

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA



**FACULTE DES TECHNOLOGIES
DEPARTEMENT DE CHIMIE INDUSTRIELLE**

MEMOIRE DE PROJET DE FIN D'ETUDE

**POUR L'OBTENTION DU DIPLÔME
DE MASTER EN GÉNIE DES PROCÉDES ORGANIQUES**

OPTION : MATÉRIAUX ET PRODUITS ORGANIQUES INDUSTRIELS

**COMPARAISON DES HUILES ESSENTIELLES DE « *SCHINUS
MOLLE* » SELON LA PARTIE VEGETALE , SON ETAT
ET LA SAISON DE RECOLTE.
«APPLICATION ANTI-BACTERIENNE »**

**Présenté par :
BENOAIE SALIMA**

PROMOTEUR :

Dr: Mr. BOUTOUMI H.

Promotion 2013

Remerciements

Je remercie Dieu, le tout puissant, pour tout ce qu'il m'a donné.

Mes remerciements à monsieur « Bentoumi » pour son aide dans mon travail de recherche

Tout mes remerciements à mon chef de département Monsieur « Houari »

Je remercie tout ceux, qui mon aidé et suivi dans mon parcours scolaire.

ملخص

هذه الدراسة مخصصة لاستخلاص الزيوت الطيارة للفلل الكاذب باستعمال طريقة التقطير البخاري بعد الدراسة الحركية لهذه العملية نقوم بالدراسة التحليلية لهذه المستخلصات و تحوي هذه الدراسة قسمين

دراسة الخصائص الفيزيائية و الكيميائية وكذا التحليل بواسطة الكروماتوجرافي الغازية بالنسبة للزيوت الطيارة , خصائص المستخلص تسمح لنا بالقول بان هذا الاخير يملك خصائص مطابقة للنظم (المنظمة الفرنسية) و في الاخير قمنا بتطبيق هذا الزيت ضد البكتيريا ..

Resumé

Cette étude est consacrée à l'extraction de l'huile essentielle de la schinus molle (faux poivre) par entrainement à la vapeur d'eau .

Les extraits obtenus ont fait l'objet d'une étude analytique comportant deux parties :

La détermination des indices physico – chimiques et une analyse par chromatographies.

Les caractéristiques du produit extrait sont conformes aux normes AFNOR. Pour valoriser cette étude, on a fait une application antiseptique.

Summary:

this study is devote to the extraction and the analysis of essential oil of the schinus molle .

the extraction is carried out by: steam distillation .

the analytical study is composed of two parts :

the determination of physical and chemical properties and chromatography for essential oil .

the characteristics of the Product extracted are similar to those of the AFNOR normus .

Sommaire

I-Introduction

Chapitre I : Partie théorique	1
I-1-La plante « schinus molle ».....	1
I-1-1- Origine et répartition dans le monde.....	1
I-1-2- Historique :.....	2
I-1-3 -Description botanique.....	2
I-1-4- Nomenclature.....	4
I-1-5- Classification botanique.....	4
I-1-6- propriétés et indication principale de faux poivrier.....	4
I-1-6-1- propriétés médicinales de l'huile essentielle du faux poivrier.....	5
I-1-6-2-propriétés insecticides de l'huile essentielle du faux poivrier	5
I-2- Huile essentielle.....	6
I-2-1-Définition	7
I-2-2-localisation des huiles essentielles.....	6
I-2-3-Conservation des huiles essentielles.....	7
I-2-4-Utilisations des huiles essentielles	7
I-2-4-1-Utilisations thérapeutiques.....	7
I-2-4-2-Utilisations Biologiques.....	8
I-2-4-3-Utilisations industrielles.....	8
I-2-5-Toxicité des huiles essentielles	9
I-2-6-Extraction des huiles essentielles.....	10

I-2-6-1 Hydrodistillation	10
I-2-6--2-Distillation sèche.....	10
I-2-6-3- Expression à froid.....	10
I-2-6-4- L'enfleurage.....	11
I-2-6-5- Macération (enfleurage à chaud).....	11
I-2-6-6- Extraction assistée par micro-ondes.....	12
I-2-6-7- Hydrodistillation assistée par micro-ondes.....	12
I-2-6-8-Extraction par solvant volatil	12
I-2-6-9- Extraction par dioxyde de carbone supercritique.....	13
I-2-6-10- Extraction par entraînement à la vapeur d'eau	13
1- Définition.....	13
2- Paramètres intervenant dans l'entraînement à la vapeur d'eau.....	14
3- Avantages	15
I-2-7- Classification des huiles essentielles.....	16
I-2-8- propriétés des familles biochimiques.....	18
I-2-9- Critères de qualité.....	20
I-2-10-Caractéristiques des huiles essentielles.....	21
I-2-10-1- Caractère organoleptique.....	21
I-2-10-2-Caractère physique.....	21
I-2-10-3-Caractéristiques chimiques.....	22
I-2-10-4-Les analyses.....	22
I-2-11-Composants principaux de l'huile essentielle de faux poivrier.....	23
Chapitre II : matériel et méthode.....	24

II -1-Extraction et traitement des huiles essentielles.....	24
II -1-1- Introduction.....	24
II -1-2- Liste des produits chimiques utilisés :.....	25
II -1-3- Matériel végétal : « Faux poivrier ».....	25
II -1-4- Matériel biologique.....	26
II -1-5-Méthode d'extraction des huiles essentielles par l'entraînement.....	26
à la vapeur d'eau	
II-1-5-1 Principe de l'extraction.....	26
II-1-5-2-Présentation du dispositif:.....	28
II-1-5-3-Protocole de l'extraction :.....	28
II-2-Etude cinétique :.....	28
II-3-1-Analyses physico- chimiques:.....	33
II-3-2-Analyse par chromatographie en phase gazeuse (CPG) :.....	35
II-3-3- La spectrophotométrie infrarouge	38
II -4-Etude de l'activité antimicrobienne de l'huile essentielle du faux poivrier.....	38
II -4-1- Sensibilité des microorganismes aux huiles essentielle.....	39
II -4-2-Présentation des souches microbiennes	39
Chapitre III: Résultats et discussions.....	40
III-1- caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle du faux poivrier:.....	40
III-2- Etude cinétique:.....	40
III-3 - Etude analytique :.....	45
III-4- Analyse par chromatographie en phase gazeuse (CPG) :.....	49

III-9-Analyse par spectrométrie infra rouge.....50

III-5-Activité antimicrobienne51

CONCLUSION

ANNEXE

Chapitre IV

matériel et méthode

Chapitre V

Résultats et discussions

Liste des tableaux	page
Tableau N° 1 : Composition chimique de l'huile essentielle du Faux poivrier.....	24
Tableau (02) : produits chimiques utilisés	26
Tableau (03) : Souches bactériennes	28
Tableau (04) : Conditions opératoires des analyses par chromatographie en phase gazeuse(CPG).....	34
Tableau (06) : Rendement de l'huile essentielle des feuilles fraîches, sèches récoltées en hiver, et des feuilles fraîches, des baies récoltées en été :.....	39
Tableau (05) : Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle du faux poivrier...	40
Tableau (07) : rendement maximum en huile essentielle du faux poivrier	40:
Tableau (08) : Indices physico-chimiques des quatre échantillons de l'huile essentielle du faux poivrier	44
Tableau (09) : récapitulation des résultats obtenus par la chromatographie.....	48.
Tableau N° 11 : Composition chimique de l'huile essentielle des feuilles de faux poivrier..	49
Tableau N° 10 : Composition chimique de l'huile essentielle des baies de Faux poivrier.....	49
Tableaux (12) : résultats des applications antibactériennes de l'huile de faux poivrier.....	51
Tableau (13) : concentration minimale inhibitrice (C.M.I)	52

Liste des figures	page
Image (01) : Schinus molle.....	1
Image (02) : feuilles de Schinus molle.....	3
Image (03) : baies de Schinus molle.....	3
Figure(01) : Plan général du protocole.....	24
Figure (02): schéma de dispositif expérimental d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau.....	27
Figure (03) : Schéma simplifié du chromatographe en phase gazeuse.....	34
Figure (04) : Rendements maximaux des quatre échantillons du faux poivrier.....	42
Figure (05) : Comparaison du rendement en huiles essentielles.....	42
Figure (06) : Comparaison du rendement en huiles essentielles en fonction de l'état de la matière végétale.....	43
Figure (07) : Comparaison du rendement en huiles essentielles en fonction de la période de récolte.....	43
Figure (08) : Comparaison du rendement en huiles essentielles en fonction de la Partie végétale et période de récolte.....	44
Figure(9): Indice de réfraction des quatre échantillons.....	45
Figure(11): Indice d'ester des quatre échantillons.....	46
Figure(10): Indice d'acide des quatre échantillons.....	47
Figure(12): Densité relative des quatre échantillons.....	48
Figure(13) : Action inhibitrice de l'huile essentielle.....	52
Figure (14) : Spectre IR des baies récoltées en été.....	Annexe
Figure (15) : Spectre d'IR DES FEUILLES FRAICHE EN ETE.....	Annexe

- Figure (16) : Spectre 'IR des feuilles sèches.....Annexe
- Figure (17) : Spectre d'IR des feuilles fraîches récoltées en hiver.....Annexe
- Figure (18) : Superposition entre Spectre IR des feuilles et Sèches et Feuilles récoltées en
- Figure (19) : Superposition entre Spectre IR des feuilles fraîches hiver fraîches et baies récoltées en été.....Annexe
- Figure (20): Superposition entre Spectre IR des feuilles fraîches récoltées en été et Feuilles fraîches récoltées en hiver.....Annexe
- Figure (21) : Chromatogramme de l'huile de feuilles sèches récoltées en hiver
- Figure (22) : Chromatogramme de l'huile des feuilles fraîches récoltées en hiver...Annexe
- Figure (23): Chromatogramme de l'huile des feuilles fraîches récoltées en été.....Annexe
- Figure (24):Chromatogramme de l'huile des baies récoltées en été.....Annexe
- Figure(25) : Résultats des tests antibactériens.....Annexe

DEDICACES

À tous ceux qui me sont chers, je dédie ce travail :

*Aux prunelles de mes yeux : Papa et Maman, pour leur éducation,
pour leur amour, confiance et respect du savoir ;*

*Mon support moral, cher mari Achour et mes petits enfants;
Abderrahman-Mohamed-Kawthar-F/Zahra*

À mes sœurs et leurs époux, mes frères et leurs épouses

A mes nièces

*A tous ceux qui me connaissent et ceux qui lisent ce message, je dédie
ce modeste travail.*

Salima

Conclusion :

Dans cette étude, on s'est intéressé à une plante aromatique, présentant une véritable banque de molécules chimiques.

D'après les résultats de notre travail, on conclut que, les quatre échantillons se sont avérés riche en huile essentielle, caractérisés par un indice de réfraction supérieur à celle de l'eau distillée, ce qui confirme sa richesse en composés organiques, et par un indice d'acide très faible, rendant sa bonne conservation, et par un grand indice d'ester, ce qui explique sa forte odeur.

Mais, en contre partie, on a trouvé que les huiles extraites à partir des quatre échantillons du faux poivrier par entraînement à la vapeur d'eau sont différents en qualité et en quantité.

L'étude cinétique, montre que l'huile essentielle est concentrée dans les baies, où on atteint un grand rendement en huile essentielle, dans une durée optimale, puis les feuilles fraîches récoltées en été, en suite les feuilles sèches récoltées en hiver, finalement les fraîches récoltées en hiver.

L'étude analytique, montre à partir du calcul des indices physico-chimiques, que la qualité de l'huile essentielle varie d'un échantillon à un autre, de façon que l'indice d'ester des baies soit maximum.

La différence entre les valeurs des différents indices des quatre échantillons montre qu'ils sont différents en composition ou en teneur de ces composés, cette différence est due au l'état de la matière, le cycle végétatif et la structure des partie végétale utilisé, ce qui confirme par les analyses chromatographique à phase gazeuse, qui montre la richesse des baies en composés organiques.

D'après les analyses par spectrométrie infrarouge des huiles essentielles des quatre échantillons, on déduit la présence des hydrocarbures communs ; tels que les méthynes C-H, méthylènes C-H₂, méthyles C-H₃ et les groupes alcènes -C=C-, et des groupements carboxyliques relatif à la fonction ester et la fonction cétone.

Pour valoriser notre travail, on a établi une application anti bactérienne, par la technique de diffusion sur gélose, elle montre que les deux souches testées sont sensible à l'action bactéricide de l'huile essentielle de faux poivrier issue de deux parties (baies et feuilles).

La détermination de la concentration minimale inhibitrice (C.M.I) montre que l'huile essentielle extraite à partir des feuilles du faux poivrier s'est plus efficace que celle à partir des baies

Le mélange de l'huile essentielle du faux poivrier avec l'huile essentielle d'origan diminué la concentration minimale inhibitrice, et donne une meilleur action bactéricide.

Introduction

Partie

Théorique

Partie

Expérimentale

Chapitre II

Matériel et Méthode

Annexe

Conclusion

Bibliographie

sommaire

Chapitre III

Résultats et Discussions

I-1- La plante « faux poivrier »

I-1- 1-Origine et répartition dans le monde

Le faux poivrier (*Schinus molle*.) est un arbre au poivre appartenant à la famille des Anacardiaceae. Il est originaire d'Amérique du sud. Les membres de cette famille se trouvent principalement dans les régions tropicales et subtropicales du monde, mais sont également représentés dans les forêts de la Méditerranée.

Originaire des régions tropicales et subtropicales d'Amérique centrale et de sud, il est également répandu dans les régions semi tropicale des Etats-Unis de l'Amérique et de l'Afrique centrale. Aujourd'hui on le rencontre fréquemment tout autour du bassin méditerranéen (Afrique du nord et le midi de France) (1). (image01).



Originale

❖ Image (01) : Schinus molle

I-1-2- Historique :

Depuis des temps très reculés, Le faux poivrier est connu dans les Andes de Pérou, où il est nommé « mole » prononcé « moyé », il est utilisé comme combustible, comme barrière dans les champs et les pâturages, sa résine a servi à embaumer les rois incas.

Le nom de cette arbre « *Schinus molle* » provient du grec « *schinus* » signifiant lentisque car l'arbre produit un suc (liquide susceptible d'être extrait des tissus végétaux) semblable à la résine des lentisques, et térébinthacée (plante phanérogame angiosperme formant une famille qui comprend des arbres et des arbrisseaux lactescents et résineux , « à feuilles de pistachier »)(2) .

I-1-3- Description botanique

Le faux poivrier est un arbre ligneux de 8 à 12m de hauteur, il a l'apparence d'un saule pleureur par ses rameaux effilés et retombants. Ses feuilles, alternes, persistantes imparipennées de 7 à 13 paires de folioles linéaires et lancéolées libérant en froissement une odeur de poivre.

La floraison estivale du faux poivrier s'exprime sous la forme de panicules blanchâtres qui se transforment en petites fleurs régulières, bisexuées

Ses fruits de petites drupes sphériques, de teinte rouge corail à mésocarpe charnu, de saveur poivrée, renferment des graines ayant cette même saveur, mais plus aromatique que piquante. A la suite d'incisions s'écoule de son tronc une résine forte toxique à faible dose, sous l'appellation de mastic d'Amérique, fut utilisée comme masticatoire, si non comme purgatif drastique (1).

