

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ de BLIDA 1

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER EN GENIE DES PROCEDES

Spécialité : Matériaux et Produits Organiques Industriels

Intitulé du mémoire

Extraction, Elaboration de pommades *anti-hémorroïdes* à base d'huiles essentielles de pin d'Alep et de cyprès

Présenté par :

M^{eur} KASMI M'hamed

Encadré par :

M^{eur} BOUTOUMI Hocine

Année universitaire 2017/2018

DEDICACES

- ✚ A mes très chers parents
- ✚ A mes frères
- ✚ A mes sœurs
- ✚ Ainsi qu'a toute ma famille

REMERCIEMENTS

J'exprime mon profond gratitude a mon promoteur Monsieur BOUTOUMI Hocine pour avoir accepter de suivre ce travail.

Notre profonde gratitude a mon ami Brahim et aux techniciens du labo qui ont contribué a la finalisation de cette thèse.

TABLES DES MATIERES

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale

Page

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I

LES HUILES ESSENTIELLES

I.1.Historique.....	01
I.2. Définition.....	01
I.3. Localisation.....	02
I.4.Propriétés physiques.....	02
I.5.Facteurs de variabilité des huiles essentielles.....	02
I.6.Composition chimique.....	04
I.6.1.Terpènes.....	04
I.6.2.Dérivés du phényle propane.....	04
I.7.Normalisation.....	04
I.8.Importance dans le marché mondial.....	06

CHAPITRE II

LES PROCÉDES D'EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES

II.1.La distillation.....	07
II.1.1.hydrodistillation.....	07
II.1.2.Entrainement à la vapeur d'eau.....	07
II.1.3.Hydrodiffusion.....	08
II.2-Expression a froid.....	08
II.3-Macération.....	08

II.4.Extraction par micro-ondes.....	08
II.5.Extraction par le dioxyde de carbone.....	08
II.6.Observation sur les différents procédés d'extraction.....	09

CHAPITRE III

EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS ET PAR DISTILLATION

III.1.Procédés d'extraction par solvants volatils.....	11
III.1.1.Principe d'extraction par solvant volatils.....	11
III.1.2.Etat idéal de transfert de matière.....	11
III.1.3.Le solvant d'extraction.....	11
III.1.3.1.Propriétés du solvant idéal d'extraction.....	11
III.1.3.2.Choix du solvant.....	12
III.1.3.2.1.Pouvoir de solubilisation.....	12
III.1.3.3.2.Pouvoir extractant.....	14
III.2.Des différents types d'extraction.....	14
III.3.Extracteurs discontinus.....	14
III.2.2.Les extracteurs semi-continus.....	14
III.2.3.Les extracteurs continus.....	15
III.3.Les produits extraits.....	15
III.4.Transformation des concrètes absolues.....	15
III.5.Isolement des fractions odorantes par distillation.....	15
III.5.1.Distillation simple ou directe.....	15
III.5.2.Distillation avec la vapeur d'un produit organique.....	15

EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS ET PAR DISTILLATION

CHAPITRE IV

LES HUILES ESSENTIELLES DU PIN D'ALEP ET DU CYPRES

IV.1.Historique du Cyprès.....	18
IV.2.1.Origine du Cyprès.....	18
IV.2.2.La botanique et écologie de la plante du cyprès.....	18
IV.2.2.1.Etymologie	18
IV.2.2.2 Systématique du Cyprès.....	18

IV.2.3.Le Cyprès du Tassili.....	19
IV.3.L'huile essentielle du Cyprès.....	20
IV.3.1.Caractéristiques organoleptiques.....	20
IV.3.2.Composition chimique.....	20
IV.4.Etude botanique et écologique du Pin d'Alep.....	25
IV.4.1.Systematique du Pin d'Alep.....	25
IV.4.2. caractéristiques botaniques.....	25
IV.4.3.Aires géographiques.et distribution en Algérie.....	25
IV.4.4.Les caractéristiques écologiques.....	26
IV.4.4.1.L'altitude.....	26

MATERIELS ET METHODES

CHAPITRE V

V.2.Produits utilisés.....	30	26
V.2.1.Instrument d'analyses.....	30	
V.2.2.Refractomètre.....	30	
V.2.3.Chromatographie en phase gazeuse couplée a la spectrométrie de masse (CG/MS)	31	
V.2.4.Spectrophotométrie infrarouge.....	33	
V.2.5.Rhéomètre.....	33	
V.2.3.Méthode.....	34	
V.2.2.procédé d'extraction.....	34	
V.3.2.Calcul de rendement.....	34	
V.3.3.Determination de la densité.....	35	
V.3.4.Méthode de préparation des pommades.....	36	
V.2.6.1.Résultats et discussions.....	38	
V.2.6.1.Interprétation de l'IRTF.....	38	
V.2.6.Analyse rhéologique des pommades.....	46	
V.2.6.1.Résultats de la viscosité.....	46	
CONCLUSSION GENERALE.....	50	

BIBLIOGRAPHIE

ANNEXES

LISTE DES FIGURES

Figure I.1.a .Poche secretrice schizolysigene de la feuille de la rue	03
Figure 1.1.b : Localisation de l'huile essentielle dans la plante.....	03
Figure I.1.c .Composition chimique des huiles essentielles.....	05
Figure II.1 .Fonction de l'extraction de dioxyde de carbone.....	09
Figure V.1 .Image d'un refractometre.....	27
Figure V.2 .Image d'un rhéomètre.....	34
Figure V.3 .Variation des viscosités (η) des pommades en fonction de taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$).....	35
Figure V.4 .Variation des modules de stockage G' et des modules de pertes G'' des pommades en fonction de la fréquence (γ).....	47
Figure V.5.Montage de l'extraction par entrainement a la vapeur	48

LISTE DES TABLEAUX

Tableau III.1. Pouvoir dissolvant.....	13
Tableau VI.1. Composition de l'huile essentielle du cyprès	43
Tableau VI.2. Composition de l'huile essentielle du Pin d'Alep	44

INTRODUCTION GENERALE

Il existe différentes techniques d'exploitation des plantes aromatiques : l'expression à froid, l'enfleurage, l'extraction par gaz liquéfié, par fluide à l'état supercritique, par solvants organiques volatil et enfin la distillation à la vapeur d'eau

De tous ces procédés, ces deux derniers sont les plus employés à l'échelle industrielle. Les principales raisons de cette préférence sont liées à la facilité de mise en oeuvre de ces procédés, leur sélectivité et donc la qualité des produits obtenus.

Le sujet de notre travail porte sur l'extraction l'utilisation des huiles essentielles du Cyprès et du pin d'Alep qui fait partie de la gamme des plantes médicinales et aromatiques les plus répandues en Algérie dans une pommade antihémorroïde.

Rappelant que les hémorroïdes proviennent d'une dilatation anormale des veines au niveau de l'anus et du rectum. Ce sont des affections bénignes mais souvent douloureuses et gênantes, raison pour laquelle nous avons choisis les huiles essentielles du pin d'Alep et du Cyprès qui ont surtout une action décongestionnantes : action décongestionnante lymphatique pour le pin et, une action décongestionnante lymphatique et veineuse puissante pour le cypres.ces propriétés avec d'autres propriétés qui les détiennent nous ont aspirés à choisir ces deux huiles pour la fabrication de notre pommade

Après un rappel général sur la théorie des huiles essentielles, nous présentons les différents procédés d'extraction des huiles essentielles.

Tous ces procédés, nous avons travaillé sur le procédé d'extraction à la vapeur d'eau .Parmi Les huiles obtenus sont analysés par chromatographie.

Dans la partie matériels et méthodes, nous avons procéder a l'analyse des composés qui constituent la pommade; après identification par rhéologie, nous avons remarqué que la pommade la plus visqueuse est celle du pin au repos, c'est le cas des bonnes pommades a l'étalement.

Enfin le choix des huiles essentielles dépends de la maladie et l'examination du patient avant la prescription.

Les résultats expérimentaux sont enfin synthétisés, interprétés et donnant lieu à Une conclusion générale et des recommandations future

CHAPITRE I

LES HUILES ESSENTIELLES

LES HUILES ESSENTIELLES

LES HUILES ESSENTIELLES

I.1-Historique

L'histoire et les parfums sont souvent associés, ces derniers étant utilisés depuis la plus haute antiquité lors des cérémonies religieuses et dans le traitement des maladies du fait que de nombreuses substances aromatiques possédant des propriétés bactériostatiques et antiseptiques.

En outre, le coût élevé des résines aromatiques, des épices et des parfums les ont souvent fait utiliser comme monnaie d'échange ou comme cadeaux lors des rencontres entre souverains. Au début de la renaissance, vers 1500, des manuscrits vénitiens mentionnent les huiles distillées (et non plus les eaux) de sauge et de Romarin.

C'est vers cette époque où la distillation était devenu un moyen d'extraction de "l'essentiel" à partir du brut et du " non essentiel ", que le grand médecin suisse Paracelse (1493-1541) émit sa théorie de la "Quinta essentia (quintessence). Pour Paracelse, cette quintessence est la partie réellement efficace de chaque drogue et doit être le but de la pharmacie [1].

Au 19 siècle a commencé l'étude chimique des composants de ces huiles, cette étude a permis de découvrir un certain nombre d'hydrocarbures isomère, de formule C₁₀ H₁₆ et qui furent appelés "terpènes"

I.2 Définition

D'après l'international standard d'organisation (I.S.O) et l'association Française de normalisation (A.F.N.O.R), ce terme désigne les produits généralement odorants obtenus soit par entraînement à la vapeur d'eau des végétaux ou de parties de végétaux. Soit par expression du péricarpe frais de certains citrus. Cette définition est couramment admise aussi bien par les milieux professionnels, par les autres que par les pharmacopées [2].

Les huiles essentielles sont des produits le plus souvent liquides en générale de composition complexe et qui existent en petites quantités dans certains végétaux [3]. La qualité d'huile essentielle dépend de différents facteurs tels que la partie de la plante utilisée, la variété et son lieu d'origine, la méthode d'extraction et son processus de rectification [4].

I.3 Localisation

Les appareils sécréteurs peuvent être constitués de cellules isolées ou groupées d'origine épidermique ou parenchymateuse de poils épidermique de canaux ou de poches.

Les poches et les canaux ont une cavité centrale remplie d'un produit de la sécrétion. Cette cavité est parfois limitée par une bordure de cellules qui peuvent jouer un rôle dans la sécrétion. Selon le produit forme et libère dans l'espace intercellulaire (correspond à la lumière du canal ou la poche avec ou sans destruction de la membrane des cellules. On dit que le canal ou la poche ont une origine lysigène [5].

Notons que les principes actifs sont souvent localisés sur ou à proximité de la surface de la plante, on distingue ainsi:

- Les cellules à huiles essentielles des lauracées ou des zingberacées.
- Les poils sécréteurs des labiacées.
- Les poches sécrétrices des myrtacées ou rutacées.
- Les canaux sécréteurs des apiacées ou des astéracées [5].

I.4 Propriétés physiques

Les huiles essentielles ont des propriétés physiques très connues à savoir

- Excellent pouvoir de diffusivité et de pénétration
- A température ambiante, elles sont généralement liquides.
- Leur volatilité les distingue des "huiles fixes".
- Elles sont incolores à jaune pale mais il existe toutefois des exceptions.
- Elles ont généralement une densité inférieure à l'unité.
- Elles sont douées d'un pouvoir rotatoire justifié par la présence des molécules asymétriques.
- Indice de refraction généralement élevé
- Peu soluble dans l'eau et soluble dans les alcools, dans les huiles (Lipides) et dans les solvants organiques usuels [6].

I.5 Facteurs de variabilité des huiles essentielles

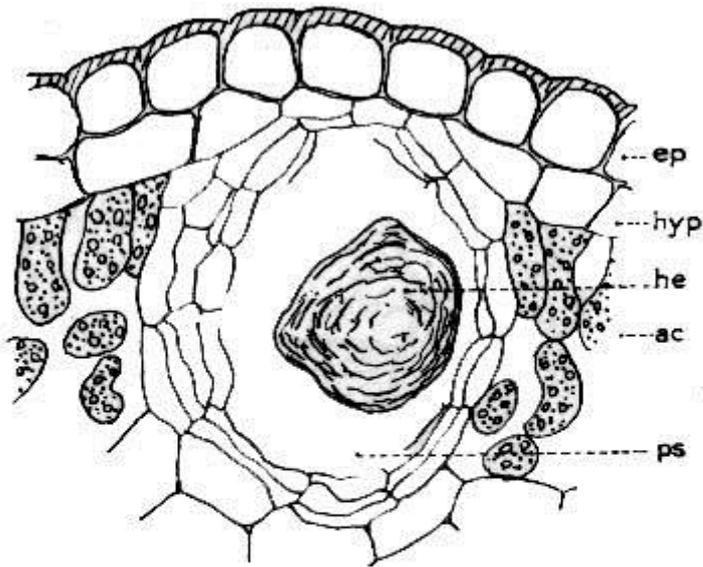
Une huile essentielle est très fluctuante dans sa composition sur laquelle intervient un grand nombre de paramètres et qui sont :

* La température

* La lumière

* Le vent

* Le sol



Poche sécrétrice schizolysigène de la feuille de Rue

ep : épiderme ; *hyp* : hypoderme ;
he : huile essentielle ;
ac : cellules chlorophylliennes.

