

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

Université Saad Dahlab Blida 1

Faculté Des Sciences

Département De Chimie



Master Chimie Appliquée
Mémoire Présenté Par
BOUTOUGA Loubna et KACEMI Hanane

THEME

ENCAPSULATION DE L'HUILE
ESSENTIELLE RÉCUPÉRÉE DE LA
PLANTE DE MYRTUS COMMUNIS L

Soutenu le 13/09/2021

MEMBRES DU JURY :

Dr. Chafaa. F	MCB	Université de Blida 1	Examineur
Dr. Belafriekh. A	MCB	Université de Blida-1	Président
Dr. Abdallah el hadj. A	MCA	Université de Blida-1	Promoteur

Promotion 2020/2021

REMERCIEMENTS

En tout premier lieu, nous remercions le Dieu pour être notre meilleur confident, merci de nous avoir guidés, de nous avoir donné aussi la volonté et la force pour dépasser toutes les difficultés pour la réalisation de ce modeste travail.

Nous tenons à remercier tout d'abord notre encadreur le docteur A. Abdallah el hadj pour le temps qu'il a consacré, les conseils précieux ainsi que les outils méthodologiques indispensables pour la bonne conduite de cette recherche.

Nos vifs remerciements s'adressent également aux membres de jury Dr. Belafriekh. A et Dr. Chafaa. F d'avoir accepté d'évaluer ce modeste travail

Que tous ceux, et ils sont nombreux qui de près ou de loin, ont participé à la réalisation de ce travail trouvent également ici l'expression de notre très profonde gratitude.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

A ma chère maman

Tous les mots ne peuvent t'exprimer à quel point je te suis reconnaissant

Je suis ici grâce à vous et à vos prières sincères, qui m'ont été d'une grande aide tout au long de ma vie. Ma mère est une source de tendresse, de patience et de sacrifice

J'aurais aimé avoir réalisé au moins une partie de ce que tu voulais que je sois

Quoi que je puisse dire et écrire, je ne pouvais pas exprimer ma grande affection et ma profonde gratitude. J'espère ne jamais vous décevoir et ne jamais trahir votre confiance et votre sacrifice. Que Dieu vous protège ainsi que vos soins et que Dieu bénisse votre vie

A mon très cher père

Vous avez été et serez toujours un modèle pour moi par vos qualités humaines et votre persévérance. En ce jour, je souhaite réaliser un de vos rêves. Aucune dévotion ne peut exprimer mon respect, Que Dieu te protège et te donne santé et bonheur

*AM^r, **A. Abdallah el hadj** notre encadreur qui nous a bien orientées durant plusieurs mois*

A ma seule sœur

*Asmaa et son mari et ses deux fils, **Moneim Abdel Fattah et Tamime***

À mes frères

Mon soutien et source de force, grâce à vos encouragements, vos efforts et votre soutien, j'ai pu continuer mon chemin j'espère ne jamais vous décevoir et ne jamais trahir votre confiance et votre sacrifice

Abdo al-Kader** et sa femme et A ma Neveu **Mohammad Amir

***Abdo al-Rahman** et sa femme*

***Zakaria** et sa femme*

*Mon petit frère : **Abdo al- Razzak***

*A mes oncles et tous la familles **Boutouiga & Fellah***

*A mes chères cousines : **Kanza, Salima, Wassilla, Hadjer et Amina***

*A mes amies : **Zoubida, Soumia, Houria et Charazed***

A tous mes amies de la spécialité chimies appliquée

Loubna Boutouiga



Dédicace



Je dédie ce travail à :

A mes très chers parents

*A mes très chers frères et sœurs: Makhlouf et sa famille,
Seddik et sa famille, Manel et sa fille, feriel et Mohamed
ihab*

A mes grand-mères : Fatima elkhir

A mes tantes et leurs familles

A tous mes cousins et cousines

A toute la famille KACEMI

A ma copine KHAMISI Zoubida

Et à tous mes amis et camarades de la promotion

KACEMI Hanane



الملخص:

هذا العمل ينقسم الى قسمين الأول يهدف الى تقييم نشاط المضادة لألكسدة لزيوت الأساسية المستخلصة من النبات myrtus comminus الذي تم حصادهم من منطقتين مختلفتين منطقة البليدة و منطقة تيبازة وتم فحص بعض خواصه أول

في حين القسم الثاني يهدف الى انجاز تغليف الزيوت المستخلصة بواسطة حبيبات الجيلاتين و الأرجينات و الكزونتان تم إجراء استعادة الزيت العطري من خلال عملية التهدئة المائية باستخدام جهاز Clevenger .

باستخدام اختبار DPPH تم تحديد تقييم نشاط مضادات الأكسدة النتائج التي تم الحصول عليها يوضح أن

زيت تيبازة الأساسي له نشاط مضاد للأكسدة مهم جدا $IC_{50}=2.98mg/ml$ بالمقارنة مع بالنشاط المضاد للأكسدة للزيت للبليدة العطر $IC_{50}=5.14mg/ml$.

كما قمنا بدراسة الخصائص الحسية المعتادة (المظهر, اللون, الرائحة) مؤشرات البيروكسيد , الحموضة , التصبن, الستر.