❖ Les feuilles :

Les feuilles sont persistantes de 10 à 30 cm de long, pennées portent jusqu'à 25 folioles, lancéolées de 2 à 6,5 cm de long, elles ont une odeur de poivre (image 02).

❖ Les fleurs :

Les minuscules fleurs jaunes sont réunies en grappes pendantes, calice court à cinq lobes bordés d'une marge clair, cinq pétales étalés, dix étamines inégales fixées sur une couronne glanduleuse, jaune pâle, un ovaire, un loculaire à trois stigmates (3).

❖ Les fruits :

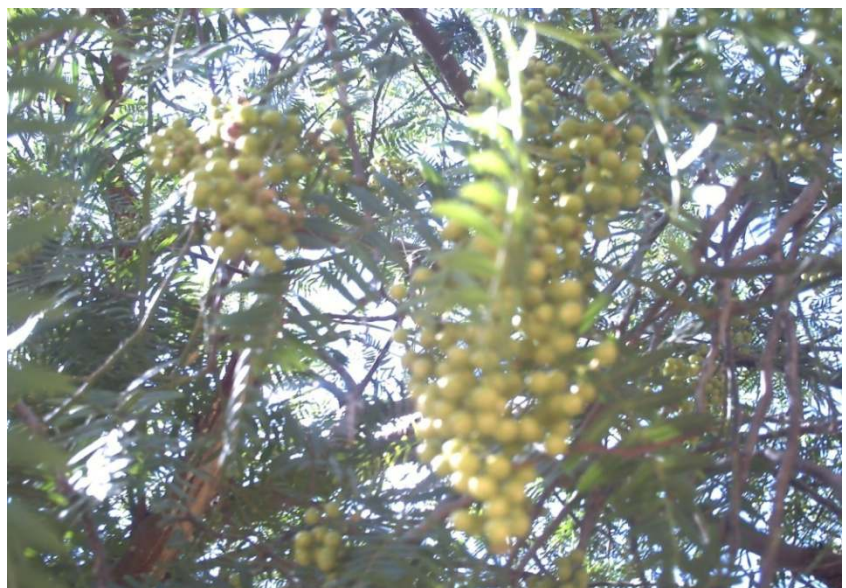
Elles apparaissent au mois de juin jusqu'à septembre et donnent de petits fruits (drupes) rougeâtres à saveur piquant. Ses baies sont classées en mélange avec le poivre blanc, noir et vert. Toutes les parties de le plantes ont une odeur poivrée très prononcées et contiennent une quantité importante en huile essentielles à caractère épicée et aromatique. (image03)



Originale

❖ Image (02) : feuilles de Schinus molle

Image (03) : baies de
Schinus molle



Originale-

I-1-4- Nomenclature

- ❖ **Nom latin :** Schinus molle
- ❖ **Nom français :** faux poivrier, mollé des jardins, arbre à résine de Pérou, café de Chine, poivre brésilien, poivre rose, poivre de Californie.
- ❖ **Nom arabe :**fulful Kadib.
- ❖ **Nom anglais :** Brésilien perpétrée, Péruvien mastic, Californien perpétrée.
- ❖ **Appellation populaire en Algérie :** Chedjerat el fefel. (3).

I-1-5- Classification botanique :

Règne : plante

Sous règne : Tracheobionta

Division : Magnoliopsida

Classe : Magnoliopsida

Sous classe: Rosidae

Ordre : Sapindales

Famille : Anacardiacées

Genre : Schinus

Espèce : Schinus (3).

I-1-6- propriétés et indication principale de faux poivrier :

Pratiquement toutes parties de cet arbre tropical, y compris ses feuilles, son écorce, son fruit, ses semences, sa résine et oléorésine, ont été utilisées par les populations indigènes à travers les tropiques. La plante a une histoire très longue d'usage et apparaît dans les objets religieux anciens parmi certains des Indiens d'Amérique (4).

I-1-6-1- propriétés médicinales d'huile essentielle du faux poivrier :

Le faux poivrier a été utilisé traditionnellement dans la médecine par les populations autochtones partout dans les tropiques. L'huile essentielle de faux poivrier possède des propriétés toniques, astringentes, vasoconstrictrices. Elle permet de traiter des problèmes de

circulation. L'huile essentielle de cette plante a également un effet diurétique. Les recherches américaines ont pu démontrer les vertus antifongiques, antimicrobiennes et anti-inflammatoires de cette huile essentielle. Elle agit sur les bactéries (5), ce qui explique pourquoi les populations d'Amérique du Sud utilisaient cet arbre en toute occasion. L'huile essentielle de faux poivrier est recommandée pour prévenir les refroidissements, la grippe et les infections respiratoires. Elle est aussi indiquée en cas d'hypertension, ainsi que pour équilibrer le cycle féminin et atténuer les troubles liés à ce cycle (6).

I-1-6-2-propriétés insecticides de l'huile essentielle du faux poivrier :

Le faux poivrier a une grande importance ethnobotanique, car il a été utilisé dans le contrôle des ravageurs des cultures dans plusieurs régions du Pérou. De même, il a été démontré que les extraits et les huiles essentielles de faux poivrier ont des propriétés répulsives. Rodriguez et Egusquiza ont évalué l'effet insecticide sur la mortalité des larves de pyrale du tubercule *Phthorimaea Zeller*. Deveci et al ont démontré que l'huile essentielle extraite à partir de feuilles de faux poivrier s'est révélée plus efficace en termes d'activité antimicrobienne et répulsive que celle extraite à partir des fruits (7).

Les pesticides naturels de faux poivrier et les autres arbres ont contribué à notre époque à limiter les pandémies et les famines grâce à leur action de plus en plus ciblée sur des mécanismes biologiques spécifiques (5 et 7).

I-2-Huile essentielle

I-2-1-Définition :

Connues des civilisations anciennes et aujourd'hui du point de vue de la science reconnues, les huiles essentielles sont des extraits naturels de plantes puissants et d'une extraordinaire efficacité, tant sur le plan de la beauté que du bien-être.

selon AFNOR "Association Française de Normalisation", on entend par ce terme "huiles essentielles", les produits obtenus à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par distillation à sec (8).

La 8^{ème} édition de la pharmacopée définit les huiles essentielles comme suit « ce sont des produits de composition généralement complexe renfermant les principes volatils contenus dans les végétaux et plus ou moins modifiés au cours de la préparation » (9 et 10).

Les huiles essentielles appelées aussi essences, sont des mélanges de substances aromatiques produites par de nombreuses plantes sous forme de minuscules gouttelettes dans les feuilles, la peau des fruits, la résine, les branches, les bois. Elles sont présentes en petites quantités par rapport à la masse du végétal, elles sont odorantes et très volatiles.

Les huiles essentielles sont des substances huileuses volatiles. Elles sont incolores, ou jaunâtres, leur densité est généralement plus faible que celle de l'eau. Les huiles essentielles sont solubles dans l'alcool et dans la plus part des solvants organiques. Elles sont inflammables s'altèrent facilement à l'air en se résinifiant (11).

Les huiles essentielles sont des molécules volatiles et odorantes, synthétisées grâce à l'énergie solaire, issues du métabolisme secondaire de la plante, certaines essences ont jusqu'à 250 molécules différentes et dans des proportions parfaitement adaptées les unes aux autres (12).

Ce nom : huile essentielle a été reçu empiriquement : le terme huile désigne le caractère visqueux et hydrophobe de ces substances, le terme essentielle signifie la caractéristique principale de la plante.

I-2-2-localisation des huiles essentielles

Les huiles essentielles peuvent s'accumuler dans les cellules des différentes parties végétatives de la plante ; dans les sommités fleuries (menthe, lavande,), les feuilles (eucalyptus, laurier...), les rhizomes (gingembre...), les fruits (agrumes, badiane, anis,...), les écorces (cannelle...) et les graines (muscade...) (12).

La production et l'accumulation des huiles essentielles, sont généralement associées à la présence de structure spécialisées ; le plus souvent, ces structures sont regroupées en poches chez les Rutacées et les Myrtacées, en canaux sécréteurs chez les Apiécées et les Astéracées, en poils sécréteurs chez les Lamiacées es, ou en cellules à à essences chez les Lauracées (13).

I-2-3-Conservation des huiles essentielles :

Les huiles essentielles sont très sensibles à la lumière, la chaleur, l'air, et l'humidité, cependant, pour éviter leur dégradation, elles doivent être conservées dans des flacons en verre, ombres à 20 ° C, le temps de conservation ne doit pas dépasser un an (12).

I-2-4-Utilisations des huiles essentielles :

I.2.4.1-Utilisation thérapeutique :

Les huiles essentielles ont des effets biologiques variés, sur les cellules de l'organisme comme les agents infectieux. Les effets et cibles sont multiples du fait de chaque composant chimique, et de leur multiplicité. Les huiles essentielles ont notamment des utilisations (14 et 10) :

-Effets antiseptique, anti-infectieux voire antibiotiques, exemple l'huile essentielle de la Lavande avec le Linalol.

-Effets sur les réponses inflammatoires et immunologiques (anti-inflammatoires, antihistaminiques).

-Effets sur l'activité neurologique (analgésiques, calmants, anxiolytique, sédatifs, insomnies, antispasmodiques,...).

-Effets sur l'activité digestive (diurétiques stimulant l'excrétion urinaire, laxatifs stimulant le péristaltisme,...).

-Effets sur le système cardiovasculaire (antihypertenseurs, vasopresseurs,...).

-Effets sur le métabolisme (antipyrétiques).

-Effets phytosensibilisants, principalement, les huiles essentielles d'arums.

I.2.4.2- Utilisation biologique :

Les huiles essentielles sont utilisées en raison de leurs propriétés inhibitrices notamment sur les microbes (désinfection) et les activités cellulaires des plantes ou animaux.

Les huiles essentielles servent par exemple comme produits phytosanitaires pour combattre dans les cultures végétales les infections fongiques, bactériennes ou virales. Elles apportent des solutions en agriculture biologique, réduisant les effets néfastes des pesticides de synthèses comme la pollution ou le développement de résistances.

A l'instar de ce qui est fait pour l'homme, les huiles essentielles entrent aussi dans la composition de traitements pour les animaux, ou ils permettent par exemple de réduire l'apparition des résistances aux antibiotiques conventionnels, ou limiter les effets secondaires (15).

I.2.4.3-Utilisations industrielles:

Les industries de la parfumerie, des arômes et de la cosmétique sont les principales consommatrices d'huile essentielle. Ce sont en effet les produits de bases, utilisées pour ajouter des odeurs, en raison de leur forte volatilité et du fait qu'elles ne laissent pas de trace grasse. Dans l'agro-alimentaire aussi, on utilise des huiles essentielles pour incorporer aux aliments des saveurs (13).

- **Utilisations des huiles essentielles dans les cosmétiques :**

L'aromathérapie, est l'utilisation des huiles essentielles pour soigner. Elle fait l'objet d'un certain nombre d'abus : il suffit de mettre 0.0001% d'huile essentielle dans une crème pour en faire un produit vendable. En cosmétologie aromatique, on utilise entre 0.5% et 2% d'huile essentielle pour le visage, 2% et 5% pour le corps, et jusqu'au 10% pour les soins très localisés (16).

L'industrie de la parfumerie et des cosmétiques consomme d'importants tonnages de plantes à essences, comme les rose, jasmin, violette, verveine, citron, santal.

Les parfums destinés à être portés pour donner une senteur sont habituellement dits (appelés encore extraits) contiennent de 10% à 25% de concentré, les eaux de toilette et l'eau de Cologne de 2 % à 6 %.

Les odeurs indésirables, celles par exemple des peintures, ou encore pour donner une odeur caractéristique, comme l'addition d'arôme de cuir à la matière plastiques utilisées en ameublement (15)

Les huiles essentielles sont très employées pour parfumer les produits cosmétiques : savons, shampoings, gel-douche, crèmes cosmétiques.

Les secteurs des produits ménagers (détergents et lessives par exemple) consomment beaucoup d'huiles essentielles pour masquer les odeurs, souvent peu agréables, des produits purs (16).

- **Les huiles essentielles en alimentation :**

L'utilisation des huiles essentielles provenant de diverses parties des végétaux (racines, tiges, écorces, fleurs, fruits) dans les arômes alimentaires est croissante. Les arômes sont omniprésents de nos jours : ils sont utilisés comme exhausteur de goûts dans divers produits (cafés, thés, tabacs, vins, yaourts, plats cuisinés) (16).

I- 2-5-Toxicité des huiles essentielles :

Certaines huiles essentielles pures sont toxiques. Par conséquent, il faut les manipuler avec grande précaution et respecter ces quelques règles de base:

-Ne jamais appliquer une huile essentielle pure sur la peau et sur les muqueuses.

-Les plus souvent, l'huile essentielle doit être très fortement diluée dans un support comme une huile végétale : mettre une huile essentielle pure sur la peau peut être très dangereux ; sauf indication, ne pas dépasser une concentration de 5%.

-Certaines huiles essentielles peuvent être irritantes, et allergènes pour certaines personnes.

-Eviter de s'exposer au soleil après l'application d'une huile essentielle, car certaines huiles essentielles sont photosensibles (augmentation de sensibilité aux U.V.), ou peuvent provoquer l'apparition de taches pigmentées disgracieuses sur la peau.

-Par précaution, proscrire l'utilisation des huiles essentielles chez les femmes enceintes et les enfants de moins de 3 ans : seules certaines sont utilisables dans leur cas et avec des dosages appropriés (15 et 17).

I-2-6-Extraction des huiles essentielles :

Plusieurs techniques d'extractions des principes actifs des plantes sont de nos jours connues. Le choix de la méthode d'extraction peut être orienté par la localisation des sites de stockages des huiles essentielles (18).

I.2.6.1. Hydrodistillation :

Ce mode a été proposé par GARNIER en 1891, c'est la méthode la plus utilisée pour extraire les huiles essentielles et pouvoir les séparer à l'état pur. Le principe consiste à immerger directement la matière végétale à traiter dans un ballon rempli d'eau et ensuite porté à ébullition, les vapeurs hétérogènes vont se condenser sur une surface froide et l'huile essentielle sera alors séparée par différence de densité (19). Si la densité de l'huile essentielle que l'on veut obtenir est très voisine de celle de l'eau on utilise un solvant organique (di éthyle éther, l'hexane, benzène,...) pour les séparer.

I.2.6.2-Distillation sèche :

Il s'agit d'une méthode d'extraction des huiles essentielles caractéristique des végétaux fragiles tels que les pétales de rose. Dans le domaine de l'extraction végétale, la distillation sèche consiste à chauffer de façon très modérée les plantes ou parties de plantes sans ajout d'eau ni de solvants organiques, puis à condenser les substances volatiles.

L'avantage de cette méthode est la température à laquelle se déroule l'extraction est inférieure à 100°C (point d'ébullition), ce qui évite la dénaturation de certaines molécules thermosensibles(20).