Fig I.1.a

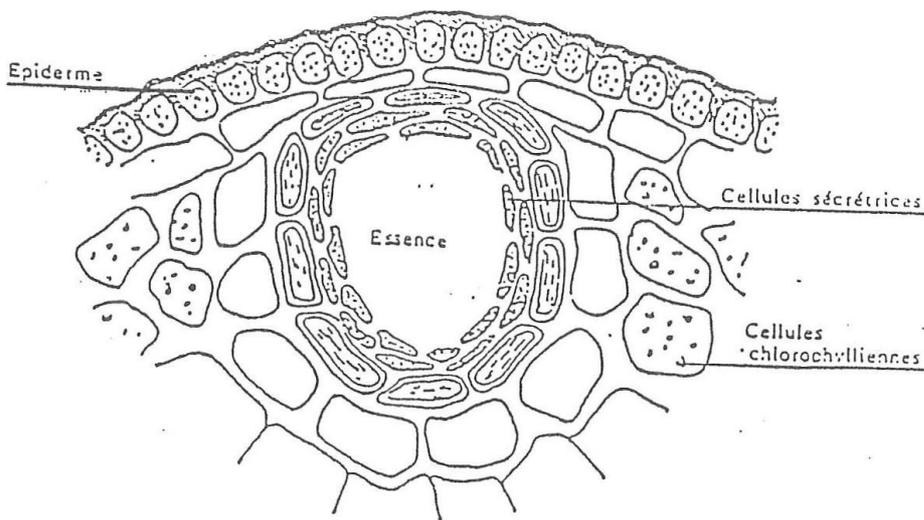


Fig (I.1.b) : Localisation de l'huile essentielle dans la plante

I.6 Composition chimique

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes d'alcool, d'aldéhyde, de cétone, d'ester et l'actone aliphatique ou aromatique et surtout terpénique.

I.6.1 Les terpènes

Les terpènes sont très répandus dans la nature surtout dans les plantes comme constituant des huiles essentielles.

Leurs squelettes carbonés sont divisibles en unités isopréniques ($C_{15}H_{24}$)

La nomenclature utilisée a pour base une unité terpénique en C_{10}

$C_{10}H_{16}$: monoterpène

$C_{15}H_{24}$: sesquiterpène

$C_{20}H_{32}$: diterpène

$C_{30}H_{48}$: triterpène

$(C_5H_8)_n$: polyterpène

Tous les terpènes peuvent être théoriquement décomposés en unité isoprénique (Wallach, Ruzicka 1921) c'est l'absolue.

I.6.2 Dérivée du phenyl - propane

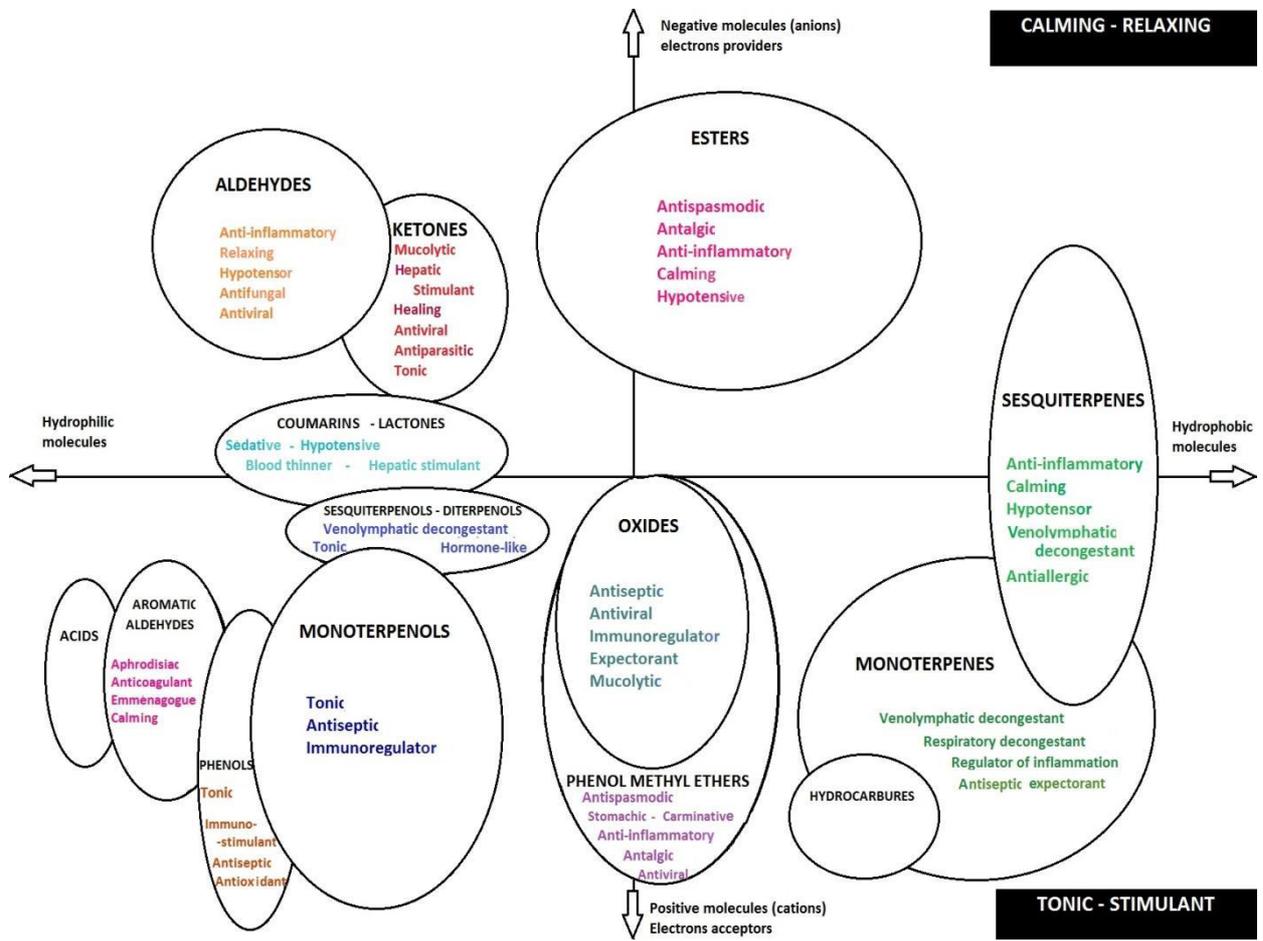
Les dérivées du phenyl - propane ($C_6.C_3$) ont une formation qui suit une voie biosynthétique dite l'acide shikimique conduisant essentiellement à la synthèse de la lignine.

I.7. Normalisation

Les services de contrôle réalisent couramment un très grand nombre de dosages chimiques visant à vérifier la conformité de l'essence naturelle par rapport à des normes définies par la réglementation ou les usagers. Afin d'assurer des qualités hygiéniques ou nutritionnelles.

Ces normes sont classées comme suit.

- * Les propriétés organoleptiques : couleur, aspect et odeur
- * Les caractéristiques physiques telles que : la densité, le pouvoir rotatoire et l'indice de réfraction.
- * L'analyse chromatographique et la quantification relative des différents constituants



Shéma de la composition chimique des huiles essentielles (FigI.1-c)

I. 8 Importance dans le marché mondial

Les huiles essentielles du Cyprès et du pin d'Alep sont d'une importance économique considérable, leur domaine d'application est très varié.

Elles sont utilisées dans l'industrie pharmaceutique, alimentaire et cosmétique.

En plus les résidus de distillation des huiles essentielles du pin d'Alep sont utilisés pour la préparation des biocombustibles et des engrais.

Economiquement, Quelques espèces du Cyprès sont appréciées pour leur [bois](#) qui peut être très durable. Le bois de cyprès est utilisé pour la facture de [clavecins](#) de tradition italienne.

CHAPITRE II

LES PROCÉDES D'EXTRACTION DES HUILES

ESSENTIELLES

ESSENTIELLES

LES PROCÉDES D'EXTRACTION DES HUILES

CHAPITRE II

INTRODUCTION :

L'huile essentielle extraite du végétal est constituée d'un très grand nombre de substance appartenant à des classes chimiques très différentes, présente le plus souvent à l'état de traces. Généralement, ces substances sont retenues dans une matrice végétale dont la complexité et le pouvoir de rétention rendent leurs extractions quantitative et qualitative difficile. L'extraction sera l'étape clef dans la résolution de ce problème, elle doit faire l'objet d'un soin particulier [7].

Six techniques d'extraction des principes actifs des végétaux sont à ce jour connu, toutefois les normes liées à leur utilisation industrielle limitent en général le choix du procédé.

II.1 La distillation

C'est le premier moyen d'extraction des essences naturelles à partir des fleurs et des plantes. Trois procédés sont mis en jeu.

II.1.1 L'Hydrodistillation

Elle consiste à immerger directement la matière végétale dans un alambic rempli d'eau qui est ensuite portée à ébullition. Les vapeurs hétérogènes sont condensées sur une surface froide et l'huile est séparée par différence de densité [5]

On peut travailler dans des conditions de pression atmosphérique, pression réduite ou bien en surpression.

II.1.2 Entraînement à la vapeur d'eau

Son principe est basé sur le fait que la plupart des composés volatiles sont entraînés par la vapeur d'eau [7].

La plante ou la matière végétale est soumise à l'action d'un courant de vapeur. Les principes volatils, peu solubles dans l'eau, sont entraînés et après condensation, séparés du distillat par décantation [8]. On peut opérer à pression atmosphérique ou à pression réduite pour diminuer l'effet thermique sur le substrat [9]. Ce procédé permet de traiter les matières végétales sensibles qui pourraient souffrir d'une ébullition prolongée [10]

II.1.3 Hydrodiffusion ou distillation à la vapeur directe

Cette technique qui s'est développée ces dernières années consiste à pulvériser vapeur d'eau du haut en bas à travers le végétal disposé dans un autoclave parallélépipédique. C'est le mode d'extraction le plus utilisé actuellement car il évite le contact prolongé du végétal avec l'eau en ébullition conduisant à la formation de divers artefacts [10].

II. 2. Expression à froid

Ce procédé consiste à sacrifier mécaniquement les péricarpes ou simplement à écraser les fruits entiers. Les huiles essentielles sont entraînées par un courant d'eau puis séparées par centrifugation du fait de leur faible densité.

II.3. Macération "Procédé utilisant les huiles et les graisses".

La macération est un enfleurage s'effectuant à chaud, ce qui a pour effet d'augmenter le pouvoir absorbant des graisses et de réduire la durée d'extraction .

L'extraction s'effectue par immersion des fleurs fraîchement cueillies dans un bac de graisse chaude jusqu'à saturation de cette dernière puis cette graisse subit le même traitement que pour l'enfleurage.

Ce procédé est utilisé pour l'obtention des parfums de rose, de violette, de mimosa, avant l'arrivée du procédé d'extraction au moyen de solvants.

II. 4.Extraction par micro-ondes

La technique d'extraction est basée sur l'entraînement à la vapeur dans lequel, l'énergie thermique est apportée par les micro-ondes.

II. 5. Extraction par le dioxyde de carbone (fluide supercritique)

Cette technique consiste en l'utilisation des solvants organiques à bas point d'ébullition, comme le dioxyde de carbone (CO₂).

L'utilisation de cette technique du CO₂ est due à plusieurs raisons:

- Bonne solubilité de la majorité des constituants d'une matière végétale ou d'un produit semi-fini tel que la concrète résinoïde ou même essence.
- Facilité de récupération des constituants de l'huile essentielle par évaporation, produits obtenus sans trace de solvant.

Le CO₂ n'est ni toxique, ni inflammable

-Il n'a pas d'odeur.

Il est bon marché et disponible avec une grande pureté.

Le CO₂ pur liquide ou supercritique, selon le cas, est introduit dans un extracteur préalablement rempli de matière végétale ou de produit semi-fini et où régnent les conditions opératoires optimales de pression et de température.

Après absorption des différents constituants, la solution de CO₂ saturée en extrait subit alors une détente où la pression et la température sont réduites avant d'être envoyée dans le séparateur, afin de condenser les produits et éliminer CO₂ qui, après purification et recompression sera recyclé.

