque et Myrte*. Mémoire de Master. Université Sidi Mohammed Ben Abdallah - Fès (2017).

[10] **M. PARIS & M HURABIELLE.** *Abrégé de Matière Médicinales (Pharmacognosie*). Tome 1, Éd. Masson, Paris (1981).

[11] **S. ELHADDAD.** *Les extraits des plantes médicinales.* Mémoire de Master. Université Abdelhamid Ibn Badis - Mostaganem (2014).

[12] **J. LAURENT.** *Conseils et utilisation des huiles essentielles les plus courantes en officine.* Thèse de Doctorat. Université Paul Sabatier - Toulouse III (2017).

[13] **J.G. PALTZ. S.A.** L*e fascinant pouvoir des huiles essentielles*. Fascicule du laboratoire *« Jacques Paltz »* (1997).

[14] **R. SAIHI.** *Étude phytochimique, extraction des produits actifs de la plante Artemisia campestris de la région de Djelfa. Mise en évidence de l'activité biologique*. Mémoire de Magister. Université d'Oran (2011).

[15] **G.M. BORRELLI & D. TRONO.** *Molecular approaches to genetically improve the accumulation of health-promoting secondary metabolites in staple crops-A case study: The Lipoxygenase-B1 genes and regulation of the carotent in pasta products*. Int. J. Sci. 17, 1177 (2016).

[16] **T. HESSAS & S. SIMOUD.** *Contribution à l'étude de la composition chimique et à l'évaluation de l'activité antimicrobienne de l'huile essentielle de Thymus sp.* Mémoire de Doctorat en Pharmacie. Université Mouloud Mammeri - Tizi-Ouzou (2018).

[17] **D.M. MARTIN, J. GERSHENZON & J. BOHLMANN.** *Induction of volatile terpene biosynthesis and diurnal emission by methyl jasmonate in foliage of Norway spruce*. Plant Physiol. 132, 1586-1599 (2003).

[18] **O. CHOUITEH.** *Composition chimique et activité antibactérienne des huiles essentielles des feuilles de Glycyrrhiza glabra*. Thèse de Doctorat. Université d'Oran - Es-Sénia (2012).

[19] **M. DESHAIES & J.P. GAMACHE.** *Le clou de girofle à la rescousse*. https://www.cec-chibougamau.qc.ca/images/ASP/ASP_2013_-_CECC_-_Le_clou_de_girofle_a_la_rescousse.pdf. Consulté le 23/08/2021.

[20] **L. BERMNESS.** *Plantes Aromatiques et Médicinales*. Éd. Larousse, Paris (2005).

[21] **G. ROULIER.** *Les huiles essentielles pour votre santé. Traité pratique d'aromathérapie : propriétés et indications thérapeutiques des essences de plantes*. Éd. Dangles, Paris (1993).

[22] **K.A. HAMMER, C.F. CARSON & T.V. RILEY.** *Antimicrobial activity of essential oils and other plant extracts.* J. Appl. Microbiol. 86, 985-90 (1999).

[23] **A. ABBES.** *Évaluation de l'activité antioxydante des huiles essentielles d'Ammoides verticillata « noukha » de la région de Tlemcen*. Mémoire de Master. Université Abou Bekr Belkaïd - Tlemcen (20 14).

[24] **ANONYME.** *Technique d'extraction par entrainement à la vapeur*. https://www.pdfprof.com/PDF_Image.php?idt=31735&t=42. Consulté le 23/08/2021.

[25] **A. ARNAUD, A. RAUCH & G. SRINIVASAN.** *Les huiles essentielles et effets thérapeutiques*. http://tpehuilesessentiellesetsante.e-monsite.com/. Consulté le 23/08/2021.

[26] **M. CHENNI & D. EL ABED.** *Procédés d'extraction des produits bioactifs.* PhytoChem & BioSub Journal. 11(1), 1-29 (2017).

[27] **A. FARHAT**. *Vapo-diffusion assistée par micro-ondes : Conception, optimisation et application*. Thèse de Doctorat. Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse & l'École Nationale d'Ingénieurs - Gabès (2010).

[28] **H. DEMIRDJIAN, C. DE MECQUENEM, M. DROMMI, C. TOPART & J.-B. BAUDIN.** *Extraction liquide-liquide*. https://culturesciences.chimie.ens.fr/thematiques/chimie-experimentale/synthese-organique/l-extraction-liquide-liquide#:~:text=ARTICLE-,L%27extraction%20liquide-liquide,-Publi%C3%A9%20le%2015.11.07. Consulté le 23/08/2021.

[29] **ANONYME.** *Extraction d'une espèce chimique d'un solvant.* https://www.maxicours.com/se/cours/extraction-d-une-espece-chimique-d-un-solvant/#:~:text=chimique%20d%27un%20solvant-,Extraction%20d%27une%20esp%C3%A8ce%20chimique%20d%27un%20solvant,-Fiche%20de%20cours. Consulté le 23/08/2021.