I.2.6.3- Expression à froid :

Cette technique d'extraction est utilisée pour obtenir des essences d'agrumes contenues dans les zestes. Autrefois, on frottait le fruit manuellement sur les parois garnies de picots

d'une écuelle de bois. L'huile essentielle ainsi exprimée était recueillie à l'aide d'une éponge. Elle était ensuite soigneusement filtrée. De nos jours, les fruits sont pressés à froid. Ensuite, par centrifugation, on sépare l'huile essentielle du jus de fruit. Cette technique permet d'extraire à faible coût des essences de bonne qualité (18 et 21).

L'expression à froid est une extraction sans chauffage réservée aux agrumes. Le principe de ce procédé mécanique est fondé sur la rupture des péricarpes riches en huiles essentielles. L'huile essentielle ainsi libérée est entraînée par un courant d'eau. Une émulsion constituée d'eau et d'essence se forme. L'essence est alors isolée par décantation(1).

I.2.6.4- L'enfleurage :

L'enfleurage est une forme d'extraction utilisée en parfumerie (22). Il repose sur le pouvoir d'absorption d'une huile essentielle par les corps gras. Il existe deux types d'enfleurage :

- l'enfleurage à froid.
- l'enfleurage à chaud.

Cette méthode n'est presque plus utilisée car elle est très coûteuse. Cette technique permettait de traiter des fleurs fragiles (comme le jasmin) qui conservaient leur odeur après la cueillette mais qui ne supportaient pas la chaleur. Après avoir été soigneusement triées, les fleurs étaient piquées délicatement dans la graisse. Après un certain temps, l'huile essentielle passe des fleurs à la graisse et devient plus facile à récupérer, en lui ajoutant l'alcool, qui sert de vecteur à l'huile essentielle. Finalement, par simple évaporation de l'alcool, on récupère l'huile essentielle seule (20 et 21).

I.2.6.5- Macération (enfleurage à chaud) :

A l'inverse de l'enfleurage où l'extraction s'effectuait à température ambiante, la macération utilise les mêmes graisses mais à chaud ; ce qui a pour effet d'augmenter leur pouvoir absorbant. L'extraction est réalisée par immersion des fleurs fraîchement cueillies et constamment renouvelées dans un bac de graisse chaude (50-70 °C) jusqu'à atteindre la saturation. Un épuisement à l'alcool absolu est généralement appliqué sur cette graisse(23).

I.2.6.6- Extraction assistée par micro-ondes :

Dans ce procédé, la plante est chauffée sélectivement par un rayonnement micro-ondes dans une enceinte dont la pression est réduite de façon séquentielle. L'huile essentielle est entraînée dans le mélange isotropique formé avec la vapeur d'eau propre à la plante traitée (sans ajout d'eau pour les produits traités en frais). Très rapide et peu consommateur d'énergie, le procédé livre un produit qui, le plus souvent, est de qualité supérieure à celle du produit d'hydrodistillation traditionnelle (temps de travail divisé par 5 à 10 et température plus basse) (21). De façon caractéristique, les micro-ondes génèrent un chauffage rapide et intense des substances polaires avec une réduction importante dans le temps de réaction, et dans la plupart des cas des rendements élevés (24).

I.2.6.7- Hydrodistillation assistée par micro-ondes :

L'hydrodistillation assistée par micro-ondes (MAHD) est un procédé développé par Stashenko et coll (22). Ce procédé basé entièrement sur le principe de l'hydrodistillation classique consiste à placer une partie du montage d'hydrodistillation dans le four à micro-ondes. Le matériel végétal est donc placé en présence d'une quantité d'eau suffisante dans un réacteur disposé dans l'enceinte du four à micro-ondes. Le système de réfrigération ainsi que la partie prévue pour la récupération des essences sont situés à l'extérieur du four.

I.2.6.8-Extraction par solvant volatil :

L'extraction par des solvants volatils consiste à épuiser la matière première de ses constituants odorants au moyen d'un solvant, puis à éliminer celui-ci de l'extrait par évaporation sous vide. Cette technique pratiquée dès le 18ème siècle avec de l'éther, produit coûteux et fortement inflammable, utilise de nos jours des solvants plus adaptés comme l'hexane ou l'éthanol (25).

L'extraction se fait à l'aide de solvants organiques volatils dans des appareils appelés extracteur de Soxhlet. En apparence, la division de la matière à extraire facilite le contact avec le solvant (en agrandissant la surface d'échange), et permet d'augmenter la charge de l'extracteur et aussi de réduire le rapport du solvant à la charge. Toutefois le tassement entrave la circulation du solvant et l'homogénéisation des solutions ; il faut donc éviter de tasser ou de trop charger l'extracteur.

L'extraction s'effectue en plusieurs étapes, on lave la matière avec le solvant deux à trois fois. Il semble que la presque totalité des produits odorants passe en solution dès la première extraction. Mais, étant donné que la matière traitée retient une forte proportion de la solution, il est nécessaire de pratiquer des dilutions successives avec de nouvelles charges de solvant (lavages). La matière épuisée retient une proportion importante de solvant. Avec la charge normale de fleurs d'un extracteur statique de mille litres, la quantité varie entre 150 et 180 litres. Il faut donc concentrer la solution en évaporant le solvant qui est recyclé pour d'autres lavages. La récupération du solvant atteint couramment 94 à 96 % de la quantité retenue. La charge de l'extracteur est dissolvante à la vapeur d'eau, puis elle peut être utilisée dans les champs (compostage) (26).

I.2.6.9- Extraction par dioxyde de carbone supercritique :

L'originalité de cette technique repose sur le solvant utilisé: il s'agit du CO₂ en phase supercritique. À l'état supercritique, le CO₂ n'est ni liquide, ni gazeux, et cela lui confère un excellent pouvoir d'extraction, modulable à volonté en jouant sur la température de mise en œuvre. Les fluides supercritiques comme le CO₂ sont de bons solvants à l'état supercritique, et de mauvais solvants à l'état gazeux.

Cette technique est basée sur le fait que certains gaz, notamment le dioxyde de carbone, dans des conditions de pression dites critiques ou supercritiques présentent un pouvoir de dissolution accru vis-à-vis de divers composés tels que les huiles essentielles, les arômes, les colorants naturels etc. (26).

I.2.6.10- Extraction par entraînement à la vapeur d'eau :

C'est la méthode la plus utilisée pour l'obtention des composés d'arôme du fait qu'elle produit des substances volatiles facilement analysables par chromatographie en phase gazeuse et exigeant une technologie relativement simple, donc un coût plus bas ainsi qu'une reproductibilité facilement contrôlable (27).

a) Définition :

L'entraînement à la vapeur d'eau est le plus ancien des procédés d'extraction des huiles essentielles à partir des végétaux. Il consiste à récupérer l'huile essentielle des végétaux, en faisant passer un courant de vapeur d'eau à travers la matière végétale sans macération préalable. Les vapeurs saturées en composés organiques volatils sont condensées, ceux-ci

sont ensuite récupérés par décantation. Ce procédé permet de traiter les matières végétales sensibles qui pourraient souffrir d'une ébullition prolongée.

Ce procédé est encore, de nos jours, le plus utilisé car sa mise en œuvre facile et l'utilisation de la vapeur d'eau, disponible et à bas prix constituent ses principaux avantages. Cependant, il faut tenir compte du fait que la température de la vapeur d'eau varie au cours de l'entraînement de l'huile ; elle est légèrement basse au début de l'extraction et la vapeur d'eau ne peut entraîner que les constituants très volatils, elle augmente graduellement et les constituants à points d'ébullition élevés sont entraînés. La composition de l'huile obtenue en fin du processus d'extraction est alors différente de celle obtenue au début. Parmi les inconvénients de ce procédé, on note la formation d'artefacts et la difficulté d'extraire les produits odorants peu volatils ou ceux appréciablement solubles dans l'eau.

Depuis son élaboration par Ibn-Sina, la technologie de ce procédé n'a pas évolué. Cependant, la recherche dans ce domaine s'est orientée vers la maîtrise et l'optimisation des paramètres liés aussi bien aux particularités du végétal qu'au procédé lui-même.

- L'entraînement à la vapeur d'eau est une opération unitaire faisant intervenir des processus complexes de transfert de matière et de chaleur18
- L'entraînement à la vapeur d'eau d'une huile essentielle peut être assimilé à une extraction solide-fluide-le transfert de matière se fait en deux étapes :
De l'intérieur du solide vers l'interface, puis de l'interface vers le milieu extérieur dans le film entourant la particule solide (18, 28).

b) Paramètres intervenant dans l'entraînement à la vapeur d'eau :

Un système chimique ou physique peut être considéré comme étant une relation entre des causes (variables d'entrée) et des réponses (variables de sortie). Étudier un tel système consiste à estimer l'état ou l'évolution des grandeurs de sortie en réponse à une valeur ou à une variation des grandeurs d'entrée (18).

✓ les variables d'entrée :

Les variables d'entrée pouvant influencer sur l'entraînement à la vapeur d'eau sont de deux types :

- les paramètres opératoires : ils sont liés au procédé d'extraction. Nous pouvons citer : la durée de l'extraction, la pression, la température, la masse matière végétale à traiter et sa répartition.

- les paramètres intrinsèques : ils sont liés à la matière végétale. Nous pouvons citer : la nature du végétal (racine, tige, feuille, fruit), l'âge de la plante, la période de récolte, la région ou le lieu de récolte et le stockage du végétal (28).

✓ les variables de sortie :

Les variables de sortie ou paramètres réponse de l'entraînement à la vapeur d'eau sont de deux types :

- Les paramètres quantitatifs : ils sont représentés par le rendement R_{HR} en huile essentielles, qui est défini comme étant le rapport entre la masse de l'huile essentielle (M_{HE}) obtenue et la masse de matière végétale (M_{mv}).

- les paramètres qualitatifs : ils sont représentés par les propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle (densité, indice de réfraction, indice d'acide, indice d'ester etc.) et la composition chimique.

✓ Influence des paramètres opératoires :

A l'instar de plusieurs facteurs (géologiques, climatiques, ontogéniques,...) les conditions opératoires de l'entraînement à la vapeur d'eau affectent sensiblement le rendement et la composition de l'huile essentielle (28).

c) Avantages :

- Température : $100^{\circ}C$, volatilité suffisante des constituants des huiles essentielles sans risque d'un sur chauffage ; transport rapide de la chaleur (chaleur de condensation de la vapeur).

- Seulement distillation a des principes odorants insolubles dans l'eau.

- Séparation huile essentielle/eau simple, l'eau de distillation est recyclée.

-Vapeur d'eau repousse l'oxygène, protection vis-à-vis de l'oxydation.

- Ouverture des pores de la plante, libération des huiles essentielles.

- Vapeur d'eau est incombustible,

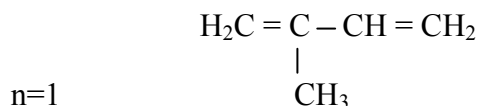
-Bas prix.

I-2-7- Classification des huiles essentielles :

Les huiles essentielles (HE) sont classées usuellement selon la nature chimique des principes actifs majeurs, plus rarement sur le mode d'extraction, ou les effets biologiques on retient huit classes principales (les hydrocarbures sesquiterpéniques et terpéniques, les alcools, les esters et alcools, les aldéhydes, les cétones, les phénols, les éthers et les peroxydes) (29) avec les composants suivants :

a)- Huiles essentielles riches en **hydrocarbures terpéniques et sesquiterpéniques** : huiles essentielles de térébenthine (alpha-pinène, camphène), huiles essentielles de genévrier (alpha-pinène, camphène, cadinène), huiles essentielles de citron (limonène).

Les terpènes sont des hydrocarbures d'origine végétale, contenant 10 à 30 atomes de carbones, répondant à la formule brute $(C_5 H_8)_n$ cette formule correspond à la structure d'un isoprène de formule développée :



isoprène (méthyle-2 butadiène (1,3)) C_5H_8 .

La nomenclature utilisée basé en C_{10} (une unité terpénique) :

- C_{10} : mono terpène, (une unité).
- C_{15} : sesquiterpène, (3 /2 unités).
- C_{20} : di terpène, (deux unités).
- C_{30} : tri terpène, (trois unités).

Les trois premiers groupes sont à l' origine de très nombreuses essences.

Les triterpènes sont des composés en C_{30} (six isoprènes) issus de la cyclisation du scalène, ils sont très souvent hydroxylés et présentent des très fortes unités structurales, qui par oxydation conduisent à de nombreuses résines (30).

Les tétrapènes (huit isoprènes) qui conduisent aux caroténoïdes.

Les poly terpènes (n isoprènes) qui comprennent, en particulier, le caoutchouc (12).

b)- Huiles essentielles riches en **alcools** : huiles essentielles de coriandre (linalol), HE de rose (géraniol)

c)- Huiles essentielles **mélanges d'esters et d'alcools**: huiles essentielles de lavande (linalol, acétate de linalyle), huiles essentielles de menthe (menthol, acétate de menthyle)

d)- Huiles essentielles riches **aldéhydes**: huiles essentielles de cannelle (aldéhyde cinnamique), huiles essentielles de citronnelle (citral et citronnellal), huiles essentielles d'eucalyptus citriodora (citronellal)

e)- Huiles essentielles riches en **cétones** : huiles essentielles de carvi (carvone), huiles essentielles de camphrier (camphre), huiles essentielles de sauge (thuyone), et huiles essentielles de thuya (thuyone).

f)- Huiles essentielles riches en **phénols** : huiles essentielles de thyme (thymol), huiles essentielles de sariette (carvacrol), huiles essentielles d'origan (thymol et carvacrol), huiles essentielles de giroflée (eugénol).

Les composés phénoliques des végétaux correspondent à un vaste ensemble de molécules, qui ont toutes en commun un noyau benzénique portant un ou plusieurs hydroxyles libres ou engagés dans une autre fonction, ce sont des molécules issues du métabolisme secondaire et qui sont ubiquitaires du règne végétal et notamment des angiospermes. Les composés phénoliques interviennent dans différents aspects de la vie de la plante (lignifications, interactions symbiotiques), dans la défense de la plante (interactions biotiques et abiotiques) ou encore dans la coloration des fleurs. Par ailleurs ils sont bénéfiques pour l'homme vis-à-vis de certaines maladies de par leur action sur le métabolisme humain et leur propriété antioxydante (31).

g) - Huiles essentielles riches en **éthers**: huiles essentielles d'anis vert, de badiane (anéthol), huiles essentielles de fenouil (anéthol), huiles essentielles d'eucalyptus (eucalyptol), huiles essentielles de cajepout (eucalyptol).

h)- Huiles essentielles riches en **peroxydes**: huiles essentielles d'ail (allicine).

i)- Huiles essentielles **sulfurées** : huiles essentielles de crucifères et de Liliacées.

La plupart des huiles essentielles sont constituées dans leur grande majorité d'un mélange assez complexe de mono terpènes, sesquiterpènes, alcools, esters, aldéhydes, etc. Il y a quelques exceptions : huile essentielle de gaulthérie couchée composée à plus de 99.5% de salicylate de méthyle (un ester aromatique).

I-2-8- propriétés des familles biochimiques :

1- **Monoterpènes** : stimulants du système immunitaire.

Action révulsive sur la peau, utile en cas de douleurs localisées ; ils sont donc antalgiques à action percutanée. Leur utilisation doit être limitée dans le temps, si non, ils agressent la sensibilité des muqueuses.