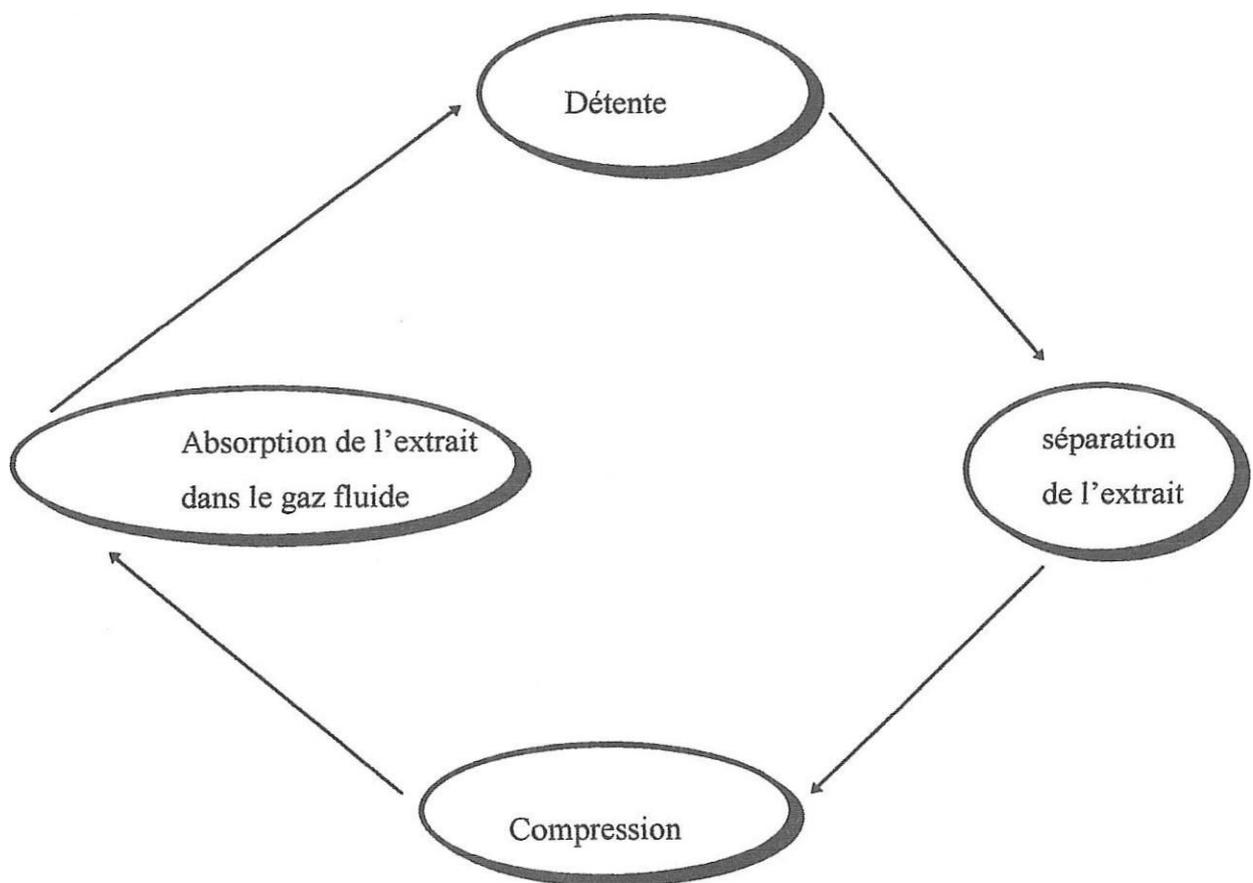


Figure (II.1) : Schéma de fonction de l'extraction au dioxyde de carbone

II. 6. Observations sur les différents procédés d'extraction

Le choix de la méthode d'extraction dépend de :

- La distribution au sein du solide
- La proportion des matières à extraire
- La nature du solide lui même (texture).

CHAPITRE III

EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS

EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS

EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS

PROCEDES D'OBTENTION	AVANTAGES	INCONVENIENTS
Hydrodistillation	<ul style="list-style-type: none"> -Rendement en huile essentielle très élevé. -Essence de bonne qualité, très concentrée. -Contact direct entre matière végétale-eau 	<ul style="list-style-type: none"> -Altération de certaine substance odorante à la température d'ébullition de l'eau. -Perte d'une partie d'essence par évaporation, dissolution, oxydation. -Procédé violent.
Entrainement à la vapeur d'eau	<ul style="list-style-type: none"> -Réduire l'altération des constituants de l'huile essentielle. - Economie d'énergie et de temps d'extraction. -Efficacité d'extraction 	<ul style="list-style-type: none"> -Agglutination de la charge végétale sous l'effet de la vapeur d'eau. -Mauvaise qualité de l'huile. -Réaction secondaire : hydrolyse et formation d'artefacts.
Expression à froid	<ul style="list-style-type: none"> - Essence de très bonne qualité, non trop altérable. 	<ul style="list-style-type: none"> -procédé non généralisé. -Rendement très faible en essence.
Effleurage	<ul style="list-style-type: none"> - Obtention d'absolues ou concentrés de pommade qui garde toute la finesse et l'odeur de la fleur épuisée. 	<ul style="list-style-type: none"> -Coût très élevé. -diffusion lente et processus délicat.
Digestion	<ul style="list-style-type: none"> -Rapidité -L'extrait naturel est préféré par les parfumeurs. 	<ul style="list-style-type: none"> - Toutes les fleurs ne peuvent être traitées par ce procédé, ça peut diminuer le rendement en huile essentielle
Micro-onde	<ul style="list-style-type: none"> -Rapidité -Réduction considérable du temps d'extraction. -Amélioration du rendement. -L'optimisation des conditions de l'extraction. 	<ul style="list-style-type: none"> -détérioration des constituants odorants par les micro-ondes qui possèdent une grande énergie de pénétration.
Dioxyde de carbone Fluide supercritique	<ul style="list-style-type: none"> - Opérer à température basse d'où éviter la dégradation. -Non agressif vis à vis des substances fragiles. 	<ul style="list-style-type: none"> -Exige une technologie sophistiquée. -Matériel et personnel considérable
solvants organiques volatils	<ul style="list-style-type: none"> -Universalité. -Procédé doux, non violent. -Principes actifs olfactivement proche du végétal lui-même. 	<ul style="list-style-type: none"> -Danger sur l'homme et l'environnement en cas de manque de prévention. -Impossibilité de contrôler les paramètres de pression et de température.

III.1.1 PROCÉDE D'EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS

Ce procédé consiste à mettre la matière végétale en contact avec un solvant pour que les molécules odorantes passent par diffusion à travers les parois cellulaires du milieu végétal dans le soluté. Cette diffusion est réciproque, le solvant pénètre à l'intérieur de la cellule végétale et les molécules odorantes en sortent.

III.1.1.1 PRINCIPE D'EXTRACTION PAR SOLVANT VOLATIL

L'extraction solide-liquide est une opération de transfert ou d'échange de matière entre une phase solide, la matière à extraire, et une phase liquide qui est le solvant d'extraction.

III.1.1.2 ETAT IDEAL DE TRANSFERT DE MATIERE

On considère que l'extraction solide-liquide est idéale ou parfaite lorsque l'opération est effectuée dans les conditions d'équilibre définie comme suit.

Solide immergé dans une quantité assez grande de solvant et pendant une durée suffisante pour que le soluté soit complètement dissout dans le solvant.

Pas d'absorption préférentielle du solvant ou du soluté par le solide. * Concentration homogène de la solution.

* Séparation mécanique solide-solution complète (en particulier pas de soluté retenu par le solide).

III.1.1.3. LE SOLVANT D'EXTRACTION

Le choix du solvant d'extraction est un paramètre important, car si l'extraction par solvants volatils est une méthode de plus en plus utilisée de nos jours il n'en demeure pas moins que le choix du solvant approprié est souvent délicat et pose des problèmes vue les critères auxquels il doit répondre.

III.1.1.3.1. PROPRIETES DU SOLVANT IDEAL D'EXTRACTION

* Une température d'ébullition faible (50 - 80°C) avec un interval de distillation étroit afin de faciliter l'élimination du solvant dans l'huile essentielle.

* Un pouvoir solvatant suffisant.

* Une bonne sélectivité : Solubiliser les molécules odorantes beaucoup plus que les produits indésirables tels que : les cires et les pigments.

* Un point de fusion au dessous de 0°C pour éviter les cristallisations dangereuses.

* Une faible viscosité pour faciliter les transferts.

- * La non solubilité et la non miscibilité dans l'eau.
- * Chaleur spécifique et chaleur de vaporisation faibles, permettant d'effectuer une récupération économique.
- * Conserver à l'huile essentielle sa qualité d'origine.
- * Etre conforme aux normes de sécurité et de solubilité, (inflammable, inexplusif et peu toxique).
- * Etre inerte sans nécessiter l'addition de stabilisants.
- * Etre compatible vis à vis des matériaux métalliques et plastiques.
- * Etre de grande pureté et avoir un bas prix.

III.1.3.2.CHOIX DU SOLVANT

Le choix d'un solvant approprié lors d'une opération d'extraction n'est pas une tâche aisée. En effet le compromis entre l'objectif quantitatif et qualitatif est impératif.

Du point de vue quantitatif nous allons citer les différents phénomènes intervenant dans l'extraction.

III.1.3.2.1 POUVOIR DE SOLUBILISATION

Ce pouvoir est étroitement lié aux caractéristiques moléculaires du solvant, à savoir sa polarité et son hydrophilie, autrement dit son affinité chimique.

Ces caractéristiques sont révélées par La présence de groupements fonctionnels dissociantes.
Le potentiel de liaison hydrogène.
L'affinité eau /solvant.

Une forte polarité se traduit par une action directe du solvant sur les constituants polaires par une solubilisation prononcée qui peut atteindre même la matrice végétale.

Toutefois, les solvants apolaires sont susceptibles d'avoir un excellent comportement solvant dès lors qu'ils atteignent les structures lipophiles. L'affinité eau/solvant conditionne la diffusion dans les tissus riches en eau et dans les cellules où l'eau libre est abondante. En entraînant l'eau, le solvant entraîne les métabolites qui y sont solubles.

Classe des constituants	Ether	Benzene/Toluene	Alcool éthylique	Acetone
paraffines	+	+	-	-
acide gras	+	+	+°	±
glycerides	+	+	+°	±
chlorophylles	-	+	+	+
terpenoides	+	+	+	+
derivées benzeniques	±	+	+	+
tanins	-	-	+°	+
carotenoides	+	+	-	+

NB: +: Très aisément solubles.

±: Plus ou moins solubles.

-: Difficilement solubles.

+°: Solubles a chaud.

Tab (III.1): Pouvoir dissolvant (13)

III.1.3.2.2 POUVOIR EXTRACTANT

Le pouvoir extractant est défini par trois paramètres à savoir

- La capacité de pénétration.
- La capacité de diffusion.
- Le transfert de masse.

* **Capacité de pénétration :**

Un bon mouillage de la matrice végétale demande une faible tension superficielle des solvants dans lequel on immerge la matrice végétale.

* **Capacité de diffusion:**

La capacité de diffusion dans la matière est liée à la viscosité qui, plus elle est élevée, plus la diffusivité est moindre.

* **Transfert de masse:**

Le transfert de masse solide-liquide représenté par le coefficient de transfert de masse dépend de la vivacité cinématique et de la densité moléculaire.

III.2 DES DIFFERENTS TYPES D'EXTRACTION

Les extractions les plus couramment utilisés peuvent être classés en trois catégories:

Extracteurs Discontinus - Extracteurs semi-Continus

Extracteurs Continus

III.2. EXTRACTEURS DISCONTINUS

C'est un simple réservoir dans lequel on charge le produit à extraire, puis on ajoute le solvant jusqu'à couvrir la matière végétale. On laisse en contact pendant un temps donné au cours duquel a lieu la diffusion jusqu'à obtenir un équilibre de concentration entre la phase solide et liquide.

III.2.2 LES EXTRACTEURS SEMI-CONTINUS

Ils mettent en œuvre une batterie de plusieurs compartiments dans lesquels sont conditionnées des charges de matière.

Le solvant entre d'abord en contact avec la matière la plus pauvre en huile qui a été d'accroître le niveau du solvant et le précurseur d'extraction continu à contre courant.

III.2.3 LES EXTRACTEURS CONTINUS

Le contact entre la matière solide et le solvant se fait principalement de deux manières.

- Par immersion : le solide est complètement immergé dans le solvant où l'extraction est souvent faite avec agitation.
- par percolation : elle consiste à faire passer un solvant à travers une couche de substances pulvérisées.

III.3 LES PRODUITS EXTRAITS

Il s'agit de:

- Huiles essentielles
- Concrètes
- Résinoïdes
- Absolu

III.4 TRANSFORMATION DES CONCRETES EN ABSOLUES

L'objectif de cette opération est de séparer les composés volatils de l'extrait par un traitement alcoolique.

III.5 ISOLEMENT DES FRACTIONS ODORANTES PAR DISTILLATION

Par cette méthode, les éléments odorants sont obtenus avec un état de concentration plus avancé que dans les concentrés de pommades et dans les absolues.

III.5.1 DISTILLATION SIMPLE OU DIRECTE

Cette méthode se prête surtout au traitement des concrètes. Que pour des résinoïdes et des absolus en raison de leurs viscosités et leurs sensibilités (se dégradent facilement).

III.5.2 DISTILLATION AVEC LA VAPEUR D'UN PRODUIT ORGANIQUE

La distillation est effectuée sous pression réduite, soit dans des distillateurs classiques, soit dans des évaporateurs de film.

III.5.3 DISTILLATION AVEC LA VAPEUR D'EAU

Cette technique est utilisée surtout pour l'isolement de la fraction volatile dans la vapeur d'eau et dans un appareil très spécial.



PIN D'ALEP



LES HUILES ESSENTIELLES DU CYPRES ET DU

PIN D'ALEP

ESSENTIELLES

LES HUILES ESSENTIELLES DU CYPRES ET DU

IV. 1. Historique du Cyprès :

Le cyprès *Cupressus sempervirens* "cyprès toujours vert" de la race des conifères fait partie de la famille des Cupressacées. Le cyprès serait originaire du proche orient, il fait partie du paysage méditerranéen, il exprimait la tristesse de la mort il était souvent planté dans les cimetières.

IV. 2 CYPRES

IV. 2.1 ORIGINE

L'origine ancestrale du cyprès toujours vert se perd dans la nuit des temps et on le trouve abondamment cité dans les récits mythologiques, peut-être à cause de la valeur symbolique qu'on lui prête volontiers. Il incarne, en effet, à la fois la rusticité et la longévité, ou tout simplement la vie dans des contrées désertiques particulièrement défavorisées, à l'exemple du cyprès de Duprez aux fins fonds du Sahara. Cette impression d'immortalité se perpétue à travers ses vestiges, le bois de cyprès étant imputrescible, comme celui des Taxodiacées, famille associée apparentée également à l'ordre des Cupressales.

IV. 2.2 LA BOTANIQUE ET ECOLOGIE DE LA PLANTE DU CYPRES

IV. 2.2.1 Etymologie

Du grec : "cyparissos", qui vient de Chypre ; en latin : "cupressus" (d'où son nom repris par Linné).