[30] **F. CHEMAT & M.E. LUCCHESI.** *Extractions assistées par micro-ondes des huiles essentielles et des extraits aromatiques*. J. Soc. Ouest-Afr. Chim. 020, 77-99 (2005).

[31] **P.I. PENCHEV.** *Étude 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 de Doctorant. Institut National Polytechnique - Toulouse (2010).

[32] **R. CHAHAL.** *Capteurs optiques en fibres de verre de chalcogénure dopées terres rares appliqués à la surveillance du stockage géologique de CO_2.* Thèse de Doctorant. Université de Rennes 1 (2015).

[33] **L. DOUARD & J. FUMERY.** *Utilisation du CO_2 supercritique dans le procédé de cuisson Kraft.* Rapport de Veille Technologique et Intelligence Economique. Grenoble INP-Pagora (2017).

[34] **R. BETTAHAR.** *Extraction des huiles essentielles Analyse par FT-IR et UV-Visible*. Mémoire de Master. Université Abdelhamid Ibn Badis - Mostaganem (2015).

[35] **R. DESCHEPPER.** *Variabilité de la composition des huiles essentielles et intérêt de la notion de chémotype en aromathérapie.* Thèse de Doctorat. Université d'Aix-Marseille (2017).

[36] **N. OUIS.** *Étude chimique et biologique des huiles essentielles de coriandre, de fenouil et de persil.* Thèse de Doctorat. Université d'Oran 1 (2015).

[37] **J. PAOLINI.** *Caractérisation des huiles essentielles par CPG/Ir, CPG/SM (IE et IC) et RMN du Carbone-13 de Cistus albidus et de deux Asteraceae endémiques de corse : Eupatorium cannabinum subsp. Corsicum et Doronicum corsicum*. Thèse de Doctorat. Université de Corse Pascal Paoli (2005).

[38] **ANONYME.** *Cours de chromatographie (Master de Chimie 1ère année).* Faculté des Sciences d'Orsay. https://www.masterchimie1.universite-paris-saclay.fr/Chromatoweb/CPG.html. Consulté le 13/08/2021.

[39] **V. DALMEYDA.** *CPG/SM*. http://dalmeyda.chez.com/cours/spectrodemasse/index.htm Consulté le 13/08/2021.

[40] **ANONYME.** *Chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse*. https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Chromatographie_en_phase_gazeuse-spectrométrie_de_masse&oldid=174118907. Consulté le 13/08/2021.

[41] **A. BOUTAYEB.** *Étude bibliographique sur les huiles essentielles et végétales.* Mémoire de Licence. Université Ibn Tofail - Kénitra (2013).

[42] **F. BOUKEMAYA & F. MESSAOUDI.** *Étude phytochimique de la plante Inula viscosa (L) Ait (Asteraceae) et évaluation des activités insecticide et antimicrobienne de son extrait éthanolique brut*. Mémoire de Master. Université M'hamed Bougara - Boumerdès (2016).

[43] **B. RAMLI.** *Extraction des flavonoïdes de la plante Inula viscosa de la région d'Oran et mise en évidence de l'activité microbienne*. Mémoire de Magister. Université d'Oran (2013).

[44] **B. MARONGIU, A. PIRAS, F. PANI, S. PORCEDDA & M. BALLERO.** *Extraction, separation and isolation of essential oils from natural matrices by supercritical CO_2.* Flavour and fragrance journal. 18, 505-509 (2003).

[45] **I.E. HAOUI, R. DERRICHE, L. MADANI & Z. OUKALI.** *Extraction of essential oil from Inula viscosa (L.) leaves : Composition, antifungal activity and kinetic data*. Journal of Essential Oil Bearing Plants. 19(1), 108-118 (2016).

[46] **I. AISSA, M. ZNATI, A. ZARDI-BERGAOUI, G. FLAMINI, R. ASCRIZZI & H. BEN JANNET.** *GC, GC-MS, and NMR spectroscopy integrated analyses and in vitro antibacterial, anticholinesterase, anti-tyrosinase, and anti-5-lipoxygenase potential of Inula viscosa root fractionated essential oil.* South African Journal of Botany. 125, 386-392 (2019).

[47] **L. MADANI, R. DERICHE & I.E. HAOUI.** *Essential oil of Algerian Inula viscosa leaves*. Journal of Essential Oil Bearing Plants. 17(1), 164-168 (2014).

[48] **J. SRITI ELJAZI, S. SELMI, Y. ZARROUG, I. WESLETI, B. AOUINI, S. JALLOULI & F. LIMAM.** *Essential oil composition, phenolic compound, and antioxidant potential of Inula viscosa as affected by extraction process*. International Journal of Food Properties. 21(1), 2309-2319 (2018).

[49] **M.J. PEREZ-ALONSO, A. VELASCO-NEGUERUELA, M.E. DURU, M. HARMANDAR, M. CONCEPCION & G. VALLEJO.** *Composition of the volatile oil from the aerial parts of Inula viscosa (L.) Aiton*. Flavour and fragrance journal. 11, 349-351 (1996).

[50] **ANONYME.** *Moutarde des champs - Wild mustard (syn. Corn mustard)*. https://www.iriisphytoprotection.qc.ca/Fiche/MauvaiseHerbe?imageId=6224. Consulté le 24/04/2021.