2- **monoterpénols** : composés anti-infectieux ; bactéricides virocides et fongicides à utiliser parallèlement aux phénols selon les cas lors d'infections : également excellente immunostimulant. Moins violent que les phénols, ils sont de remarquables toniques généraux plus spécifiquement neurotoxiques. Moins hypertensifs, ils n'ont pas leur toxicité.

3- **Sesquiterpènes** : Légèrement hypotenseur, calmants et anti-inflammatoires.

4- **Sesquiterpénols** : ils sont peu anti-infectieux.

5- **phénols** : fortement anti-infectieux, et ils irritent les muqueuses et la peau, il faut toujours les diluer dans une huile végétale.

6- **Déterpénols** : Régulateurs hormonaux en raison de leur structure voisine des hormones stéroïdes sexuelles humaines, ils sont actifs même à faible dose.

7- **Aldéhydes** : Intermédiaires entre alcools ce sont de bons anti-inflammatoires, calmants du système nerveux, hypotenseurs, anti-infectieux, ils peuvent irriter les muqueuses et la peau.

8- **Oxydes** : décongestifs broncho-pulmonaires. Propriétés assez spécifique selon leur formule biochimique propre.

Nombreux oxydes toxiques ; stupéfiant (anéthol), neurotoxique et hépatotoxique, convulsivants.

9- **Esters** : calmants des cétones aux propriétés antispasmodiques et neurotoxiques.

Excellents rééquilibrant nerveux (antidépresseurs psychiques), ils sont très doux sur la peau et décongestionnent, anti- inflammatoires.

10- **Cétones** : Composés très actifs physiologiquement, leur utilisation doit être bien contrôlée si non elles deviennent rapidement toxique, elles sont neurotoxiques, stupéfiants(29).

I-2-9- Critères de qualité des huiles essentielles :

Les critères de qualité des huiles essentielles sont les suivants :(32).

1)-Les huiles essentielles de qualité doivent impérativement provenir de plantes botaniquement certifiées, c'est-à-dire identifiées par deux noms latins, le latin étant la langue universellement reconnue en botanique. Le premier nom désigne le genre, par exemple *Thymus* ; le second, l'espèce : *vulgaris* *Thymus vulgaris* = Thym vulgaire

2)-Origine géographique sélectionnée

3)-Sélection de la partie de la plante qui détient l'activité recherchée. Les diverses parties d'une même plante (fleur, feuille, tige, écorce, racine, etc.) peuvent produire des essences différentes. Il est donc important de préciser l'organe végétal.

4)-Période de récolte pour obtenir les meilleurs extraits

5)-Méthode d'extraction permettant de préserver l'activité des composants.

La majorité des huiles essentielles proviennent de la culture biologique sauvage de la plante. Plus une plante a été soumise aux intempéries lors de sa croissance, plus elle sera de meilleure qualité, puis qu'elle aura été renforcée. Si la plante est trop protégée, elle sera plus faible et son essence s'en ressentira, les pesticides et les insecticides ne passent pas dans les huiles essentielles, sauf pour les essences des citron, orange et pamplemousse, puisque le processus d'extraction est différent, on presse l'écorce du fruit, les huiles essentielles sont souvent modifiées avec de l'alcool, de l'huile végétale ou d'autre huile de moins bonne qualité, leurs propriétés thérapeutiques s'en trouvent alors atténuées une bonne huile essentielle coûte cher (33).

L'huile essentielle se conserve parfaitement bien quelques années, à l'abri de la chaleur et de la lumière. On a d'ailleurs retrouvé des essences dans des doubles jarres en terre cuite

dans les pyramides d’Egypte. Des flacons en verre teinté sont nécessaires à la bonne conservation des huiles essentielles.

Après un an ou deux, on utilise plus les huiles essentielles en traitement interne. Elles peuvent toutefois servir dans les diffuseurs d’arômes sans inconvénient.

L’eau florale est très fragile et ne se conserve pas longtemps. Elle doit être déposée dans des flacons de verre teinté à l’abri de la chaleur, et ce pour une période d’environ trois mois(33).

Elles ont en plus des propriétés vermifuges et anti-mycosique. Il ne faut jamais les employer seules, ni à haute dose ni sur de longues périodes (34).

I-2-10- Caractéristiques des huiles essentielles :

I-2-10-1- Caractère organoleptique :

- **Caractère sensible :**

- a)- Viscosité

- b)- Aspect : L’aspect d’une huile essentielle dépend des produits qui la constituent. Ils peuvent nous apparaître sous forme solide, liquide ou bien solide liquide.

Il est lié à la nature du produit de série ainsi qu’aux degrés de dissolution de la matière végétale.

- c)-Couleurs: Les huiles essentielles sont généralement incolores, mais on trouve quelques huiles colorées en jaunes, rouge (essence de cannelle) en bleu (huile volatiles de camomille) et en vert (huile volatil d’absinthe).

La coloration des huiles essentielles est due à la présence d’une substance particulière qui est l’azulène $C_{15}H_{18}$ de couleur, on les divise en quatre classes :

- Les huiles jaunes avec résine seulement.

- Les huiles bleues avec azulène.

- Les huiles incolores sans azulène, ni résine.

- Les huiles vertes brunes ou jaunes vertes contenant de l’azulène en proportion variables.

d)-Odeur : L'odorat est un sens chimique très sensible. De plus, d'après la nature du système olfactif, une substance, doit être volatile pour qu'elle soit extraite.

I-2-10-2-Caractère physique

- densité ou masse spécifique, d_{20} ;
- déviation polaire métrique $[\alpha]_d^t$
- indice de réfraction,
- solubilité dans l'éthanol dilué ;
- température de fusion et température de congélation (dans le cas des huiles essentielles solides ou présentant des cristaux à la température ordinaire).

I-2-10-3-Caractéristiques chimiques :

- Indice d'acide ;
- Indice d'ester ;
- Indice de saponification ;
- Indice de carboxyle

I-2-10-4-Les analyses:

a) les analyses chimiques:

Les indices d'acide, d'ester et d'hydroxyde.

Le dosage des phénols, des terpènes et des cétones.

b) les analyses avec les appareils de laboratoire :

On distingue :

- La spectrométrie et la chromatographie pour analyser plus finement les divers composants des huiles essentielles.
- La chromatographie sur couche mince, en phase liquide et en phase gazeuse pour déceler les constituants mineurs ainsi que la quasi-totalité des composants.

c) les mesures au bioélectronimètre :

Louis Claude Vincent précise : « par bioélectronique, nous entendons que tout être vivant comme tout minéral en solution est rigoureusement défini par 03 facteurs :

-Le facteur PH : mesure le nombre de H et le degré d'acidité d'une solution : les huiles essentielles de qualités présentent un pH voisin de 5 (max 5.8).

-Le facteur RH2 : (pouvoir d'oxyde réduction) mesure le pouvoir de la polarisation de la solution par une échelle de 0 à 42.

La majorité des huiles essentielles présentent un rH2 voisin de 15 (max 24) :

Elles constituent des solutions réductrices à quelques exceptions comme la menthe poivrée qui est oxydante.

$RH2 > 28$: la solution est oxydante.

$RH2 < 28$: la solution est réductrice.

$RH2 = 28$: la solution est neutre.

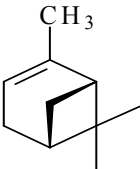
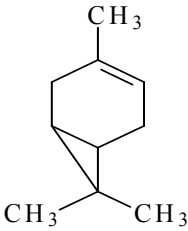
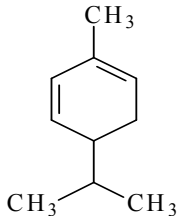
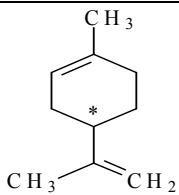
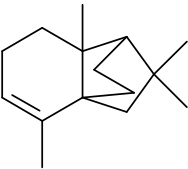
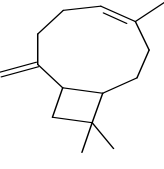
-Le facteur R : est la propriété d'une solution à s'opposer au passage d'un courant électrique en ohms (35).

I-2-11-Composants principaux de l'huile essentielle de faux poivrier

L'analyse photochimique du faux poivrier relève que la plante contient des tannins, des alcaloïdes, flavonoïdes stéroïdes, saponines stérols, terpènes et une quantité importante en huiles essentielles, dont plus de 50 constituants identifiés, y compris triterpènes, sesquiterpènes biologiquement actifs rentrent dans la composition de ces huiles, au niveau des feuilles, écorce et les fruits (22).

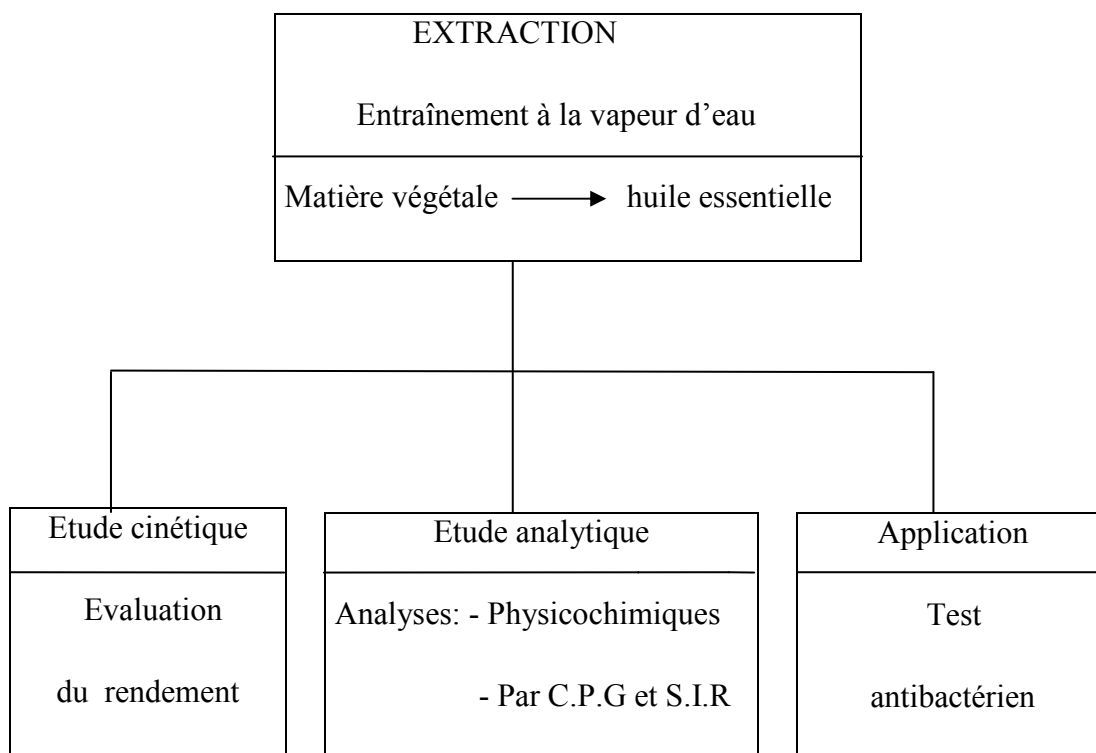
Les résultats (Tableau 01) révèlent que l'huile essentielle de faux poivrier est constitué essentiellement des compose hydrocarbonés avec 76% et de 24% des sesquiterpènes hydrocarbonés donc l'huile essentielle de faux poivrier contient seulement des molécules ayant comme groupement fonctionnel des doubles liaisons.

Tableau N° 1 : Composition chimique de l'huile essentielle de Faux poivrier

Composé (formule brute)	Formule chimique	Teneur (%)
<p>α-pinene (C₁₀H₁₆) Monoterpène bicyclique</p>		0.794
<p>δ3-Carene (C₁₀H₁₆) Monoterpène bicyclique</p>		4.615
<p>α-phellandrene (C₁₀H₁₆) Monoterpène monocyclique</p>		42.221
<p>Limonene (C₁₀H₁₆) Monoterpène monocyclique</p>		28.321
<p>β-Neoclovene (C₁₅H₂₄) Sesquiterpène tricyclique</p>		12.814
<p>(-)-caryophyllene (C₁₅H₂₄) Sesquiterpène bicyclique</p>		11.234

Chapitre II : matériel et méthode s

Pour réaliser ce travail, on a établi le plan suivant:



Figure(01) : Plan général du protocole.

II -1-Extraction des huiles essentielles

II -1-1- Introduction :

Notre étude basée est sur l'utilisation de l'extraction de l'huile essentielle à partir d'une plante miracle « faux poivrier », par entraînement à la vapeur.

- L'huile essentielle obtenue à partir de cette méthode est plus en plus riche en constituants que l'huile obtenue à partir d'une autre méthode.
- Du point du vue quantitatif, l'entraînement à la vapeur d'eau donne un meilleur rendement en huile essentielle.
- Elle est disponible à des prix bas.

Ces raisons et autres nous poussent à choisir cette méthode.

II -1-2- Liste des produits chimiques utilisés :

Tableau (02) : produits chimiques utilisés

Réactifs	Formule brute	Pureté (%)	Firme
Hydroxyde de potassium	KOH	85	PANREAC
Acide chlorhydrique	HCl	37	PANREAC
Acide sulfurique	H ₂ SO ₄	98	BIOCHEM chemopharma
Ethanol	C ₂ H ₆ O	95	BIOCHEM cheaopharma

II -1-3- Matériel végétal : « Faux poivrier »

- Récolte :

On récolte les feuilles et les baies du faux poivrier au niveau de l'université de SAAD Dahleb de Blida .

-La 1^{ère} récolte au début de mois de mars (hiver) 2013-seulement les feuilles.

-La 2^{ème} récolte durant le mois de juin (été) 2013- les feuilles et les baies.

- Séchage :

Après lavage des feuilles, on les met aux conditions de séchage à l'abri de la lumière et de l'humidité à une température ambiante en couche mince pendant quatre semaines.

- Broyage :

Après lavage et séchage des baies, on les a broyées dans un mortier avec un pilon.

- Pesage :

A l'aide d'une balance analytique, on pèse 300 g des feuilles (humide), et 300 g de baies.

II -1-4- Matériel biologique :

-Milieu de culture Muller-Hinton M.H.

-Souches bactériennes : présentées dans le tableau suivant :

Tableau (03) : Souches bactériennes

Type de micro-organisme et morphologie gram	Espèce	Pouvoir pathogène
Bacille gram (-)	Escherichia coli	Gastro-entérite Infection urinaire
Cocci gram (+)	Staphylococcus blanc	Infection alimentaire

Dans ce travail, on a testé deux types morphologiques bactériens; bactéries à gram (+) et à gram(-), qui se différencient par des enveloppes extérieures de natures différentes. Les bactéries à gram(+) sont constituées d'une paroi épaisse de peptidoglycane (muréine) associée à des quantités moindres d'autres polymères tels que des acides teichoïques et lipoteichoïques, En revanche, les bactéries à gram (-) sont caractérisées par une paroi de peptidoglycane beaucoup plus fine, celle-ci est recouverte d'une membrane externe dans laquelle peuvent s'insérer des liposaccharides et des lipoprotéines (36).