IV. 2. 2.2 Systématique du Cyprès:

Les cyprès sont un genre d'arbres sempervirents de la famille des Cupressacées originaires des régions tempérées chaudes de l'hémisphère nord. Le nombre d'espèces incluses dans ce genre varie selon les auteurs de 16 à 31

Classification

Règne	<i>Plantae</i>
Sous-règne	<i>Tracheobionta</i>
Division	<i>Coniferophyta</i>
Classe	<i>Pinopsida</i>
Ordre	<i>Pinales</i>
Famille	<i>Cupressaceae</i>
Genre	<i>Cupressus</i>

Nom binominal

Cupressus sempervirens

IV. 2.3 LE CYPRES DU TASSILI

Le cyprès du Tassili, *Cupressus dupreziana* A. Camus, Tarout en Tamachek (langue locale), est un conifère endémique du Tassili N'Ajjer (Sahara Central) classé par l'UICN au douzième rang des espèces les plus menacées au monde.

C'est en 1860 que l'ornithologue britannique Tristram a pressenti l'existence d'un résineux d'un genre voisin de celui de *Juniperus* après examen de bois utilisé par les Touaregs.

En 1864, le géographe Duveyrier a confirmé sur la base de renseignements recueillis auprès de Touaregs de Ghat (Oasis au pied est du Tassili), l'existence du résineux et l'a identifié au *Thuya articulata*.

En 1925, le forestier Lavauden grâce au capitaine Duprez -premier européen à avoir vu le Tarout-, a retrouvé l'emplacement du conifère et l'a identifié au *Cupressus sempervirens* forme *horizontalis*.

En 1926, Camus a établi à partir de fruits, de graines et de rameaux récoltés par Lavauden que le cyprès est spécifiquement distinct et le nomme *Cupressus dupreziana* en hommage à celui qui l'a découvert.

Depuis sa découverte, le cyprès du tassili a suscité l'intérêt des scientifiques. Les travaux ont traités le plus souvent de sa morphologie, de son dénombrement, de son âge, de sa position biosystématique, phytogéographique et phytosociologique, et de sa conservation en tant qu'espèce en voie de disparition.

Cette espèce saharienne fait l'objet d'un intérêt particulier dans les activités de recherche de l'INRF (le cyprès du tassili.Sahli F)

([file:///C:/Users/France%20World/Downloads/2007 - cupr. dupr. f. sahli%20\(1\).doc](file:///C:/Users/France%20World/Downloads/2007%20-%20cupr.%20dupr.%20f.%20sahli%20(1).doc)). [11]

IV.3 L'HUILE ESSENTIELLE DU CYPRES

IV.3.1 CARACTERISTIQUES ORGANOLIPTIQUES

Aspect : liquide

Couleur : jaune pâle, jaune orangé

Odeur : boisée, ambrée, térébenthine

Parties distillées : Rameaux

Pays de production : France

Densité : 0.860 – 0.886

IV.3.2 .COMPOSITION CHIMIQUE

Le cyprès est essentiellement composé de flavonoïdes et de composés phénoliques comme la quercétine (antioxydant, aide à la prévention des pathologies cardiovasculaires), la myricétine (anti-inflammatoire, activité antitumorale), l'acide caféique (antibactérien, antifongique, antioxydant). On trouve aussi dans cette plante du linalol, un alcool terpénique aux propriétés antalgiques, sédatives, calmantes, antivirales, anxiolytiques et anti-inflammatoire.

IV.3.2.1.Les monoterpènes

On retrouve environ 82 % de monoterpènes dans l'huile essentielle de cyprès. Les molécules les plus majoritaires sont:

- α -pinène : 47% (hydrocarbure bicyclique)

- β -myrcène : 3% (hydrocarbure acyclique)

- δ^3 -carène : 21% (hydrocarbure bicyclique)

-limonène : 4% (hydrocarbure monocyclique)

-terpinolène : 2% (hydrocarbure monocyclique)

Ce sont des éléments habituels des huiles essentielles qu'on retrouve majoritairement dans leur composition

IV.3.2.2.Les sesquiterpènes

On retrouve environ 5% de sesquiterpènes dans l'huile essentielle de cyprès. Les molécules les plus majoritaires sont :

- δ -cadinène: 1% (hydrocarbure bicyclique)

- α -cubécène: <1% (hydrocarbure tricyclique)
- α -humulène: <1% (hydrocarbure monocyclique)
- β -caryophyllène: <1% (hydrocarbure bicyclique)

IV.3.2.3. Les esters

On retrouve environ 4% d'esters dans l'huile essentielle de cyprès. Les molécules les plus majoritaires sont:

- δ -cadinène: 1% (hydrocarbure bicyclique)
- α -cubécène: <1% (hydrocarbure tricyclique)
- α -humulène: <1% (hydrocarbure monocyclique)
- β -caryophyllène: <1% (hydrocarbure bicyclique)
- acétate d' α -terpinyle: 3% (ester monocyclique)
- acétate de bornyle: <1% (ester bicyclique)
- acétate de terpinyle-4: <1% (ester monocyclique)

IV.3.2.4. Les sesquiterpénols

On retrouve environ 3% de sesquiterpénols dans l'huile essentielle de cyprès. Les molécules les plus majoritaires sont :

- cédrol: 2 à 3 % (alcool sesquiterpénique tricyclique)
- α -cadinol: <1% (alcool sesquiterpénique bicyclique)

Ces alcools se retrouvent en quantité minoritaire dans les huiles essentielles. Elles présentent une volatilité faible due à leur poids moléculaire élevé.

IV.3.2.5. Les monoterpénols

On retrouve 3% de monoterpénols dans l'huile essentielle de cyprès. Les molécules majoritaires sont :

- terpinéol-4: 1% (alcool monocyclique)
- linalol: 1% (alcool acyclique)
- α -terpinéol: <1% (alcool monocyclique)

Ces alcools sont assez fréquents dans certaines huiles essentielles.

IV.3.2.6. Les cétones

On retrouve 1 % de cétones dans l'huile essentielle de cyprès. Les molécules majoritaires sont:

- le camphre : 1% (cétone bicyclique)
- karahanaénone : 1%
- umbellulone : <1%

IV.3.2.7. Les éthers

On retrouve moins d'1% d'éther dans l'huile essentielle de cyprès.

La molécule majoritaire est le méthyl corvacrol qui présente un seul cycle dans sa structure moléculaire.

IV.3.2.8. Les diterpènes

On retrouve moins d'1% de diterpènes dans l'huile essentielle de cyprès. Les molécules majoritaires sont:

- sandaracopimaradiène: <1%
- déhydroabiétane: <1%
- biformène:<1%

On retrouve ces molécules en quantité minoritaire au niveau des huiles essentielles.

IV.3.2.9. Les oxydessesquiterpéniques

On retrouve moins d'1% d'oxydes sesquiterpéniques dans l'huile essentielle de cyprès. La molécule majoritaire est :

L'Oxyde de manoyl : <1%

IV.3.2.10. Les phénols

On retrouve moins d'1% de phénols dans l'huile essentielle de cyprès. Les molécules majoritaires sont:

- p-cymèn- α -ol: <1%

Les oxydes monoterpéniques

On les retrouve à l'état de traces dans l'huile essentielle de cyprès. La molécule majoritaire est :

- 1,8cinéole

IV.3.2.11. Les diterpénols

On retrouve moins d'1% de diterpénols dans l'huile essentielle de cyprès. Les molécules majoritaires sont:

-manool (alcool bicyclique)

-abiéno

-primarino

Elles sont présentes en faible quantité dans les huiles essentielles.

Embranchement des Gymnospermes

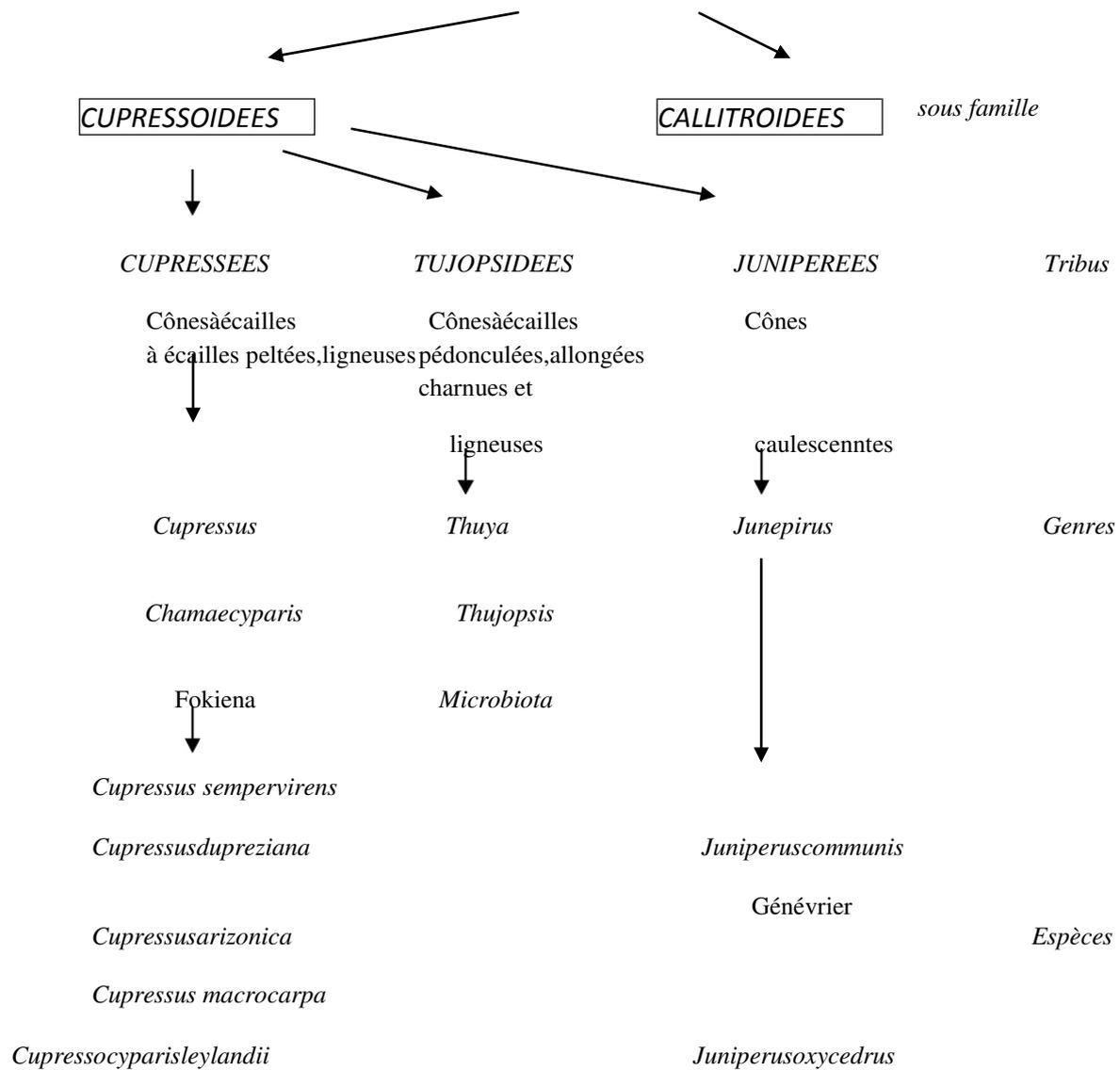


Classe des Coniféropsidinées

Ordre des Coniférales



Famille des Cupressacées



Famille comportant de nombreux genres et espèces

(Berthou, 2006)

IV.4. ETUDE BOTANIQUE ET ECOLOGIQUE DES PIN D'ALEP

Le pin d'Alep est une essence importante pour la foresterie de reboisement qui est formée des espèces souvent frugales de bonne croissance et bon producteur de bois.

Le pin d'Alep est une espèce qui se trouve généralement sur le pourtour méditerranéen.

Ses fôrets occupent généralement plus de 35 millions d'hectares en Algérie, au sud en déduit l'influence du couvert du pin d'Alep sur le Romarin qui lui empêche de capter le maximum de lumière a savoir que le Romarin est une plante heliophite. [12].

IV.4.1. SYSTEMATIQUE DU PIN D'ALEP

Le pin d'Alep est une espèce appartenant au groupe des halepensis

Embranchement	gymnospermes
Ordre	Coniferales
Sous ordre	Abietales
Famille	Pinacese
Genre	Pinus
Sous genre	Eupinus
Espèce	Pinus halepensis Mill

IV.4.2. CARACTERISTIQUES BOTANIQUES

Le pin d'Alep est un ordre de seconde grandeur et la hauteur dépasse rarement les 20 mètres. Généralement, le pinus halepensis, présente un pot étali un tronc souvent tortueux et très branchu.

Sa floraison à lieu au printemps et sa longivité ne dépasse généralement pas 150 ans.

La fructification s'observe des l'âge de 10-12 ans, mais les graines ne sont aptes à germer et suffisamment abondantes qu'a partir de l'âge de 18 à 20 ans. [6].

IV.4.3. AIRES GEOGRAPHIQUES ET DISTRIBUTION EN ALGERIE

Le pin d'Alep est circumméditerranéen.

Ses forêts se trouvent principalement dans la zone semi-aride caractérisée par une pluviométrie de 300 à 600 mm plus exactement son centre de gravité est l'Algérie et la Tunisie

A l'est: on a les monts de Tébessa et les Aurés

Au centre: les forêts de l'Ouarsenis.

A l'ouest: les forêts de Saïda, Mascara, Sidi bel Abbès et Telagh.

Atlas Saharien: les forêts des monts d'Ouled Naïl, Djebel Amour et Bouhmama.