[51] **P. VANIER.** *Herbier médicinal : la moutarde*. https://www.passeportsante.net/fr/Solutions/HerbierMedicinal/Plante.aspx?doc=moutarde_hm. Consulté le 24/04/2021.

[52] **ANONYME.** *Moutarde*. https://www.doctissimo.fr/html/sante/phytotherapie/plante-medicinale/moutarde.htm. Consulté le 24/04/2021.

[53] **N. BENDIMERD, S.A.T. BENDIAB, K. BREME & X. FERNANDEZ.** *Essential oil composition of aerial parts of Sinapis arvensis L. from Algeria*. Journal of Essential Oil Research. 19, 206-208 (2007).

[54] **M.A. AL-QUDAH, H.I. AL-JABER, R. MUHAIDAT, E.I. HUSSEIN, A. AL ABDEL HAMID, M.L. AL-SMADI, I.F. ABAZA, F.U. AFIFI & S.T. ABU-ORABI.** *Chemical Composition and Antimicrobial Activity of the Essential Oil from Sinapis alba L. and Sinapis arvensis L. (Brassicaceae) growing wild in Jordan.* Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences. 2(4), 1136-1144 (2011).

Annexe

I. Réactifs et solvants

Les produits utilisés ainsi que leurs caractéristiques sont regroupés dans le tableau ci-dessous.

Tableau I : Produits chimiques utilisés.

Produit	***Caractéristiques***
n-hexane	Liquide Masse molaire : 86,17 g /mol Formule : C_6H_{14} Point de fusion : de -95,35 ˚C à -95 ˚C Point d'ébullition : de 68,7 ˚C à 69 ˚C Densité de 0,66 g/cm^3 à 20 ˚C
Sulfate de magnésium	Solide, formule : $MgSO_4.7H_2O$ Masse molaire : 120,368±0,007 g/mol Masse volumique : 2,65 g/cm^3

II. Matériel de laboratoire

L'ensemble de matériel utilisé est regroupé dans le tableau ci-dessous.

Tableau II : Matériel de laboratoire utilisé.

Equipements et dispositifs	Appareil de Clevenger Balance analytique Chauffe ballon Hôte aspirante Étuve Thermomètre
Verreries	Béchers Cristallisoirs Éprouvettes Ballon à fond rond 1000 mL Pipettes pasteur

Résumé : Ce travail a porté sur l'extraction des huiles essentielles de deux plantes médicinales et aromatiques locales (inule visqueuse et moutarde des champs) par hydrodistillation, en utilisant l'appareil de Clevenger. Cette technique est très largement utilisée en parfumerie, où les molécules odorantes sont souvent fragiles et ne peuvent supporter des températures élevées. L'huile essentielle extraite des feuilles broyées d'*Inula viscosa* (L.) Aiton est jaune foncé, son aspect est limpide et son odeur est forte. Le rendement obtenu est de 0,167%. L'huile essentielle extraite de la partie aérienne concassée de *Sinapis arvensis* L. est jaune clair, son aspect est liquide mobile et son odeur est caractéristique de la moutarde des champs. Le rendement obtenu est de 0,026%.

Mots clés : Extraction ; Huile essentielle ; Inule visqueuse ; Moutarde des champs ; Rendement.

Abstract: This work focused on the extraction of essential oils from two local medicinal and aromatic plants (sticky fleabane and wild mustard) by hydrodistillation, using the Clevenger apparatus. This technique is widely used in perfumery, where the fragrant molecules are often fragile and cannot withstand high temperatures. The essential oil extracted from the crushed leaves of *Inula viscosa* (L.) Aiton is dark yellow, its appearance is clear and its smell is strong. The obtained yield is 0.167%. The essential oil extracted from the crushed aerial part of *Sinapis arvensis* L. is light yellow, its appearance is mobile liquid and its odor is characteristic of wild mustard. The obtained yield is 0.026%.

Keywords: Extraction; Essential oil; Sticky fleabane; Wild mustard; Yield.

ملخص: ركز هذا العمل على استخلاص الزيوت العطرية من نباتين طبيين وعطريين محليين (ماقرامان وخردل) بالتقطير المائي باستخدام جهاز Clevenger. تُستخدم هذه التقنية على نطاق واسع في صناعة العطور، حيث غالبًا ما تكون الجزيئات الرائحة هشة ولا يمكنها تحمل درجات الحرارة المرتفعة. الزيت العطري المستخرج من أوراق*Inula viscosa* المطحونة أصفر غامق ومظهره نقي ورائحته قوية. المردود الذي تم الحصول عليه هو 0.167٪. الزيت العطري المستخرج من الجزء الجوي المسحوق من *Sinapis arvensis* لونه أصفر فاتح، ومظهره سائل متحرك ورائحته مميزة للخردل. المردود الذي تم الحصول عليه هو 0.026٪.

كلمات رئيسية: استخراج؛ زيت أساسي؛ ماقرامان؛ خردل؛ المردود.