II -1-5-Méthode d'extraction des huiles essentielles par l'entraînement à la vapeur d'eau :

I-1-5-1-Principe de l'extraction :

C'est le processus le plus répandu car il correspond à la majorité des plantes : les végétaux sont déposés sur une grille à travers laquelle circule de la vapeur d'eau. Celle-ci entraîne avec elle les molécules aromatiques qu'elle enlève aux plantes. La vapeur obtenue circule dans un serpentin où elle se condense en refroidissant. L'huile essentielle étant plus légère que l'eau, reste en surface ; on obtient ainsi deux phases non miscibles que l'on peut séparer par décantation : les huiles essentielles et les eaux aromatiques (ou hydrolats) chargées des parties hydrosolubles des essences distillées.

- | | |
|----------------------|-------------------------|
| (1).Support | (6).Tube de garde |
| (2).Chauffe ballon | (7).Réfrigérant |
| (3).Eau | (8).Ballon de 100 ml |
| (4).Ballon de 500 ml | (9).matière végétale |
| (5).Tube en verre | (10).Ampoule à décanter |

.Figure (02): schéma de dispositif expérimental d'extraction par entrainement à la vapeur d'eau

II-1-5-2-Présentation du dispositif:

Le dispositif qu'on a utilisé dans l'extraction de l'huile essentielle du faux poivrier par entraînement à la vapeur d'eau consiste principalement en cinq éléments:

- Une chaudière remplie au 2 /3 eau (source de la vapeur d'eau).
- Un ballon de 1000 ml contenant la matière végétale.
- Un réfrigérant (pour condenser les vapeurs d'eau riches huile essentielle), alimenté par un système de refroidissement.
- Une ampoule à décanter pour récupérer le condensat

II-1-5-3-Protocole de l'extraction :

On introduit chaque fois 300 g de chaque échantillon de la matière végétale dans un ballon de 1000 ml, alimenté par un courant de vapeur d'eau, après avoir vérifier la bonne installation de l'appareillage et le bon fonctionnement du dispositif.

Les vapeurs d'eau saturées en composés organiques volatils sont dirigées vers un réfrigérant, où elles sont condensées sous forme de deux phases non miscibles ; une phase organique (huile essentielle) surnageant sur l'hydrolat.

On a récupéré le condensat dans une ampoule à décanter, et séparé les deux phases par une décantation directe à l'aide d'une burette (25) ml, puis on a séché l'huile essentielle par le sulfate de sodium Na_2SO_4 , et on l'a conservée dans des tubes opaques en verre déposés dans un endroit froid.

II-2-Etude cinétique :

L'étude cinétique est une étude quantitative, afin de suivre la variation du rendement en huile essentielle en fonction de la période de récolte, la partie et l'état du végétal.

Les résultats obtenus sont illustrés par des courbes du rendement en fonction du temps.

. Pour cela après chaque 10 min, on a prélevé l'huile essentielle et on a lu le volume d'huile indiqué sur la burette (25 ml).

Le rendement en huile essentielle est calculé par la formule suivante :

$$R_{H.E} = (M_{H.E} / M_{m.v}) 100.$$

Où :

$R_{H.E}$: rendement en huile essentielle (%).

$M_{H.E}$: masse de l'huile essentielle obtenue (ml).

$M_{m.v}$: masse de la matière végétale utilisée (grammes).

Tel que: $M_{m.v} = 300$ g.

II-3-Etude analytique :

L'étude analytique est une étude qualitative, elle consiste en analyses physico-chimiques, analyse par la chromatographie en phase gazeuse et par spectrophotométrie infrarouge.

II-3-1-Analyses physico- chimiques:

Les méthodes analytiques choisies sont les méthodes établies et révisées par AFNOR (1986).

a. Analyses physiques :

➤ La densité relative :

-Définition :

La densité relative à 20⁰c d'une huile essentielle est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile essentielle à 20⁰c et de la masse d'un égal volume d'eau distillée à 20⁰c.

-Principe :

A l'aide d'un pycnomètre, on pèse successivement deux volumes d'huile essentielle à la température de 20⁰c

-Expression des résultats :

La densité relative d_{4}^{20} est donnée par la formule suivante :

$$d_{4}^{20} = (M_2 - M_0) / (M_1 - M_0).$$

M_0 : est la masse en grammes du pycnomètre

M_1 : est la masse en grammes du pycnomètre d'eau

M_2 : est la masse en grammes du pycnomètre de l'huile essentielle.

➤ **Indice de réfraction :**

-Définition :

L'indice de réfraction d'une huile essentielle est rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un lumineux de longueur d'onde déterminée passant de l'air dans l'huile essentielle maintenue à une température constante.

-Mode opératoire :

L'indice de réfraction à la température de référence ($T=20^\circ\text{C}$) est mesuré à l'aide d'un réfractomètre de la manière suivante :

On a nettoyé soigneusement le prise du réfractomètre, et déposé quelque gouttes de l'huile essentielle sur le prisme de réfractomètre, puis on a tourné la vis de réglage en regardant dans la lunette, jusqu'à l'obtention de deux plages, l'une est claire et l'autre est sombre.

Et à la fin on a lu le résultat dans l'échelle.

L'indice de réfraction est mesuré au moyen d'un réfractomètre ABB2.

-Expression des résultats :

L'indice de réfraction est donné par la formule suivante

$$\eta_d^{20} = \eta + 0.0004 (T' - T).$$

Où :

η_d^{20} : indice de réfraction à la température de référence T.

η : valeur de la lecture obtenue à la température T' .

T' : température de référence.

T : température à laquelle a effectué le travail.

b. Analyses chimiques :

➤ **Indice d'acide :**

-Définition :

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres présents dans un gramme d'huile essentielle.

-Réactifs Au cours de l'analyse on utilise uniquement des réactifs, de qualité reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

Ethanol à 95% (v/v) à 200°C, rarement neutralisé par la solution d'hydroxyde de potassium, en présence de l'indicateur coloré, utilisé.

Contrôlé dans les 24h précédant la détermination.

Indicateur coloré est le Phénolphtaléine, solution 2g/l dans de l'éthanol. Ou si l'huile essentielle à analyser renferme des constituants contenant des groupes phénoliques.

- Mode opératoire :

On a introduit 0.5 g d'huile essentielle de chaque échantillon de faux poivrier dans quatre Ballons, puis on leur a ajouté 25 ml d'éthanol et 5 gouttes de solution de Phénolphtaléine comme indicateur,

A la fin on a neutralisé les solutions obtenues avec l'hydrolyse de potassium contenue dans la burette [11].

-Expression des résultats :

L'indice d'acide est donné par la formule suivante :

$$IA = 5.61 \frac{V}{m}$$

V : est le volume, en millilitres de la solution d'hydroxyde de potassium utilisée.

M : est la masse en grammes de la prise d'essai.

➤ **Indice d'ester :**

-Définition :

L'indice d'ester IE, est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires à la neutralisation des esters contenus dans 1 g d'huile essentielle.

-Principe:

Hydrolyse des esters par chauffage, dans des conditions définies, en présence d'une solution éthanoïque tirée d'acide chlorhydrique.

-Réactifs

Ethanol à 95% (V/V) à 200°C

KOH: C (KOH) = 0.5 (mol/l)

HCl: C(HCl) = 0.5 (mol/l)

Phénolphtaléine

-Détermination:

Dans quatre ballons, on a introduit 0.5 g de chaque échantillon des huiles essentielles de faux de poivrier, puis on les a ajoutés à l'aide d'une burette 25 ml de la solution KOH et des fragments de pierre ponce ou de porcelaine. On adapte un tube en verre ou un réfrigérant et on place le ballon sur le bain d'eau bouillante et on laisse pendant une durée précise dans la monographie de l'huile essentielle à analyser. On laisse refroidir, on démonte le tube et on ajoute 20 ml d'eau puis 5 gouttes de la solution de Phénolphtaléine ou la solution de rouge de phénol. On titre l'excès d'hydroxyde de potassium avec la solution d'acide chlorhydrique [11].

$$IE = (28.05/M) (V_0 - V_1) - IA$$

Où V_0 : le volume en millilitres de la solution d'acide chlorhydrique, utilisée pour l'essai à blanc.

V_1 : le volume en millilitres de la solution acide chlorhydrique, utilisé pour la détermination.

M : la masse, en grammes de la prise d'essai (en général $2g \pm 0.05g$).

IA : la valeur de l'indice d'acide déterminée selon NFT 75-103.

II-3-2-Analyse par chromatographie en phase gazeuse (CPG) :

- **Définition :**

C'est une méthode analytique très pratique. La séparation des quantités de l'ordre de milligramme seulement, parfois de micro gramme. En outre, la technique permet la séparation des mélanges très complexes et l'analyse qualitative des résultats est aisée.

C'est une technique dont les développements sont remarquables. La mise au point progressive de détecteurs variés (détecteur à capteur d'électrons) à photométrie de flammes, de colonnes plus performante de température et d'intégrateurs, ont permis d'élargir considérablement les domaines d'application.

Bien que la méthode soit applicable à l'analyse d'un grand nombre de substances organiques, aussi bien gazeuses que liquides (ou parfois solides), les composés thermolabiles, peu volatils (masse moléculaire à supérieur à 300) ou ionisés ne peuvent être généralement analysés directement par chromatographie en phase gazeuse.

- **Principe de la technique et appareillage :**

En chromatographie en phase gazeuse, la phase mobile est un gaz appelé gaz porteur, généralement de l'azote ou de l'hélium et parfois de l'hydrogène.

Ce fluide traverse une colonne renfermant des granulés poreux imprégnés d'un liquide très peu volatil qui constitue la phase stationnaire il s'agit, dans ce cas, d'une chromatographie gaz-liquide.

Lorsque l'échantillon à analyser est injecté dans la colonne, il est vaporisé, puis ses constituants sont entraînés à des vitesses inégales par le gaz.

La séparation dépend des interactions sélectives entre les solutés et la phase liquide stationnaire.

Les huiles essentielles renferment de nombreux constituants qui existent dans des proportions variées. Elles sont différenciées par leur volatilité et leur polarité. Pour cette raison, il faut bien choisir les conditions opératoires.

Chapitre II : matériel et méthode

Les conditions opératoires des analyses par chromatographie en phase gazeuse (CPG) de ce travail sont récapitulés dans le Tableau (04)

Tableau (04) : Conditions opératoires des analyses par chromatographie en phase gazeuse(CPG)

Colonne: - Type: - Longueur: - Diamètre intérieur: - Epaisseur du film:	-apolaire ; S.E -30. -25 m. -0.25 mm. -0.25 μ l.
programmation: -Volume injecté: -Temperature de l' injecteur: -Température du détecteur: -Température du four: -Vitesse de chauffage:	-0.3 μ .l. -200°C. -250°C. -80°C. -9°/min jusqu' a 280°C.
Gaz vecteur:	N ₂

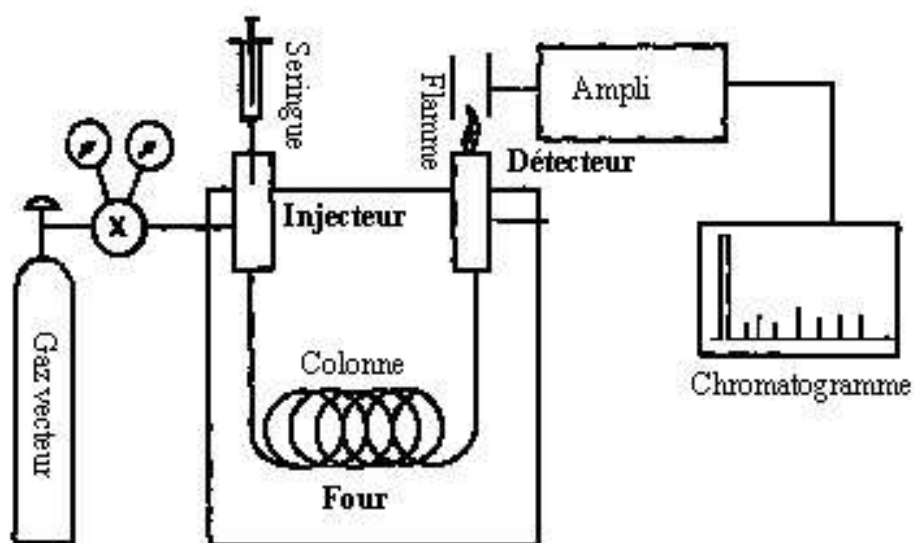


Figure (03) : Schéma simplifié du chromatographe en phase gazeuse

II-3-3- La spectrophotométrie infrarouge :

L'identification et la caractérisation des produits préparés sont effectuées à l'aide des différentes méthodes d'analyses telles que la spectrophotométrie infrarouge.

Les spectres infrarouges sont la représentation de la variation d'absorption d'énergie en fonction de la longueur d'onde due aux interactions des radiations électromagnétiques avec des vibrations naturelles de molécules polyatomiques. Il est possible de savoir la longueur de la chaîne d'atomes de carbone. Cette méthode d'identification des tensioactifs est une des plus utilisées (37).

II -4-Etude de l'activité antimicrobienne de l'huile essentielle du faux poivrier

L'appréciation et l'évaluation du pouvoir antibactérien consiste à estimer l'inhibition de la croissance des micro-organismes (bactéries), en présence de:

- L'huile essentielle des feuilles de faux poivrier.
- L'huile essentielle des baies de faux poivrier.
- Mélange de l'huile essentielle de faux poivrier et l'origan,

par la méthode de diffusion en milieu solide sur souches microbiennes.

Le but de cette méthode qualitative est de déterminer la concentration active (CMI) d'une huile essentielle, elle permet de tester l'existence de l'activité antibactérienne, qui se traduit par la formation d'une zone d'inhibition autour de la substance à caractère antibactérien.

Le principe consiste à ensemencer en surface un milieu solide par inondation de la souche à tester, puis déposer des disques de papier buvard immergés dans des huiles essentielles à une certaine concentration.

Plus la zone d'inhibition est grande, plus la sensibilité de la souche bactérienne vis-à-vis de l'huile essentielle est grande.

II -4-1- Sensibilité des microorganismes aux huiles essentielles :

Lorsqu'on ensemence un milieu de culture contenant l'huile essentielle, avec

-Les microorganismes sont résistants à l'action de l'huile essentielle, c'est-à-dire qu'il y a une prolifération des microbes.

-Les microorganismes sont sensibles à l'action de l'huile essentielle, c'est-à-dire pas de multiplication ou prolifération de ces microbes.

L'étude de la sensibilité d'un germe revient donc à déterminer la concentration minimale capable d'inhiber son développement.

II -4-2-Présentation des souches microbiennes :

Les souches microbiennes utilisées dans notre expérience ont été fournies par le laboratoire d'analyse (Ain-Defla). Ces souches ont été isolées à partir de colonies identifiées par le laboratoire.

a) préparation des couches du milieu:

On a fait fondre le milieu gélose MH (Muller-Hinton) dans un bain marie, puis, on a versé aseptiquement une couche de 5ml dans chaque boîte de pétrie. En fin, on l'a laissé refroidir sur les paillasses.

b) dilution :

On a préparé une solution mère contenant 9 ml de tween 80 d'eau distillée, et 1 ml d'huile essentielle, puis on l'a agitée fortement.