IV.4.4. LES CARACTERISTIQUES ECOLOGIQUES

V.IV.4.4.1 L'ALTITUDE

On peut le rencontrer de la basse altitude aux étages thermos et méso-méditerranéens surtout le pourtour de la Méditerranée, c'est à dire entre 0 et 1400 mètres

IV.4.4.2 LE CLIMAT

Le pin d'Alep est présent dans les régions ayant un climat chaud et il résiste au froid .

IV.4.4.3 LE SOL

Le pin d'Alep se trouve sur les sols marno-calcaires ce qui explique, des sols acides et des sols calcaires

IV.5. LES HUILES ESSENTIELLES DU PIN D'ALEP

L'essence des aiguilles du pin d'Alep est unicolore à jaune claire, d'odeur forte, camphrée et balsamique, de saveur résineuse et térébenthinée. Elle renferme divers terpènes tels que, pinène, sylvestène, dipentène, cadinène, phelandrène. Etc.

Elle est insoluble dans l'eau pour différentes proportions, mais soluble dans certains solvants organiques comme l'alcool éthylique et les hydrocarbures.

IV.5.1 COMPOSITION CHIMIQUE

Constituée en grande partie de monoterpènes en C₁₀H₁₆, parmi ceux ci on trouve les terpènes bicycliques et les pinènes, le carène et des terpènes monocycliques comme le dipentène, les terpènes et terpinolènes à côté de faible quantité d'alcool terpénique, de leur ester et sesquiterpènes. [8].

IV. 5.2. LES CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DE L'HUILE DU PIN D'ALEP.

Une huile est caractérisée par ses propriétés organoleptiques telles que : apparence, couleur, goût et odeur, mais ses propriétés ne donnent qu'une caractérisation superficielle de l'essence et elle est insuffisante.

Actuellement, les propriétés physiques de l'essence sont représentés par les paramètres suivants : densité, indice de réfraction solubilité dans l'alcool, point de congélation, viscosité, pouvoir rotatoire.

Les caractéristiques chimiques mises au point grâce au développement de la chimie organique ; permettant d'évaluer approximativement la quantité de composés de chaque famille ; les plus courants de ces caractéristiques sont :

L'indice d'acide

L'indice d'ester

La teneur en alcool

La teneur en phénol

Le pin d'Alep présente les caractéristiques suivantes :

Une densité à 20⁰c variant entre 0,8582 et 0,8709

Un indice de réfraction à 20⁰c variant entre 1,4720 et 1,4751

Une polarisation à 20⁰c comprise entre - 25,5 et - 27⁰c

Un indice d'acide variant entre 0,37 et 1,12

Un indice d'ester variant entre 0,85 et 15,45

IV.5.3. IMPORTANCE ECONOMIQUE DES HUILES DU PIN D'ALEP

Elles sont utilisées dans l'industrie pharmaceutique, alimentaire, cosmétique, insecticide et leur résidu de distillation est utilisé pour la préparation des biocombustibles et des engrais.

IV. 6. METHODE D'ANALYSE DES HUILES ESSENTIELLES

Parmi ces méthodes d'analyse, on distingue.

- La spectrophotométrie d'absorption
- L'infra-rouge
- L'UV visible
- La RMN (résonance magnétique nucléaire)

Dans notre cas et plus précisément pour les huiles essentielles, leur analyse se fait généralement par chromatographie en phase gazeuse.

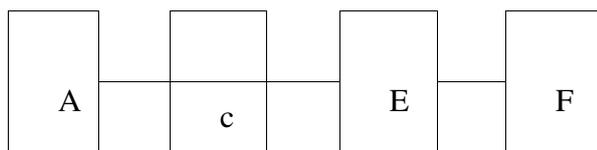
IV. 6. 1. CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

La chromatographie en phase gazeuse est une méthode de séparation des composés gazeux ou susceptibles d'être vaporisés par chauffage sans décomposition, et elle est basée sur la répartition du soluté entre deux phases.

Une phase mobile constituée par le gaz vecteur (He, H₂, N₂, ...) Une phase fixe appelée phase stationnaire.

DESCRIPTION ET PRINCIPE

La chromatographie en phase gazeuse se compose de plusieurs parties qui peuvent être schématisées comme suit.



A : Gaz Vecteur C : Colonne

E: Détecteur

F: Enregistreur

B : Injecteur D : Four

Le gaz vecteur dit mobile parcourt la colonne qui renferme un granula poreux imprégné d'un liquide, constituant la phase stationnaire. On injecte le mélange à séparer dans la chambre d'injection à l'aide d'une seringue. Cette chambre est située en tête de la colonne où il est vaporisé et dilué dans la phase mobile qui l'entraîne à travers la colonne, la détection des constituants s'effectue par un détecteur qui envoie vers l'enregistreur un signal constant appelé ligne de base, en présence du gaz vecteur seul et conduit dans l'enregistreur qui marque un pic au passage de chaque composant. L'ensemble des pics est appelé chromatogramme.

Le temps de sortie de chaque pic qui est le temps de rétention caractérise qualitativement la substance concernée, alors que l'aire limitée par le pic et la prolongation de la ligne, permet de mesurer sa concentration dans le mélange à analyser.

PARTIE PRATIQUE

BIBLIOTHÈQUE

Les constituants du mélange à séparer se déplacent moins vite que le gaz vecteur et leurs vitesses de déplacement sont différentes, à qui les conduit à sortir de la colonne l'un après l'autre au sein de la phase mobile.

V. Matériels et Méthodes :

V.1. Matériels végétales :

Le pin d'Alep et le cyprès ont été collectés de la région de Blida pendant le mois de janvier et février.

Un petit rappel sur nos deux espèces végétales, le nom latin du pin sylvestre provient du celtique Pinus qui veut dire « montagne, rocher » et du latin sylvestris qui signifie « vit dans les forêts ». Arbre mythique en Extrême-Orient, il symbolise la vie, la longévité et l'immortalité. Depuis des siècles, le pin est utilisé comme remède dans les affections pulmonaires.

Utilisation ancestrale Le nom scientifique du cyprès provient du grec cyparissus, « cyprès » et du latin sempervirens qui signifie « toujours vert ». En médecine grecque, le cyprès est surtout employé pour ses vertus antihémorroïdaires. D'autres propriétés lui sont désormais attribuées.

V.2. Produits utilisés :

- Huile d'olive extra vierge de marque

- Cire d'abeille

V.2.1. Instrument d'analyse :

V.2.2. Réfractomètre :

Les indices de réfractons ont été déterminés à l'aide d'un réfractomètre d'Abbe

L'indice de réfraction a été déterminé par la lecture directe de l'angle de réfraction à l'aide du réfractomètre, en employant la lumière diffuse.

Les valeurs de référence des indices de réfraction des liquides sont données dans les « *Hand book* » à une température de 20°C. Pour les composés organiques, on a trouvé que, lorsque la température augmente de 1°C, l'indice de réfraction diminue de 0,0004. C'est pourquoi il faut toujours ramener les calculs à la température de 20°C.

L'indice de réfraction $\eta_D^{t'}$ à la température de référence $t=20^\circ\text{C}$ η_D^{20} est déterminée par la formule suivante :

$$\eta_D^{20} = \eta_D^{t'} + 0,0004 (t' - 20)$$

η_D^{20} : est la valeur obtenue à la température t' .

L'appareil est ajusté de manière à donner, à la température de 20 °C, une valeur de 1.333 pour l'eau distillée.



Fig V.1.image d'un refractometre

V.2.3. Chromatographie en Phase Gazeuse couplée à la Spectrométrie de Masse (CG/SM)

Les analyses chromatographiques et spectrométrie de masse ont été réalisé à l'université de Tlemcen

Conditions opératoire

Les produits ont été analysés par chromatographie en phase gazeuse couplé à la spectrométrie de masse, dans les conditions opératoire suivantes :

Tableau 1 Condition opératoire du GCMS - HE du Cypres et du Pin d'Alep

Injecteur	Colonne	Détecteur de masse
Température : 250°C Mode d'injection : Split50 :1 Volume injecté : 02µl	Type : DB-5Ms Dimensions : long 25 m, D int 0.25 mm, épaisseur film 0.25 µm Température du four : 50°C pendant 10min, pallier02 °C/min jusqu'à 250°C, isotherme pendant 15 min. Temps d'analyse : 125min Gaz vecteur : Hélium pure Débit GV : 0.7ml/min	Mode d'analyse : Scan (de 35à 600) Solvant utilisé : méthanol Délai du solvant : 3min Température de l'interface : 280 °c Type d'ionisation : Impact électronique Intensité du filament : 70 év Température de la source : 230 °c

Tableau 2 Condition opératoire du GCMS - 2-undecanone

Injecteur	Colonne	Détecteur de masse
Température : 250°C Mode d'injection : Split 50:1 Volume injecté : 0.2 µl	Type : HP-5MS Dimensions : long 30 m D int 0.25 mm épaisseur film 0.25 µm Température du four : 60°C pendant 8 min, 2°C/min jusqu'à 250°C. isotherme pendant10 min. Durée d'analyse : 113 min Gaz vecteur : Hélium pureté : N 6 Débit GV : 0.5 ml/min	Mode d'analyse : Scan TIC (de 40 à 550) Solvant utilisé : méthanol Délai du solvant : 3.5 min Température de l'interface : 270 °c Type d'ionisation : Impact électronique Intensité du filament : 70 év Température de la source : 230 °c

V.2.4. Spectrophotométrie infrarouge

L'appareil utilisé est un spectromètre infrarouge à transformé de Fourier BRUHER FT-IR, piloté par un ordinateur muni du logiciel OPUS pour l'acquisition et le traitement des résultats. L'échantillon est analysé sous forme d'un film liquide.

Les spectres de transmission ont été enregistrés dans le domaine correspondant des nombres d'ondes ($\bar{\nu} = \frac{1}{\lambda}$) compris entre 400 et 4000 cm^{-1}

V.2.5. Rhéomètre

Des essais rhéologiques ont été réalisés à 20 ° C avec un rhéomètre compact-modulaire (Physica MCR 302, Anton Paar GMBH, Graz, Autriche) avec une géométrie de plaque parallèle de 25 mm de diamètre, séparés par un espace de 1 mm. Les propriétés viscoélastiques dynamiques ont été déterminées en appliquant un taux de cisaillement croissant de 0,001 à 1000% et la viscosité apparente a été enregistrée en fonction du taux de cisaillement. Un balayage de déformation (0,1-1000%) sous une fréquence constante (1Hz) a été effectué pour identifier le régime viscoélastique linéaire (RVB), dans lequel les amplitudes de déformation sont insuffisantes pour dégrader la structure du matériau.



Tab. 1: Rheometer MCR 302 specifications

Technical Data	Rheometer MCR 302
Parallel-plate geometry	20 and 40 mm
Peltier temperature range	-20 ... 200 °C
UV curing system (356 nm)	0 ... > 1000 mW/cm ²
Maximum torque	200 mNm
Min. torque, rotation	10 nNm
Min. torque, oscillation	2 nNm
Torque resolution	0.1 nNm
Angular velocity	10 ⁻⁹ ... 314 rad/s
Normal force range	0.005 ... 50 N
Normal force resolution	0.5 N

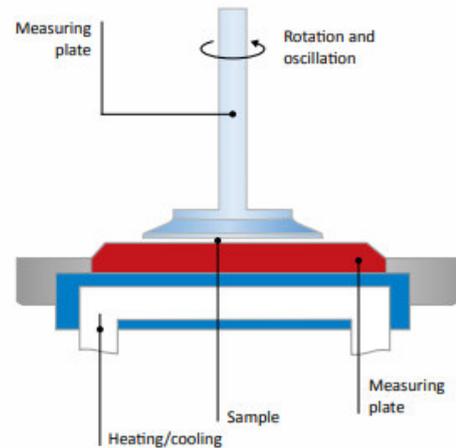


Fig V.2. Image d'un rhéomètre

V.3. Méthode

V.3.1. Extraction des huiles essentielles:

V.3.1.1. Procédé d'extraction :

Nous avons utilisé la distillation par entrainement à la vapeur d'eau pour l'extraction des huiles essentielles.

Les produits à distiller (fleurs, tiges, feuilles) sont chargés dans le ballon, l'eau contenue dans la chaudière est portée à ébullition. Lorsque l'eau atteint 100°C, elle se transforme en vapeur et entraîne les espèces volatiles dans un circuit de refroidissement (réfrigérant à eau au laboratoire). La vapeur chargée des composés volatiles est condensée en passant dans le serpentin réfrigérant.

A la sortie du ballon une ampoule à décanter récupère l'huile essentielle qui flotte à la surface de l'eau de distillation. Le distillat obtenu est récupéré dans une burette dans lequel il va se décanter : l'**hydrolat** (également appelé eau de distillation ou eau florale), de densité supérieure, est entraîné au fond tandis que les huiles essentielles, plus légères et insolubles dans l'eau, sont recueillies à la surface.



Fig V.5 : Montage de l'extraction par entrainement à la vapeur

Précaution :

La période de l'extraction doit allonger à une certaine période de temps pour extraire toute les composées de l'huile essentielle de la plante et extraire le maximum de l'huile.

V.3.2. Calcul du rendement

Le rendement en HE est définie comme étant le rapport entre la masse d'HE obtenue et la masse sèche du végétale à traiter. Le rendement, exprimé en pourcentage est calculé par la formule suivante :

$$Rd(\%) = \frac{m}{m_0} \times 100$$

m : mass en gramme d'huile essentielle.

m₀ : masse en gramme de la matière végétale sèche.