A partir de cette dernière, on a prélevé 1 ml qu'on a ajouté à 9 ml d'eau distillée et ainsi de suite pour les sept tubes restants.

c) Préparation de l'inoculum :

A partir d'une culture pure, on a touché le sommet d'une colonie bactérienne isolée à l'aide d'une anse stérile, puis on l'a déchargé dans 05ml d'eau physiologique stérile avec bonne homogénéisation de la suspension bactérienne.

d)- Ensemencement :

A l'aide d'un écouvillon, on a ensemencé en série 1 ml, de la suspension de bactéries dans des boîtes de pétrie contenant le milieu de culture ordinaire Muler Hinton, sans oublier de tourner les boîtes trois fois avec un angle de 60°.

e) Application des disques :

On a bien immergé les disques absorbants stériles (environ 6 mm de diamètre (Ø)) dans une quantité importante d'huile essentielle (10%,1%,0.1%, 0.01%,...), puis on a les déposés à l'aide d'une pince stérile sur une gélose inoculée avec les souches bactériennes, pendant la durée d'incubation dans l'étuve (réglée à 37°C pendant 18 à 24 heures). La diffusion de cette huile essentielle dans la gélose permet d'inhiber l'existence des germes autour du disque.

Après la période d'incubation, on a remarqué l'apparition des zones claires autour des disques appelée « zone d'inhibition », alors on a mesuré le diamètre de chaque zones d'inhibition.

f)-Détermination de la concentration minimale inhibitrice (teste quantitatif) (CMI) :

La CMI est définie comme étant la plus faible concentration de la substance antiseptique Inhibant toute multiplication des germes après le temps d'incubation nécessaire, 24 heures pour les bactéries.

Chapitre III: Résultats et discussions

III-1- caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle du faux poivrier:

Les caractéristiques organoleptiques de notre huile essentielle du faux poivrier sont représentées dans le tableau (05) ainsi que les résultats obtenus par les laboratoires Hévéa(2008).

Vu la non disponibilité d'informations concernant les huiles essentielles du faux poivrier dans la norme AFNOR, on n'a pas pu comparer nos résultats.

Tableau (05) : Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle du faux poivrier

Caractéristiques	Aspect	Couleur	Odeur
Notre étude (2013)	Liquide	Jaune clair à transparent	Caractéristique épicée, proche de celle du poivre
Laboratoires Hévéa (2008)	Liquide	Jaune	Chaude boisée de l'élémi rappelant Fortement le poivre

Les résultats obtenus par notre étude sont identiques à ceux obtenus par les laboratoires Hévéa (2008).

Une légère différence dans la couleur de l'huile essentielle qui est due aux compositions chimiques de celle-ci.

III-2- Etude cinétique:

Après avoir suivi le déroulement de l'extraction de l'huile essentielle à partir des feuilles fraîches, les feuilles sèches récoltées en hiver, les feuilles fraîches et les baies récoltées en été, on a récapitulé les résultats dans le tableau (06) suivant:

Chapitre III : Résultats et discussions

Tableau (06) : Rendement de l'huile essentielle des feuilles fraîches, sèches récoltées en hiver, et des feuilles fraîches, des baies récoltées en été :

T (min)	00	30	40	50	60	70	80	90	100	110
R _{H.E} (%) F.S.H	0.00	1.35	1.65	1.85	1.95	2.03	2.03	2.03	2.03	2.03
R _{H.E} (%) F.F.H	0.00	1.00	1.30	1.40	1.45	1.48	1.50	1.50	1.50	1.50
R _{H.E} (%) F.F.E	0.00	1.50	2.00	2.40	2.75	2.90	3.00	3.00	3.00	3.00
R _{H.E} (%) H.E.B	0.00	1.63	2.25	3.00	3.70	4.25	4.75	4.95	5.00	5.00

❖ -Interprétation des résultats :

Le tableau suivant récapitule les résultats précédents :

Tableau (07) : rendement maximum en huile essentielle du faux poivrier :

Matière végétale	Temps (min)	Le rendement maximum en huile (ml)
F.S.H	70	2.03
F.F.H	80	1.50
F.F.E	80	3.00
Baies	100	5.00

Pour faciliter la comparaison des rendements maximaux, on a présenté ces résultats dans l'histogramme, figure (04)

Les résultats consignés sur cette figure (04) montrent que les baies du faux poivrier fournissent une quantité plus importante en huile essentielle (5,00 %) dans une durée de 100 min, que les feuilles (entre 1,5 % et 3%) dans une durée qui varie entre 70min et 80 min.

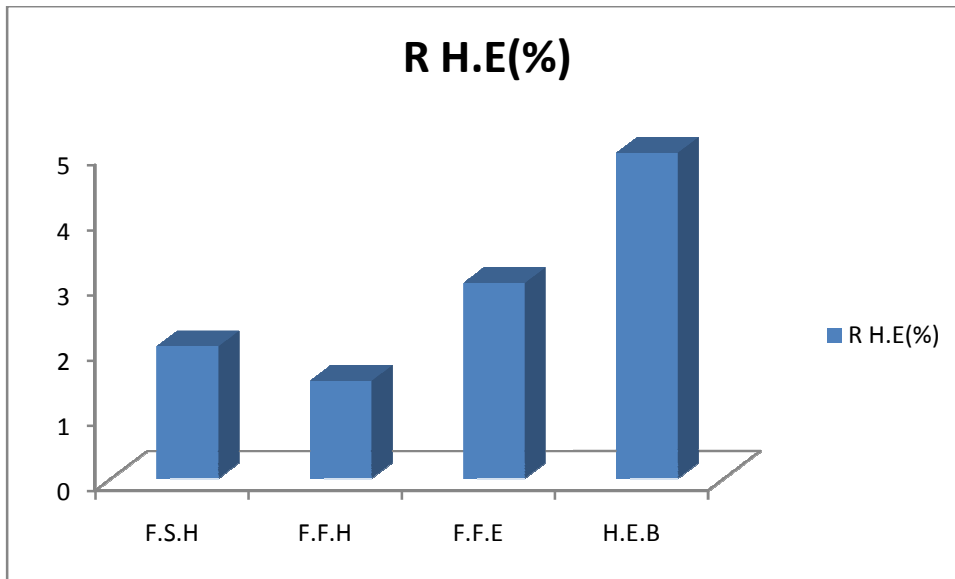


Figure (04) : Rendements maximaux des quatre échantillons du faux poivrier

Pour mieux visualiser ces rendements au cours du temps, on a les représentés graphiquement : les fonctions: $R_H = F(t)$, des quatre échantillons du faux poivrier. C'est-à-dire, l'étude de variation de rendement en fonction du temps à fin de réaliser une meilleur comparaison.

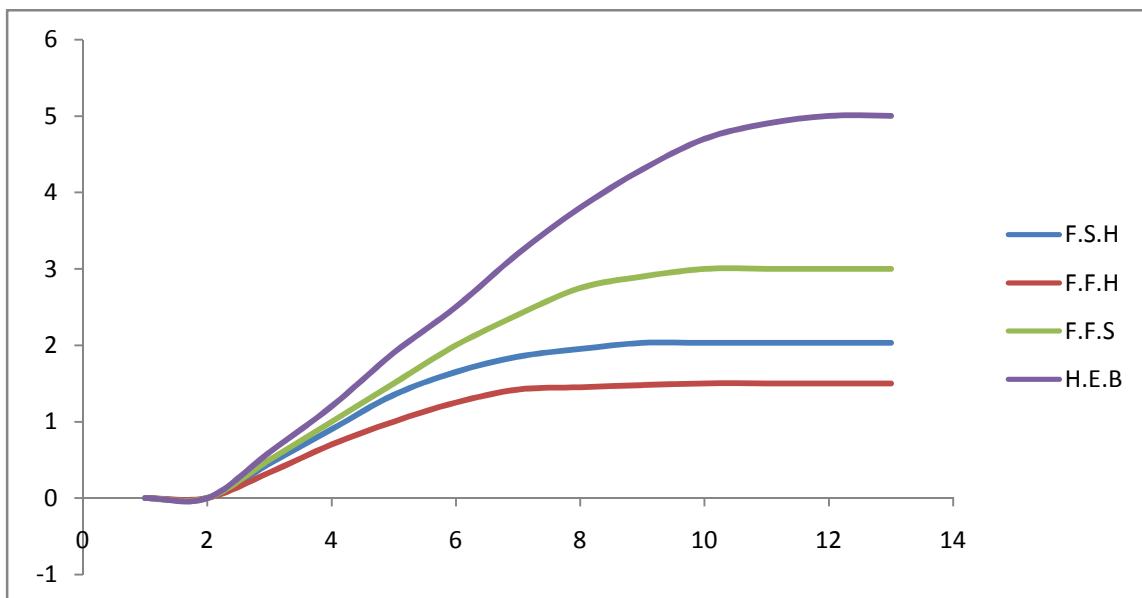


Figure (05) : Comparaison du rendement en huiles essentielles.

A partir de la figure (05), on remarque que les quatre présentations graphiques consistent en deux parties; une courbe avec une allure croissante de $T=0$ min jusqu'à T maximal de l'extraction, où elle tend vers un palier, qui indique la fin de l'extraction.

A fin d'avoir une bonne interprétation, on a divisé cette étude en trois parties :

a)- Comparaison du rendement en huiles essentielles en fonction de l'état de la matière végétale

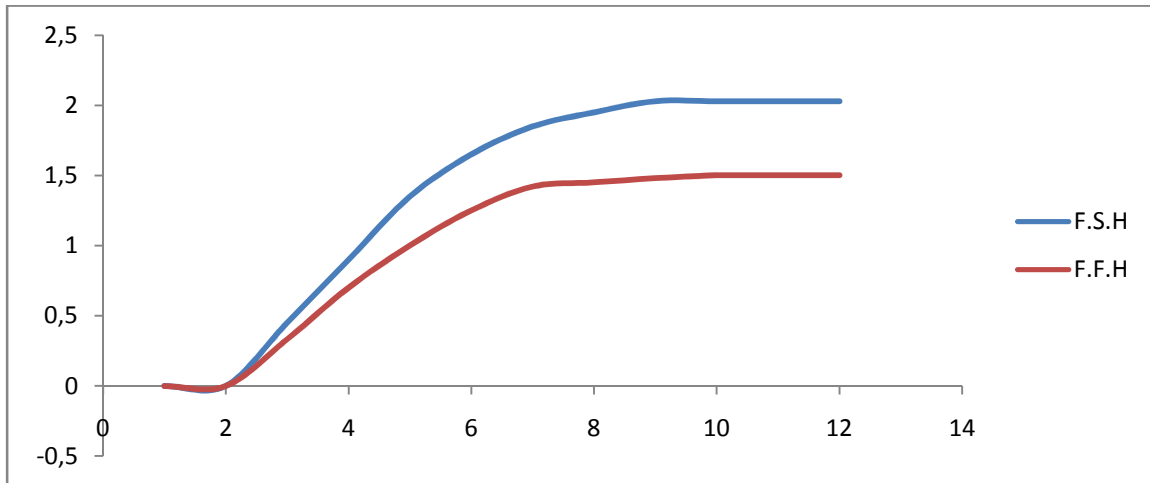


Figure (06) : Comparaison du rendement en huiles essentielles en fonction de l'état de la matière végétale.

On remarque que la vitesse d'extraction de l'huile essentielle (la pente de la courbe croissante à $T=30$ min) correspondante a des feuilles sèches est plus grande que celle des feuilles fraîches récolées à la même période (hiver), de même le rendement en huile essentielle de l'extraction à l'état frais (1.5 %)est moins important que celui à l'état sec (2.03%), du fait qu'il est plus riche en eau, puisque la présence d'une quantité d'eau au sein de ces cellule provoque une résistance à la pénétration de la vapeur d'eau.

b)-Comparaison des rendements en fonction de la période de récolte :

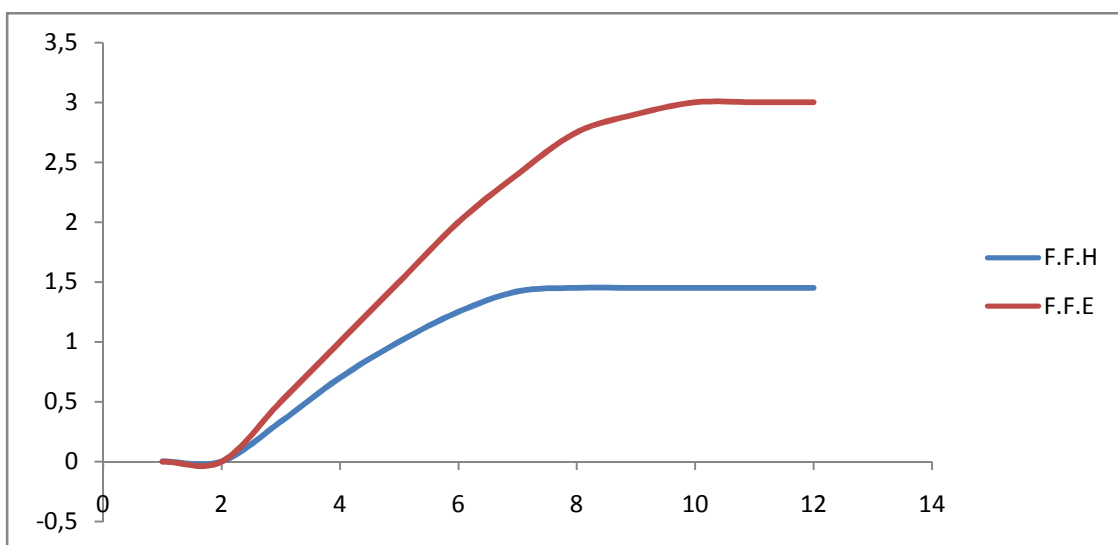


Figure (07) : Comparaison du rendement en huiles essentielles en fonction de la période de récolte.

D'après la figure (07), on a remarqué que la vitesse d'extraction de l'huile essentielle à partir des feuilles récoltées en été est plus grande avec un rendement en huile essentielle important (3%) que celle récoltées en hiver (2.03%); car l'exposition des feuilles aux rayons intenses du soleil en été augmente l'évapotranspiration, donc, une faible résistance au passage des vapeurs d'eau à l'intérieur pendant l'extraction.

En plus, l'été c'est la période favorable pour la multiplication et la dissémination des insectes et des champignons, qui menacent la vie de l'arbre ; ce dernier produit une quantité massive de l'huile essentielle, pour se protéger.

c)- Comparaison du rendement en huiles essentielles en fonction de la Partie végétale

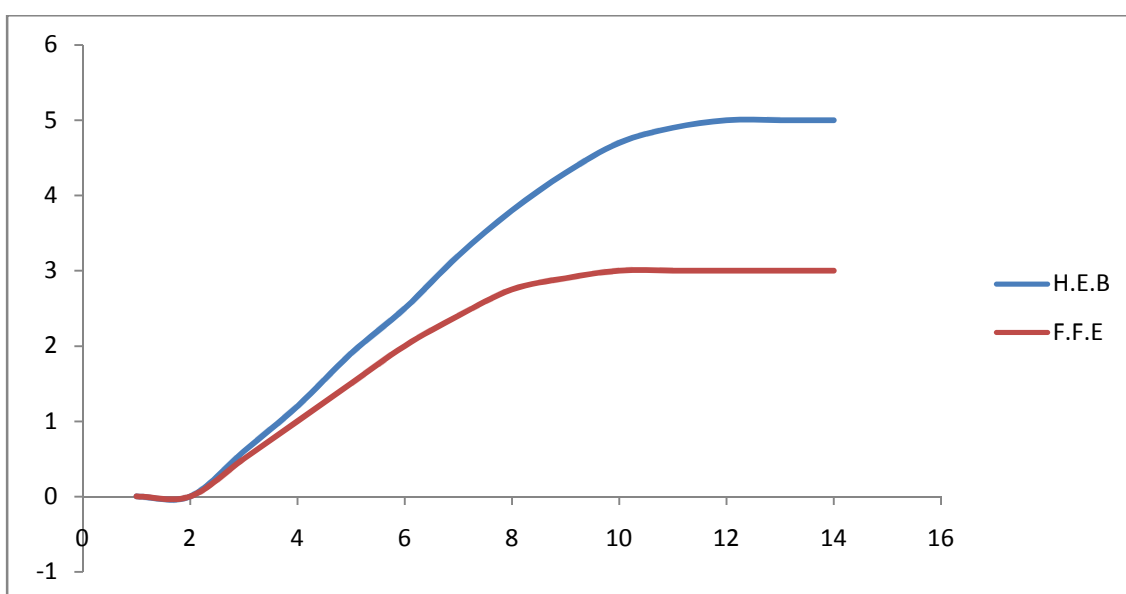


Figure (08) : Comparaison du rendement en huiles essentielles en fonction de la Partie végétale.

D'après la figure (08), on remarque que l'extraction de l'huile essentielle à partir des baies donne un grand rendement en huile essentielle, (5%) dans une durée optimale (grande vitesse), ce qui explique par la concentration de l'huile essentielle dans les baies, qui sont des grains charnus, dont la pulpe est épaisse, et ont une forme sphérique, avec mésocarpe, tous font un obstacle à volatilité de l'huile essentielle, même après la récolte, (pour cette raison, on écrasé les baies avant de les utiliser).

Contrairement, aux feuilles, qui ont une forme plane, donc une grande surface exposée au soleil, sans protection.

III-3 - Etude analytique :

Chaque huile essentielle est caractérisée par ses constantes physico-chimiques, dans un but d'étude comparative pour éprouver sa conformité aux normes internationales établies par les organisations de normalisation telle que : l'association française de normalisation AFNOR.

Les constantes physico-chimiques, une fois déterminées servent d'indices de qualité et permettent de donner une idée sur la composition des huiles essentielles.

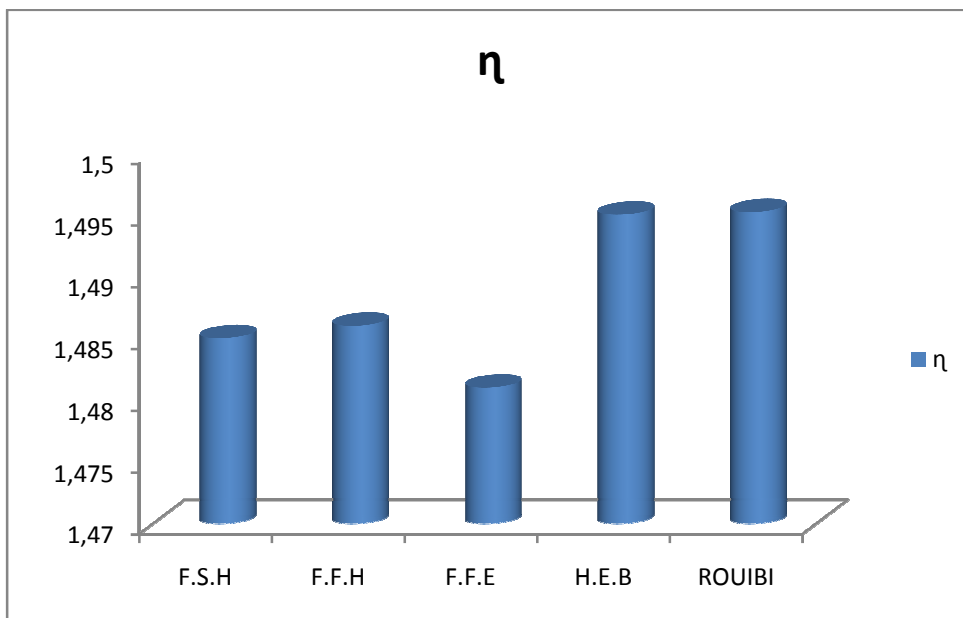
Les résultats de notre analyse sont portés dans le tableau (08).

Tableau (08) : Indices physico-chimiques des quatre échantillons de l'huile essentielle de faux poivrier:

Indices	F.S.H	F.F.H	F.F.E	H.E.B	Rouibi et al (2010)	AFNOR (2010)
n_D^{20}	1.485	1.486	1.481	1.495	1.4952	1.458-1.456
I.A	0.262	0.241	0.140	0.122	0.135	—
I.E	43.981	45.120	49.050	53.000	46.910	—
d_4^{20}	0.889	0.890	0.889	0.915	0.89	0.905-0.925

Pour bien interpréter ces résultats, on les a présentés dans des histogrammes.

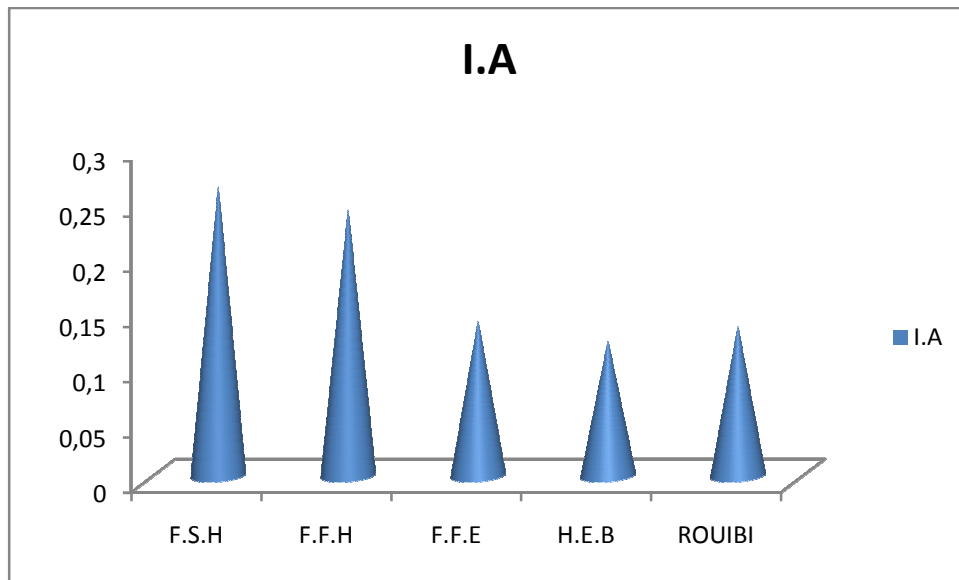
➤ **Indice de réfraction:**



Figure(9): Indice de réfraction des quatre échantillons

De la figure (09), on remarque, que les quatre indices de réfraction sont un peu élevés que celui de l'eau (le repère), surtout, concernant les baies, où l'indice de réfraction est supérieur (1,495).

➤ **Indice d'acide:**



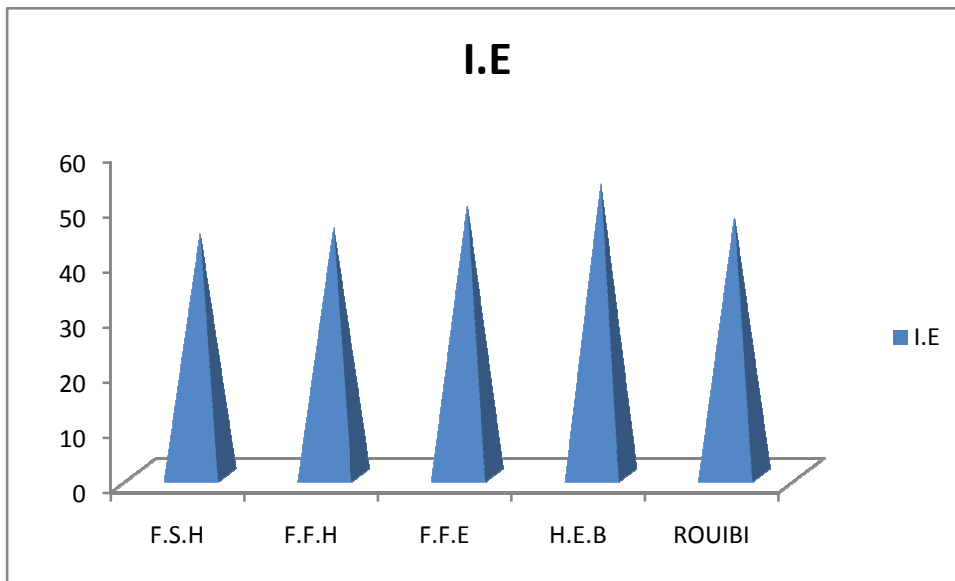
Figure(10): Indice d'acide des quatre échantillons

A partir de la figure (10), on remarque que les huiles essentielles des quatre échantillons sont caractérisées par des indices très faibles, c'est-à-dire qu'une faible quantité d'acide est libérée, d'où une bonne conservation des produits. En même temps, on remarque que l'indice d'acide de l'huile essentielle extraite à partir des feuilles est le plus faible (0.122).

➤ **Indice d'ester :**

D'après, la figure (11), on remarque que l'indice d'ester de chaque échantillon est très élevé, ce qui explique l'intensité de son odeur.

Dans ce cas, on a divisé la comparaison en trois parties:



Figure(11): Indice d'ester des quatre échantillons.

-Comparaison selon l'état de la matière végétale :

Lors du séchage, il y a une grande perte de l'eau, ce qui favorise l'estérification, engendrant une augmentation de l'indice d'ester. Pour cette raison, on a trouvé que l'indice d'ester des feuilles sèches (45.120) est plus grand que celui des feuilles fraîches (43.981).

-Comparaison selon la période de récolte:

On a remarqué que l'indice d'ester des huiles extraites à partir des feuilles récoltées en hiver est plus grand que celui des feuilles récoltées en été (49.050).

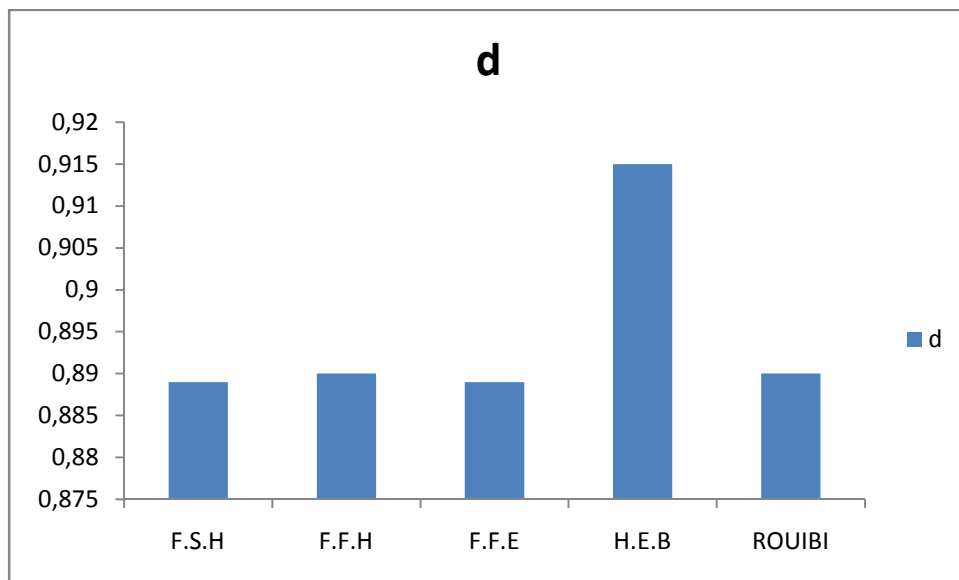
Cette variation en valeur, est due à une longue exposition des feuilles à la lumière solaire, provoquant une photosynthèse (assimilation chlorophyllienne) intense, suivie par une évapotranspiration, en conséquence une accélération des réactions d'estérification.

En plus, en été l'huile essentielle doit être plus concentrée que celle en hiver pour protéger l'arbre en entier.

➤ **Selon la partie végétale:**

L'indice d'ester de l'huile essentielle extraite à partir des baies (53.000) est supérieur à celle des feuilles (49.050), avec un grand écart, dû à la concentration de l'huile essentielle dans les baies, dont la structure externe (l'écorce) est très rigides, afin de bien conserver leurs composés organiques - en particulier les esters - à l'intérieur de façon à empêcher leur volatilité, crée par l'exposition au soleil, car les baies sont une forme de conservation

➤ **Densité relative:**



Figure(12): Densité relative des quatre échantillons

D'après cette figure(12), on constate que, la densité relative de l'huile essentielle n'influe pas ni par l'état de la matière, ni par la période de récolte, de façon que les trois premier échantillons (les feuilles) ont presque la même densité relative (0.889 - 0.890). Contrairement à la partie végétale, où il y a une augmentation en densité (0.915), due a sa structure.

Chapitre III : Résultats et discussions

III-4- Analyse par chromatographie en phase gazeuse (CPG) :

D'après les chromatogrammes obtenus de quatre échantillons de l'huile essentielle du faux poivrier, on a récapitulé les résultats d'analyse dans le tableau (09).

Tableau (09) : récapitulation des résultats obtenus par la chromatographie.

T_R (min)	F.S.H	F.F.H	F.F.E	H.E.B
1.1				+
1.3				+
1.4	+	+	+	
1.5	+	+	+	
1.6				
2.0				
2.3	+	+	+	+
2.5				+
2.6		+	+	+
2.8	+	+	+	+
3.0	+		+	+
3.2	+	+	+	
3.6	+	+	+	
5.5	+	+	+	
6.2	+		+	+
6.7	+	+	+	+
6.9	+	+	+	
7.5	+	+	+	+
7.8	+		+	+
8.1				+
8.2				+
8.3	+	+	+	+
8.8	+	+	+	+
9.4			+	+
9.7	+	+	+	+
9.9	+	+	+	+
10.4				+
11.8				+
Total	17	16	19	22

-Interprétation des résultats :

D'après le tableau (8), on remarque que la majorité des constituants sont communs dans les quatre différentes de l'huiles essentielles, ces constituants donnent les caractéristiques principales, sans oublier, les différents constituants de matière végétale à une autre. Ces résultats confirment la richesse de l'huile essentielle des baies.