V.3.3. Détermination de la densité :

La densité relative à 20°C d'un corps est le rapport de sa masse volumique à la masse volumique d'un corps pris comme référence. Pour les liquides et les solides, le corps de référence est l'eau pure à 4 °C. La densité est une grandeur sans dimension et sa valeur s'exprime sans unité de mesure.

Mode opératoire

On a pesé la masse (m_0) du pycnomètre d'un volume de 5 ml, la masse (m_1) du pycnomètre rempli de l'eau distillée et la masse (m_2) du pycnomètre contenant l'huile essentielle.

La densité relative est donnée par l'expression suivante :

$$d^{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

m_0 : Masse du pycnomètre vide en gramme.

m_1 : Masse du pycnomètre rempli d'eau distillée en gramme.

m_2 : Masse du pycnomètre rempli d'huile essentielle en gramme

V.3.4. Méthode de préparation des pommades :

La méthode la plus simple pour préparer une pommade consiste à utiliser de la vaseline, huile d'olive ou de la paraffine ramollie. La vaseline, imperméable à l'eau, forme une barrière protectrice sur la peau. Selon les besoins, on utilise une ou plusieurs plantes coupées très finement; des huiles essentielles peuvent être ajoutées, juste avant le filtrage.

Pour notre cas

La recette pour notre pommade antihémorroïde est comme suit :



Cire d'abeille « placebo1 »



Huile d'olive « placebo2 »



placebo 1+2



Placebo1+2+HE Cypres et Pin d'Alep

15 g de cire d'abeille

93 ml d'huile d'olive

0,1ml huile essentielle du pin d'Alep

0,1ml huile essentielle du Cypres

Faire fondre la cire dans un récipient au bain-marie (T° Fusion 63°C). Faire fondre l'huile d'olive dans un autre récipient au bain marie à une même température de fusion. Mélanger la cire et l'huile. Ajouter les deux huiles essentielles a des quantités équivalentes. Verser rapidement l'onguent liquide dans des pots stérilisés. Fermer chaque pot sans trop forcer. Une fois la préparation refroidie, vissé à fond les couvercles. Conserver à l'abri de la chaleur et de la lumière. Durée 3 mois environ.

La fabrication de cette pommade nécessite des études approfondies et des tests cliniques pour la designer comme un remède thérapeutique, notamment le choix des huiles essentielles qui pourront être compléter par d'autres huiles qui constitueront une structure adaptée à cette maladie.

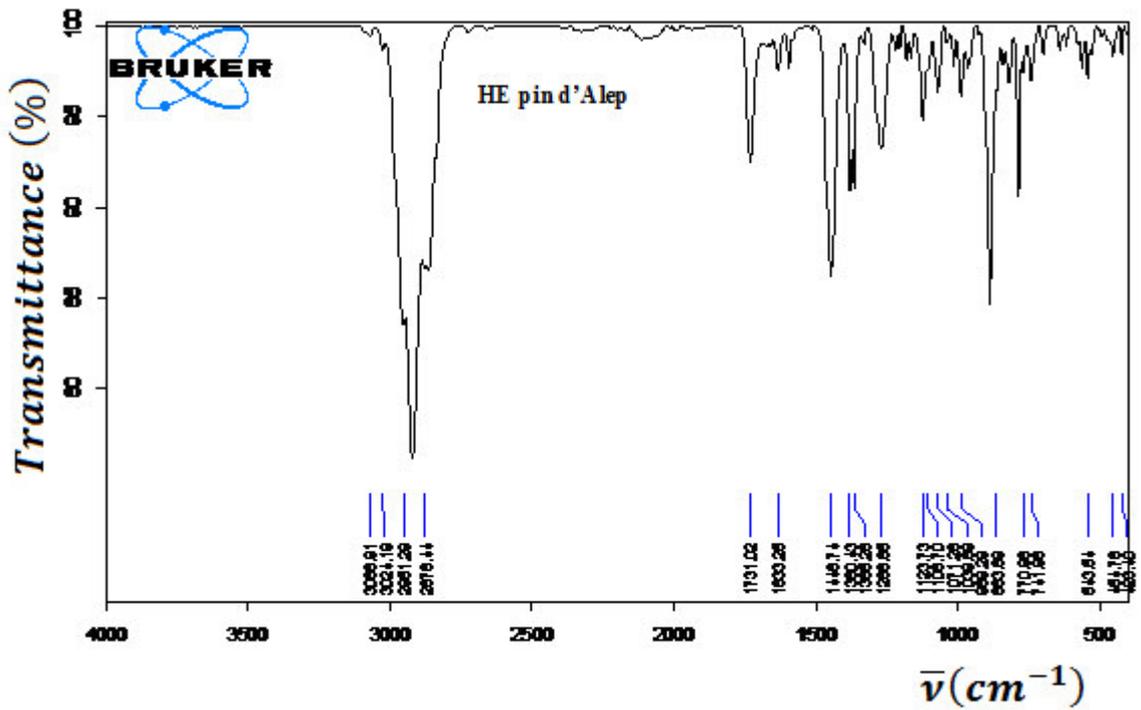
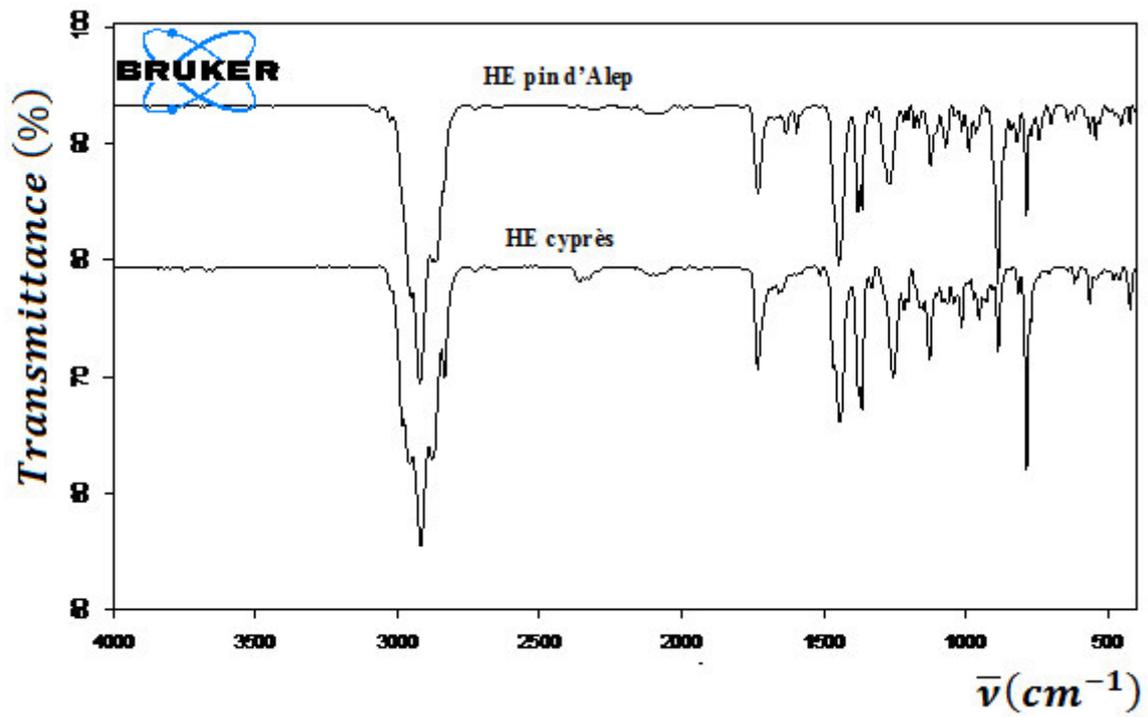
VI. Résultats et discussion:

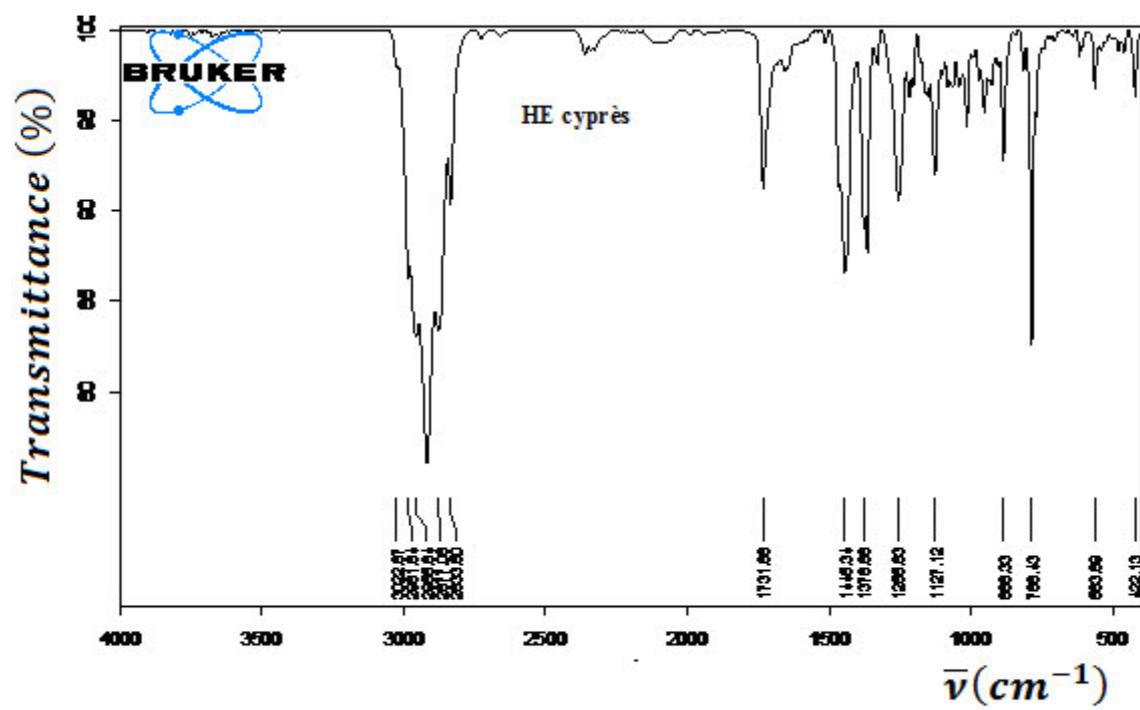
VI.1. Interprétation de L'IRTF

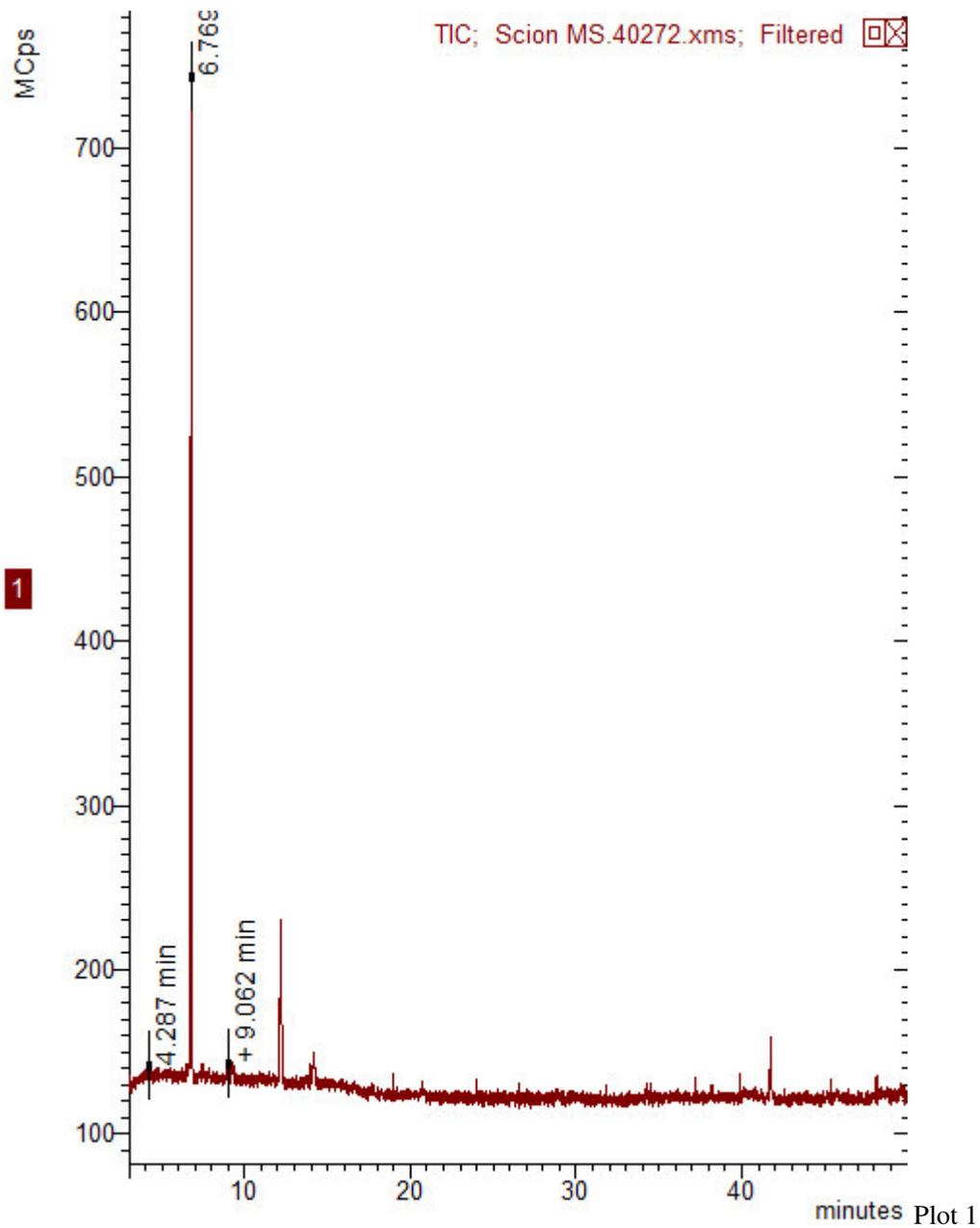
Les spectres IRTF de l'huile essentielle du pin d'Alep et du cyprès sont sensiblement identiques caractérisés par la présence d'un ensemble de pics dans la région autour de 3000 cm^{-1} caractéristique des vibrations des liaisons C-H des groupements méthyles ($-\text{CH}_3$) et méthylènes ($-\text{CH}_2$). Un pic de faible intensité localisé à $3024\text{-}3022\text{ cm}^{-1}$ est spécifique à la vibration C-H d'un alcène ($-\text{CH}=\text{CH}-$).

Un pic d'intensité moyenne est situé à 1732 cm^{-1} est responsable de la présence d'un ester au sein de la composition chimique des 2 huiles essentielles à cause de la vibration de la fonction carbonyle $-\text{C}=\text{O}$. Les autres pics constituant les empreintes digitales entre $1500\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ sont spécifiques à chaque composition. Cependant, la différence importante réside du pic situé à 3068 cm^{-1} visible seulement sur le spectre IRTF de l'huile essentielle du pin d'Alep responsable de la vibration de la liaison $-\text{C}-\text{H}$ d'un noyau aromatique.

Ces observations des spectres IRTF des huiles essentielles du pin d'Alep et du cyprès permettent de s'affirmer la richesse de ces huiles en composés terpéniques hydrocarbonés avec une faible proportion en ester terpénique.







e:\Scion MS.40272 (3).xms

Retention Time (min.)	Area	% of Total	Signal/Noise	Scan Description
1. 4.287	1,218e+7	0.555	3.82	10.0:600.0
2. 6.769	2,173e+9	99.034	223.94	10.0:600.0
3. 9.062	9,012e+6	0.411	3.48	10.0:600.0

SCION MS CYPRES

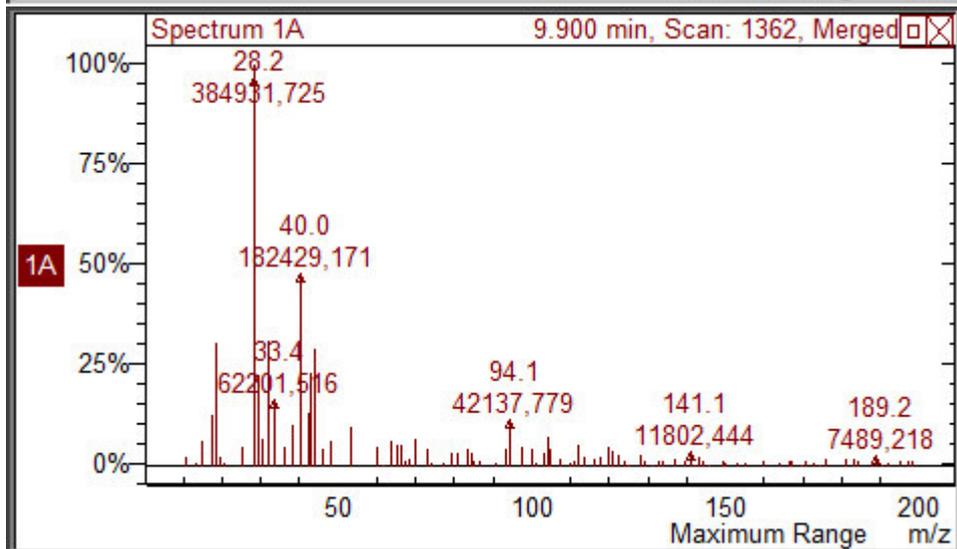
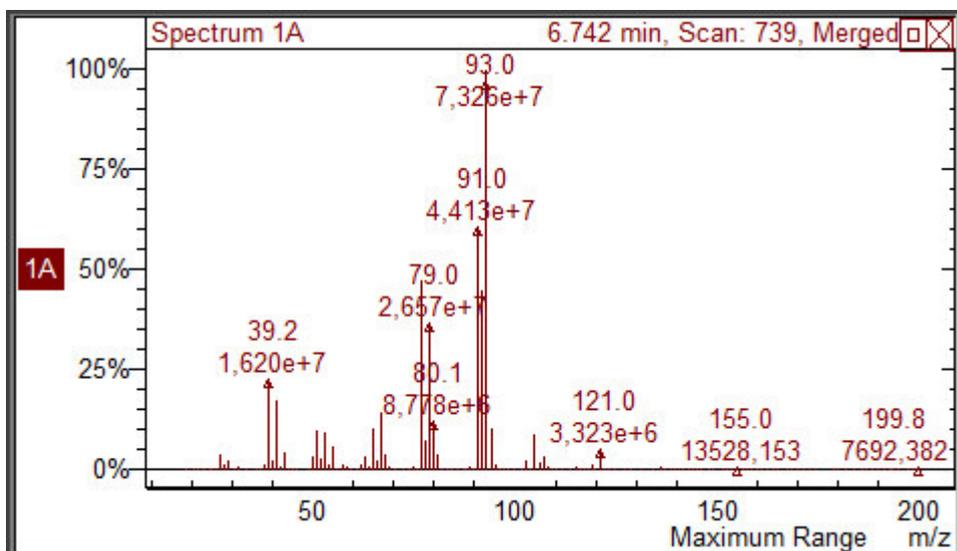
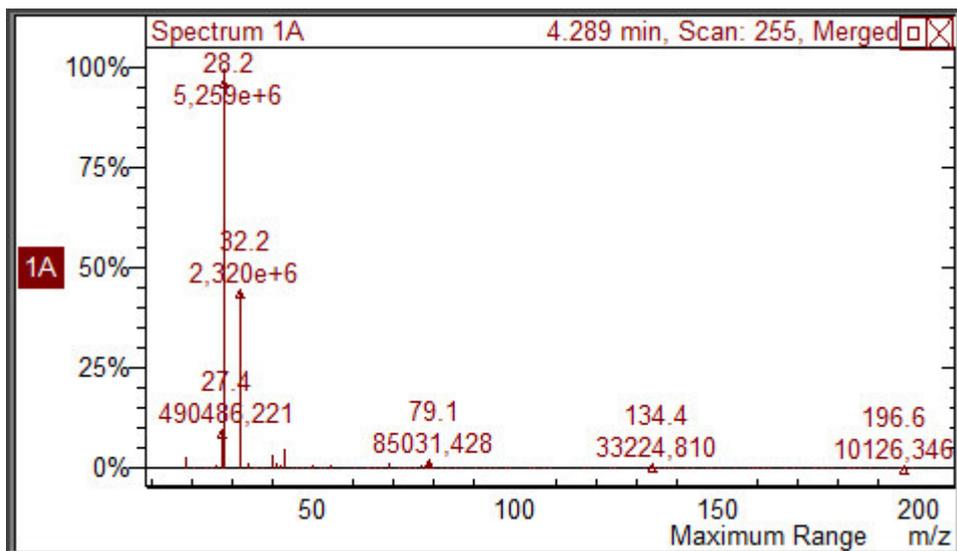
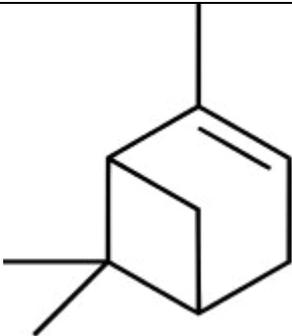
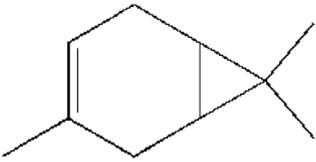


Tableau VI.1 : Composition de l'huile essentielle du cyprès

Composé	Temps de rétention (min)	Aire	Composition (%)	Structure chimique
Tricyclène	4,29	1,218e+7	0,56	
α -Pinène	6,77	2,173e+9	99,03	
δ -3-Carène	9,06	9,012e+6	0,41	

On remarque que le produit majoritaire est le α -**alpha-pinène** est un [monoterpène](#) tricyclique. Elle a pour isomère le bêta-pinène. Elle est réputée pour ses propriétés antiseptiques ; elle peut aussi être prescrite en cas d'hypersécrétion bronchique.

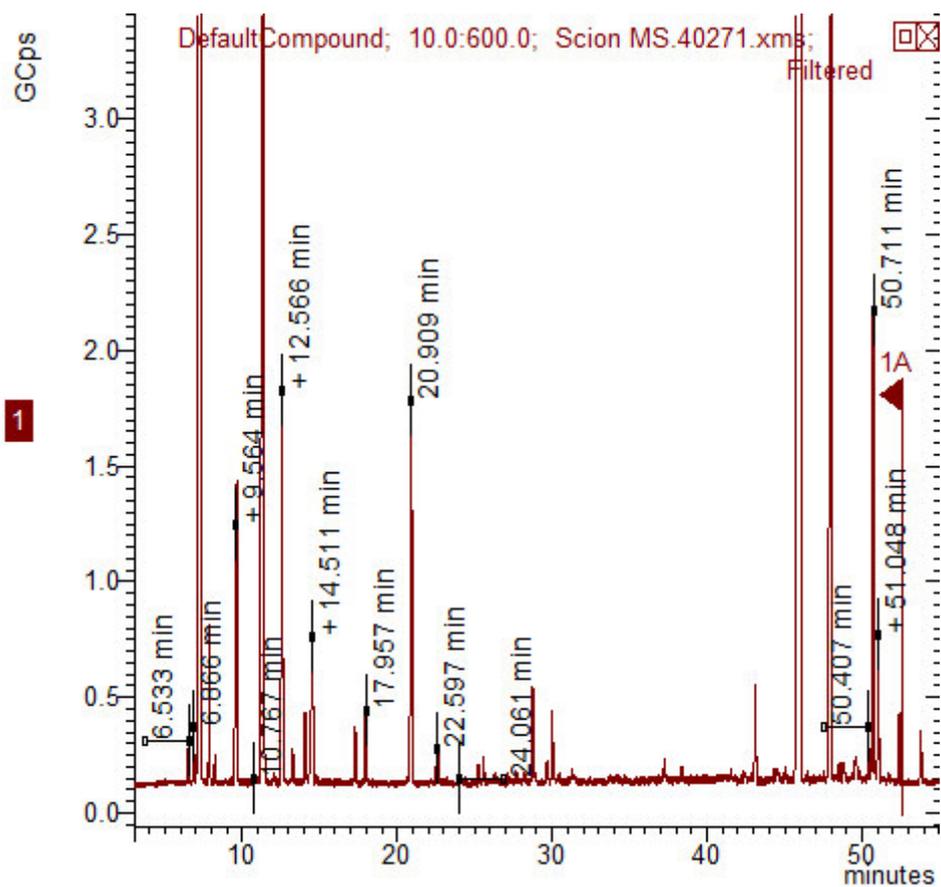
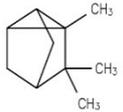
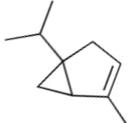
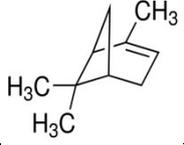
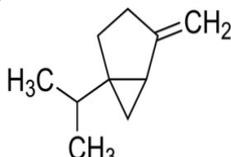
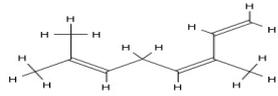
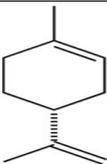
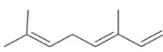
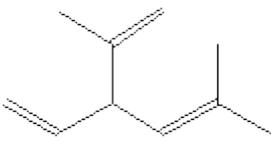
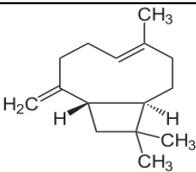
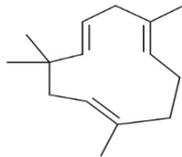
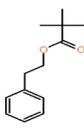
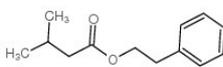
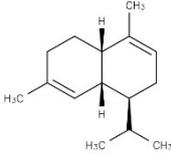


Tableau VI.2 : Composition de l'huile essentielle du Pin d'Alep

tr (min)	Composé	Aire	Composition (%)	Structure chimique
6,53	tricyclène	7,017e+8	0,18	
6,87	thujene	1,059e+9	0,26	
7,26	α -pinène	1,141e+11	28,49	
9,56	sabinène	4,344e+9	1,08	

11,36	β -pinène	5,386e+10	13,45	
12,57	cis- β -ocimène	1,047e+10	2,61	
14,51	D-limonène	5,284e+9	1,32	
17,28	trans- β -ocimène	1,635e+9	0,41	
17,96	γ -terpinène	1,970e+9	0,49	
20,91	santolinatriène	1,075e+10	2,68	
22,63	β -linalool	7,655e+8	0,19	
46,04	caryophyllène	1,448e+11	36,16	
47,96	humulène	3,470e+10	8,66	
50,41	pivalate de phenylethyle	1,283e+9	0,32	
50,71	isovalerate de phenylethyle	1,136e+10	2,84	

51,05	α -muurolène	3,401e+9	0,85	
-------	---------------------	----------	------	---

Pour le pin d'Alep les produits majoritaires sont les : α -pinène, β -pinène, caryophyllène et l'humulène qui sont des composés organiques et présentent en harmonie avec les composés minoritaires les propriétés suivantes :

Désinfectante, antimycosique, expectorante, stimule les fonctions hépatiques et pancréatiques, neurotonique, élève la tension artérielle, action décongestionnante lymphatique, stimule la corticosurrénale et stimule la fonction sexuelle

V.2.6. Analyse rhéologique des pommades :

V.2.6.1. Résultats de la viscosité

Les résultats de la viscosité des 4 formulations de pommades élaborées sont représentés sur la figure 1. Ce graphe indique que les pommades étudiées sont du type dit « rhéofluidifiant », car leurs viscosités diminuent lorsque les taux de cisaillement augmentent (Fig. 1). Ce qui veut dire qu'elles possèdent les propriétés visqueuses d'un liquide et les propriétés élastiques d'un solide. C'est le cas des bonnes pommades qui sont fluides à l'étalement mais plus visqueuses au toucher, évitant ainsi les coulures. Cependant, ces fluides sont dits à seuil, car il faut dépasser un seuil en contrainte (τ_0) avant qu'ils ne puissent s'écouler (Fig. 1). Par définition, un seuil d'écoulement décrit la contrainte requise pour produire l'écoulement d'une substance plastique. Nous pouvons conclure que les pommades élaborées peuvent être considérées comme des fluides plastiques, ce qui signifie qu'elles s'écoulent à partir d'une certaine valeur de contrainte (τ). Les résultats obtenus sont conformes à certaines pommades cosmétiques, et la nature des pommades est du type « fluide non newtonien pseudoplastique ».