Chapitre III : Résultats et discussions

Plusieurs études ont été effectuées sur le faux poivrier, pour déterminer leur composés organiques, afin d'étudier leur activité bactéricide et insecticide

L'analyse phytochimique du faux poivrier relève que la plante contient des tannins, des alcaloïdes, flavonoïdes stéroïdes, saponines stérols, terpènes et une quantité importante en huile essentielles, dont plus de 50 constituants identifiés, y compris tritérpènes, sesquiterpènes biologiquement actifs rentrant dans la composition de ces huiles, au niveau des feuilles, écorce et les fruits.

Tableau N° 10: Composition chimique de l'huile essentielle des baies de Faux poivrier

Composé (formule brute)	Composition (%)
α -phellandrène	60 à 30
Limonène	7 à 30
Myrcène	2 à 40
α -pinène	1 à 20
B-phellandrène	5 à 10
P-cymène	2 à 15

Tableau N° 11 : Composition chimique de l'huile essentielle des feuilles de faux poivrier

Composé (formule brute)	Composition (%)
α -phellandrène	24 à 32
Limonène	21 à 62
B-Myrcène	17 à 76
α -pinène	4 à 13

III-9-Analyse de spectrométrie infra rouge

Les spectres IR des 4 échantillons sont identiques, la comparaison avec la base de donnée du logiciel indique la ressemblance de l'huile essentielle du faux poivrier (feuilles et baies) avec celles du jujubier qui est très répandue dans les compositions de l'huile essentielles , la première bande située entre 3081 cm^{-1} et 2870 cm^{-1} est spécifique aux vibrations des groupes méthyne C-H, méthylènes CH₂, et méthyles CH₃, et des groupes alcènes -C=C- .

Il faut ajouter la présence de deux groupements carboxyles, le premier à 1738 cm^{-1} relatif à la fonction ester et le 2^{ème} à 1710 cm^{-1} spécifique à pour la fonction cétone.

III-5-Activité antimicrobienne (l'aromatogramme) :

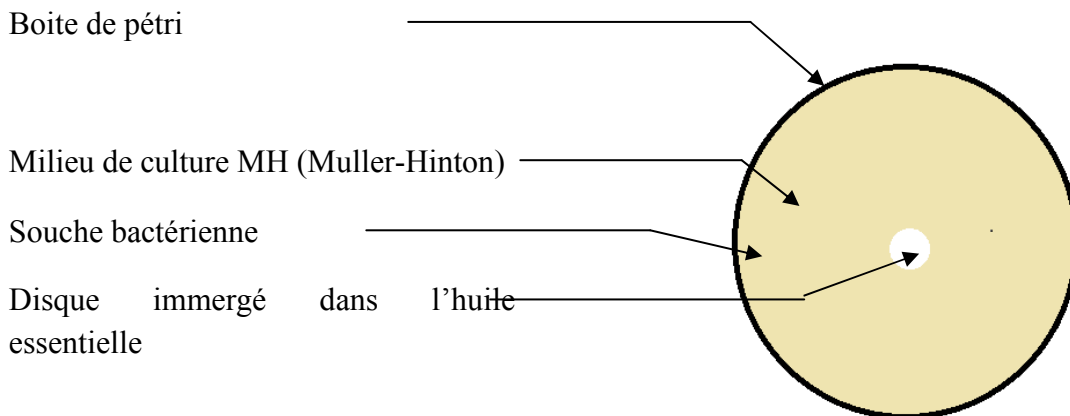
Dans cette étude, on utilise les deux espèces bactériennes suivantes :

III-5-1- Résultat et interprétation

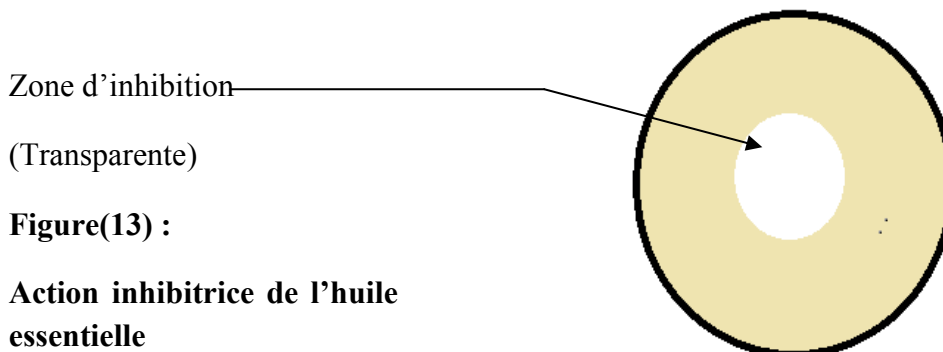
Nous avons exposé 3 espèces différentes de bactéries, à notre huile essentielle de schinus molle par la méthode de diffusion en milieu solide, afin d'étudier son pouvoir antimicrobien et antifongique. **(Figure 13)**

Une échelle de mesure de l'activité bactérienne des huiles essentielles rapportée par ELA et COLL, (2005) et SETHI, (2005). Classe ainsi les diamètres \emptyset des zones d'inhibition microbiennes comme suit :

- fortement inhibitrice : $\emptyset > 28$ mm de la zone d'inhibition.
- moyennement inhibitrice : $28\text{mm} > \emptyset > 16\text{mm}$ de la zone d'inhibition.
- faiblement inhibitrice : $16\text{mm} > \emptyset > 10\text{mm}$ de la zone d'inhibition.
- non inhibitrice : $\emptyset < 10\text{mm}$ de la zone d'inhibition.



Après 24 heures



Chapitre III : Résultats et discussions

Les résultats du travail son résumés dans le tableau (12) :

Tableaux (12) : résultats des applications antibactériennes de l'huile de faux poivrier

1-Huile essentielle du faux poivrier :

a-Staphylococcus blanc :

- Feuilles:

Concentration	10^{-1}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}
Φ (mm)	29	17	13	8
Inhibition	Forte	Moyenne	Faible	Faible

- Baies :

Concentration	10^{-1}	10^{-2}	10^{-3}
Φ (mm)	18	15	9
Inhibition	Nulle	Faible	Nulle

b- Escherichia coli :

- feuilles :

Concentration	10^{-1}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}	10^{-5}
Φ (mm)	35	27	22	13	10
Inhibition	Forte	Moyenne	Moyenne	Faible	Nulle

- baies :

Concentration	10^{-1}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}
Φ (mm)	26	17	13	8
Inhibition	Moyenne	Moyenne	Faible	Faible

2- Huile essentielle du faux poivrier (les baies) + huile essentielle de l'origan :

a-staphylococcus blanc :

Concentration	10^{-1}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}	10^{-5}	10^{-6}	10^{-7}
Φ (mm)	60	55	42	30	25	13	9
Inhibition	Très forte	Très forte	Très forte	forte	moyenne	Faible	nulle

b-Escherichia coli :

Concentration	10^{-1}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}	10^{-5}	10^{-6}
Φ (mm)	48	45	37	27	11	6
Inhibition	Forte	forte	Forte	moyenne	faible	Faible

Chapitre III : Résultats et discussions

A partir de ces résultats, on peut déterminer la concentration minimale inhibitrice

Tableau (13) : concentration minimale inhibitrice (C.M.I)

a-staphylococcus blanc

Huile essentielle	C.M.I (%)
Baie	10^{-3}
Feuille	10^{-4}
Baie + origan	10^{-7}

b-Escherichia coli :

Huile essentielle	C.M.I (%)
Baie	10^{-4}
Feuille	10^{-5}
Baie + origan	10^{-5}

On conclut, que l'huile essentielle extraite à partir des feuilles de faux poivrier est plus efficace, que celle extraite à partir des baies car elle a une basse concentration inhibitrice. Le mélange de l'huile essentielle du faux poivrier avec l'huile essentielle d'origan a diminué la concentration minimale inhibitrice des baies de 10^{-7} , et donne une meilleure action bactéricide.

I-Introduction :

Depuis longtemps, l'homme a cherché dans les végétaux sa nourriture, ses remèdes, et ses parfums. Les extraits de plantes étaient déjà connus et utilisés par les Babyloniens, les Égyptiens, les Perses, et les Grecs ; pour leurs propriétés aromatiques et médicinales. L'étude des plantes permet de comprendre l'unité du monde vivant et de découvrir les matériaux, les aliments et les médicaments utiles dans la vie quotidienne.

Les processus biologiques au sein des cellules végétatives durant la vie de la plante sont modifiés au cours du cycle végétatif, ces modifications ont une répercussion directe sur la composition de l'huile essentielle extraite.

La connaissance de l'influence des paramètres intrinsèques (la nature du végétale, la période de récolte et le stockage de la matière végétale) sur la quantité et la qualité de l'huile essentielle a un grand intérêt dans le domaine de l'industrie chimique (alimentaire, cosmétique, pharmaceutique).

L'objectif de ce travail repose sur l'extraction de l'huile essentielle d'une plante antiseptique et antibactérienne très répandue dans notre région, nommée : « le faux poivrier », par entraînement à la vapeur d'eau.

Pour contribuer à la réponse aux différents soucis, on a réalisé une comparaison quantitative et qualitative entre les huiles essentielles de quatre échantillons végétaux différents :

- feuilles sèches récoltées en hiver.
- feuilles fraîches récoltées en hiver.
- feuilles fraîches récoltées en été.
- baies vertes récoltées en été.

La présentation de ce projet se subdivise en trois grands chapitres :

- Une bibliographie descriptive de la plante utilisée « le faux poivrier », et les huiles essentielles.
- Une partie expérimentale chimique comportant trois parties :

-Extraction de l'huile essentielle de quatre échantillons de faux poivrier.

-Étude cinétique : une comparaison quantitative, par la détermination de la variation de rendement en huile essentielle en fonction de la période de récolte, la matière végétale et son état.

-Étude analytique : une comparaison qualitative, par la détermination des indices physico-chimiques, suivie par une chromatographie en phase gazeuse, et une spectrométrie Infrarouge.

- Une partie expérimentale biologique : qui met en œuvre l'évaluation de l'activité antibactérienne pour valoriser notre travail.

En fin une conclusion générale.

Bibliographiques

- 1) BULLARD RENARD, ESTEM ,2001.Plante médicinales du monde
- 2) F:\poivre rose-wikiphyto : htm
- 3) BABA AISSA .F ,2000. Encyclopédie des plantes utilisées (flore d Algérie et du Maghreb) Librairie moderne. Rouïba. Alger.
- 4) Anonyme 2003
- 5) DIKSHIT(1986) : Schinus molle, a new source of natural fungitoxicant . Journal of applied microbiology.vol 51. N°5 Dkshit .A. pp .85.88.
- 6) Copyrigh © 2000-2013 www.labo-hevea.com.
- 7) [1] Rodríguez, C., Silva, G., Djair, V., 2003. Bases para el manejo racional de insecticidas: Insecticidas de origen vegetal. Facultad de Agronomía, Universidad de Concepción, y Fundación para la Innovación Agraria, Concepción, Chile. Regnault-Roger, C., Staff, V., Philogène, B., Terrón, P., Vincent, C., 2004. Biopesticidas de origen vegetal. Ediciones Mundi-Prensa, Madrid
- 8) Jean Bruneton J 1993 pharmacognosie photochimie plantes médicinales 2^{iem} édition ED la voisier pp 406-435
- 9) AFNOR : Association française de normalisation huiles essentielles Jome 2 monographies relatives aux huiles essentielles 6^{iem} édition
- 10) Jean Bruneton (1987). Elément de photochimie et pharmacognosie, Ed.Technique et documentation. Lavoisier.
- 11) Jean Bruneton (1995). pharmacognosie. Ouvrage. Ed. Technique et documentation. Lavoisier.
- 12) Seguin E, Ghestem A, Paris M,Ovecchiami, 2001. Le préparateur en pharmacie « botanique, pharmacognosie, phytothérapie-homéopathie ». technologie et documentation.
- 13) Jean Bruneton (1999).Pharmacognosie photochimie, plantes médicinales technique et documentation.
- 14) Georges sens – olive «Les huiles essentielle –généralités et définition »dans traité de phytothérapie et d'aromathérapie éd maloine(1997).

- 15) Code de la santé publique article d 42-11-13
- 16) <http://blog.composition-naturelle.com/huiles-essentielles.html>
- 17) <http://Fr.encyclopédia.yahoo.com> article 50/50-1376-po.htm
- 18) Salle Jean –lue 1991 les huiles essentielles synthèse d’aromathérapie et introduction à la sympathicothérapie Edition frison –roche 18, rue Dauphiné 75006paris page 9-45.
- 19) Binet P. et. Brunel J.-P ; Physiologie végétale Tome II. Edition. ; Doin.
- 20) M,e, lucchhesie, extraction sans solvant assistée par micro-ondes : sans solvant assistée par micro-ondes : conception et application à l’extraction des huiles essentielles thèse de doctorat de l’ université de la Réunion 142 p 2005.
- 21) Bachir Benjilali, professeur : Département des sciences alimentaires et nutritionnelles, institut agronomique et vétérinaire (I.A.V.) hassn II Rabat, MAROC. « Extraction des plantes aromatiques et médicinales cas particulier de l’entraînement à la vapeur d’eau et ses équipements. (b. Benjilali @ iav. Ac. Ma).
- 22) Guenter E 1982-the mode of recovery of the essential oil from time cells of plant materials during steam distillation –Int.cong of ess.oils ,N°7.242p
- 23) Balkeway J ;balerno.1987 pour la science institut des renseignements scientifiques et techniques –paris
- 24) Zlotozynski A.1995 microwaves assisted végétal matériel anal chem 25.
- 25) [http://www.fragonard.com/extraction par solvant volatils.CFM](http://www.fragonard.com/extraction-par-solvant-volatils.CFM) .
- 26) Catherine, R.R; Bernard JR. P; Charles, V; 2003.Bio pesticides d’origine végétale. Edition : Technique et Documentation. P32-34.
- 27) Padrini F lucheroni MT1996 le grand livre des huiles essentielles E D de vecchi.
- 28) M Brada extraction des huiles essentielles et menthe « mentha pulegium & mentha rotundifolia » étude cinétique et analytique de ces huiles et leurs concrètes département de chimie industrielle université Saad Dahlab Blida thèse de doctorat 2007 (p 30-78-79-89-176-177)
- 29) .M
- 30) Jean Bruneton (2008).Pharmacognosie, photochimie, plantes médicinales, plante médicinales. Lavoisier Technique & Documentation, 3^{ème} édition., Paris, page 1120.
- 31) Macheix, J-J., Fleuriet, A. and Jay-Allemand, C. (2005) Les composés phénoliques végétaux, un exemple de métabolites secondaire d’importance économique. Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne page 192.
- 32) Dominique Bandoux pharmacien et aromatalogue critères de qualité des huiles essentielles

- 33) Les huiles essentielles l'aromathérapie Danielle huard en collaboration avec isabelle huard
- 34) http://biogassendi.infrance.com/biogassendi/huile_essentielle.htm
- 35) Jean Noël Jaubert, les arômes alimentaires.
- 36) Henri. L. (1995) Morphologie-structure. In Mycologie générale, la bactérie et le monde bactérien, Paris.
- 37) Parenteau M. Application de l'absorptiométrie U.V multi-longueurs d'onde au dosage des détergents anioniques dans les eaux naturelles et résiduares – l'UNIVERSITE du Québec A TROIS-RIVIERS 1997 p24