Echantillon	a) Placébo		b) Pin		c) Cyprés		d) Pin +cyprés	
$\dot{\gamma}$ (S ⁻¹)	0,01	1000	0,01	1000	0,01	1000	0,01	1000
\square (Pa)	162	688	227	1010	187	945	167	1020
η (Pa·s)	16200	0,682	22700	1,010	18700	0,945	16700	1,020

$\dot{\gamma}$: Taux de cisaillement (shear rate)

τ : Contrainte de cisaillement (shear stress)

η : Viscosité

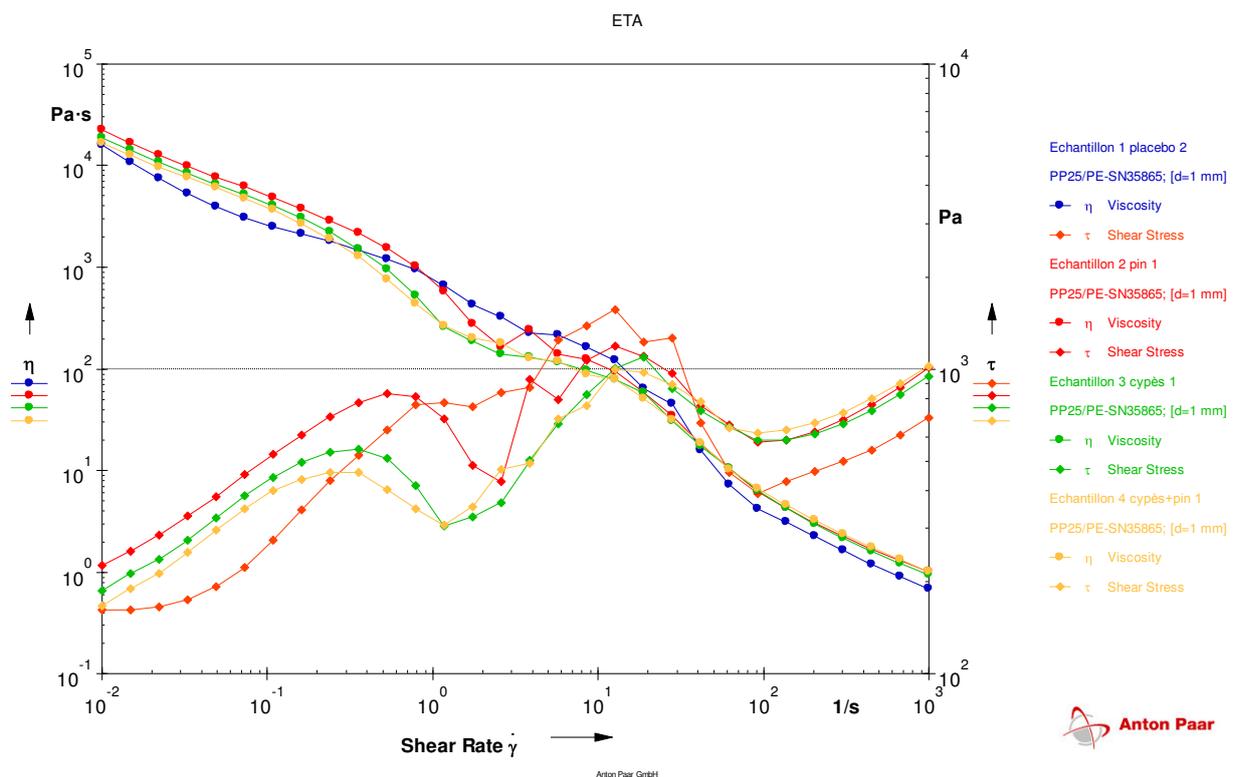


Fig. V.3 : Variation des viscosités (η) des pommades en fonction du taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$)

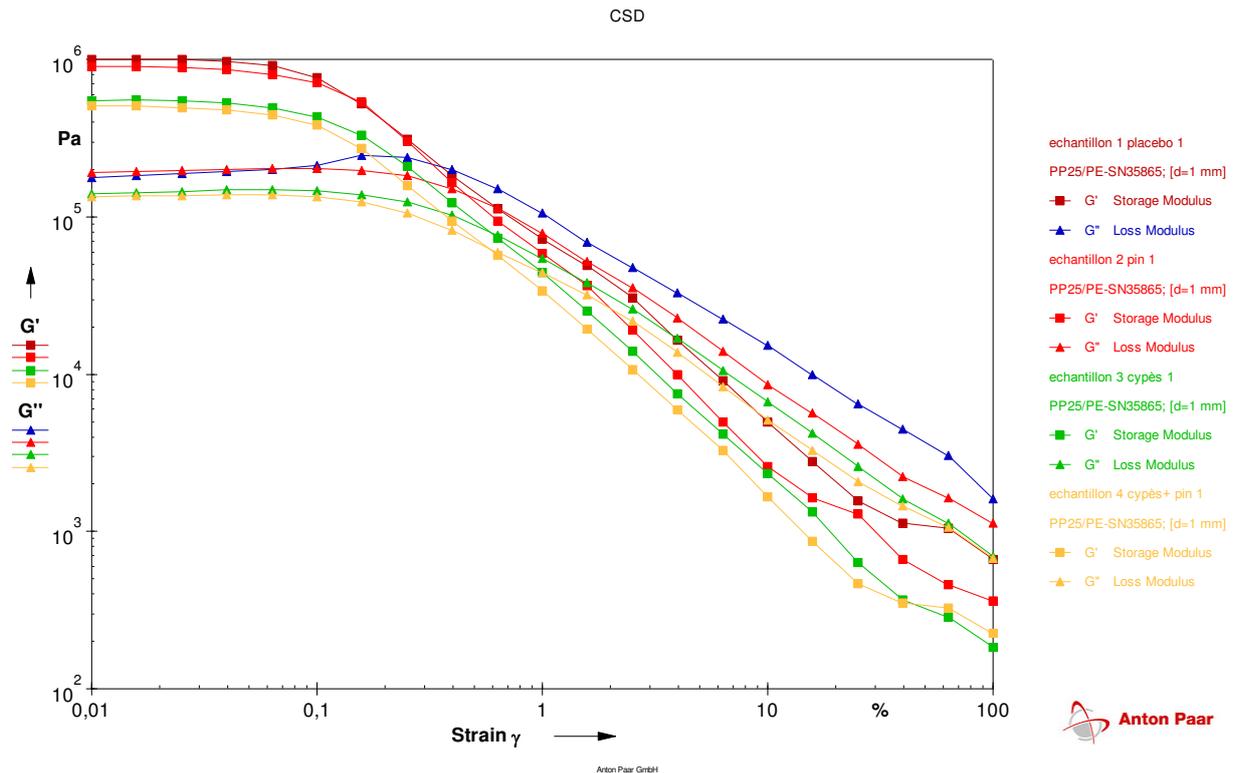


Fig. V.4 : Variation des modules de stockages G' et des modules de pertes G'' des pommades en fonction de la fréquence (γ)

La caractérisation des propriétés physiques d'une émulsion avec un rhéomètre est adaptée pour déterminer et évaluer l'influence des propriétés sur le produit fini en cas de modification de la composition du processus de fabrication. En outre, la stabilité mécanique du produit fini peut être testée lors d'une période relativement courte avec un balayage d'amplitude. Il s'agit ici d'un test oscillatoire réalisé pour des amplitudes variables alors que la fréquence reste identique, tout comme la valeur. En utilisant les valeurs du module de stockage G' et du module de perte G'' dans la gamme de contraintes ou de déformations très faibles (connue comme gamme linéaire-viscoélastique ou LVE), ce type de test fournit des informations sur la résistance structurelle et le caractère de viscoélasticité d'une crème au repos.

Dans les 4 échantillons les modules de stockages G' sont supérieures aux modules de pertes G'' traduisant ainsi la domination du comportement élastique par rapport au comportement visqueux et par conséquent, les pommades préparées agissent comme un gel.

Cependant, l'addition de l'huiles essentielles du pin d'Alep n'affecte pas la stabilité de la pommade avec la conservation provoquée du module de stockage.

par contre l'huile essentielle du cyprès influe sur le module de stockage et par conséquent une diminution de la stabilité au repos. Cette valeur du module de stockage est conservée avec l'incorporation des 2 huiles essentielles avec le placebo.

CONCLUSION

CONCLUSION

INTRODUCTION GENERALE

Il existe différentes techniques d'exploitation des plantes aromatiques : l'expression à froid, l'enfleurage, l'extraction par gaz liquéfié, par fluide à l'état supercritique, par solvants organiques volatil et enfin la distillation à la vapeur d'eau

De tous ces procédés, ces deux derniers sont les plus employés à l'échelle industrielle. Les principales raisons de cette préférence sont liées à la facilité de mise en oeuvre de ces procédés, leur sélectivité et donc la qualité des produits obtenus.

Le sujet de notre travail porte sur l'extraction l'utilisation des huiles essentielles du Cyprès et du pin d'Alep qui fait partie de la gamme des plantes médicinales et aromatiques les plus répandues en Algérie dans une pommade antihémorroïde.

Rappelant que les hémorroïdes proviennent d'une dilatation anormale des veines au niveau de l'anus et du rectum. Ce sont des affections bénignes mais souvent douloureuses et gênantes, raison pour laquelle nous avons choisis les huiles essentielles du pin d'Alep et du Cyprès qui ont surtout une action décongestionnantes : action décongestionnante lymphatique pour le pin et, une action décongestionnante lymphatique et veineuse puissante pour le cypres.ces propriétés avec d'autres propriétés qui les détiennent nous ont aspirés à choisir ces deux huiles pour la fabrication de notre pommade

Après un rappel général sur la théorie des huiles essentielles, nous présentons les différents procédés d'extraction des huiles essentielles.

Tous ces procédés, nous avons travaillé sur le procédé d'extraction à la vapeur d'eau .Parmi Les huiles obtenus sont analysés par chromatographie.

Dans la partie matériels et méthodes, nous avons procéder a l'analyse des composés qui constituent la pommade; après identification par rhéologie, nous avons remarqué que la pommade la plus visqueuse est celle du pin au repos, c'est le cas des bonnes pommades a l'étalement.

Enfin le choix des huiles essentielles dépends de la maladie et l'examination du patient avant la prescription.

Les résultats expérimentaux sont enfin synthétisés, interprétés et donnant lieu à Une conclusion générale et des recommandations future

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] chimie des substances odorantes : Paul José TESSEIRE (Technique et documentation-Lavoisier 1991)
- [2] extraction, analyse et évaluation de la qualité des huiles essentielles de lavandes algériennes : BAJAH, Hadj Ahmed.y .thèse de magister, université d'Alger 137,1979
- [3] Les plantes à parfums. Encyclopédie agricole Paris : Rolet A.PP 317, 326,1930
- [4] «« Extraction de l'essence de nigelle par solvant volatils et par hydrodistillation » : BENDEKKEN Mohamed mémoire de fin d'étude. ENP 1994
- [5] Fleurs d'Algérie : Beniston ; NT ENAL pp 47,1928
- [6] "Photochimie, plantes médicinales": Jean BRUNNTON Pharmacognosie: 2ème édition 1933.
- [7] « « abrégé de matière médicale » : M.Paris, M.OURABIELLE, Pharmacognosie édition Masson, 1981.
- [8] « Actif et additifs en cosmétologie » : M.C.Martini.MSeiller, Edition technique et documentation Lavoisier Paris 1992
- [9] « Les arômes alimentaires » : H.Richard-JL Multon, Edition TEC et DOC, Lavoisier 1992
- [10] Thèse de doctorat N°393 : INP Toulouse 1990
- [11] Matière premières usuelles de règne végétale : Perot.EM, Paris T2. 2343 P PP 2019, 1943.
- [12] Document de la station centrale de recherche en écologie forestière
- [13] C:\Users\FRANCE WORLD\Downloads\2007_-_cupr._dupr._f._sahli (1).doc
- [14] "Etude cinétique de l'extraction de concrète d'Eucalyptus":ALLAL.HOCINE ICELMANI.KEBIR KAMEL, mémoire de fin d'étude, institut de chimie industrielle, U.BLIDA.
- [15] C:\Users\FRANCE WORLD\Downloads\2007_-_cupr._dupr._f._sahli (1).doc