بالإضافة إلى الخصائص الفيزيوكيميائية مؤشرات الانكسار قياس جهد الهيدروجين PH ومختلف المعايير التي تحدد من

اجل وصف الزيت المستخلص ولقد أظهرت متابعتها مع الوقت أن الزيت المستخلص غير مستقر بما فيه الكفاية في الحالة الحرة والحالة العادية.

القسم الثاني من هذا العمل يدرس تغليف الزيوت الأساسية باستعمال مركبات نقية و أمزجة ثنائية و ثالثة من الحبيبات

الجيلاتين و الأرجينات و الكزونتان بنسب مختلفة من اجل زيادة استقرارها. بالإضافة إلى دراسة حساسية خطة التغليف للشروط العملية درجة الحرارة - من أجل مثالية طريقة

كلمات مفتاحيه:

نشاط مضاد للأكسدة, Clevenger, IC_{50} , DPPH, مؤشرات الفيزيوكيميائية, التغليف

Résumé :

Ce travail a deux principales contributions, la première est la détermination de l'activité anti-oxydante des huiles essentielles récupérées de la plante myrtus communis, qui a été récoltée dans deux régions différentes, la région de Blida et la région de Tipaza et la deuxième vise à l'encapsulation des huiles extraites avec des granules d'alginate, de la gélatine et de xanthane

La récupération des huiles essentielles a été effectuée en utilisant le montage de Clevenger.

En utilisant le test DPPH l'activité antioxydante a été évaluée pour les huiles essentielles. Les résultats obtenus montrent que l'huile essentielle de la plante de **Tipasa** a une activité anti-oxydante très importante $IC_{50}=2.98\text{mg/ml}$ par rapport à celle de l'huile essentielle récupérée de la plante de **Blida** $IC_{50}=5.14\text{mg/ml}$.

Nous avons également étudié les caractéristiques organoleptiques habituelles (aspect, couleur, odeur, indicateurs de peroxyde, d'acidité, de saponification, d'ester).

Outre les propriétés physico-chimiques, les indices de réfraction, la mesure du pH et divers paramètres qui sont précisés pour décrire l'huile extraite, leur suivi dans le temps a montré que l'huile extraite n'est pas suffisamment stable à l'état libre et normal.

La deuxième contribution traite le procédé d'encapsulation de l'huile essentielle en utilisant des polymères purs, des mélanges binaires et ternaires d'alginate, gélatine et du xanthane dans différentes proportions afin d'augmenter sa stabilité. Ainsi qu'une étude de sensibilité des paramètres opératoires a été effectuée afin de performer le procédé.

Mots clés :

Activité anti-oxydante, Clevenger, IC_{50} , DPPH, Polymère, Encapsulation, Propriétés physico-chimique

Abstract

This work has two main contributions; the first is to determine the antioxidant activity of oil extracted from the myrtus comminus plant, which was harvested from two different regions, (Blida and Tipaza). The second contribution subjects to the encapsulation step with alginate granules, gelatin and xanthan.

The essential oils are extracted from Myrtus comminus plant using a Clevenger device. Using the DPPH test, the antioxidant activity of essential oils was evaluated. The results show that **Tipasa** essential oil has a very important antioxidant activity $IC_{50}=2.98\text{mg/ml}$ compared with the antioxidant activity of the essential oil of **Bilda** $IC_{50}=5.14\text{mg/ml}$. Also, the usual organoleptic characteristics (appearance, color, and odor) indicators of peroxide, acidity, saponification, and ester have been evaluated for the different extracts. In addition to the physicochemical properties, refractive indices, pH measurement, and various parameters that are specified for describing the extracted oil. Their follow-up over time has shown that the extracted oil is not sufficiently stable in the free and normal state.

The second contribution explains in details the encapsulation process of essential oils using pure, binary and ternary mixtures of alginate, gelatin and xanthan with different proportions in order to increase its stability. Also a sensitive study of operating conditions has been carried out in order to perform the process.

Keywords:

Antioxidant activity, Clevenger, IC_{50} , DPPH, polymer, Encapsulation, Physical-chemical properties

Liste des figures :

CHAPITRE I: DESCRIPTION DE LA PLANTE MYRTUS COMMUNIS L

Figure I.1:localisation de Myrtus commun L.1	5
Figure I.2:Myrtus communis L.	6
Figure I.3:Micrographie de la poche sécrétrice type «schizogène» de la feuille de Myrtus communis L. observée au microscope électronique.	7

CHAPITRE II : LES HUILES ESSENTIELLES ET LES METHODES D'ENCAPSULATION

Figure II.1:L'extraie des huiles essentielles.....	9
Figure II.2:L'hydro distillation en utilisant l'appareil de Clevenger.	12
Figure II.3:Les pays qui produire l'huile essentielle dans le monde (2008). (Adapté de Parfumer & Flavourist, 2009. Un rapport préliminaire sur la production mondiale de certaines huiles essentielles dans certains pays. (31)	13
Figure II.4:Réaction d'un antioxydant avec le radical DPPH.	15
Figure II.5:Structures chimiques de quatre antioxydants synthétiques. (45)	17
Figure II.6:Modèle d'équilibre entre les pro-oxydants et les antioxydants.	19
Figure II.7:Structure du matériau encapsulé (huile) et encapsulant.....	21
Figure II.8:structure des monomères α -L-gulonate (G) et β -D-mannuronate (M).	23
Figure II.9:representation chimique de la structure typique de la gélatine.	24
Figure II.10:structure chimique du xanthane.	24

Chapitre III : Partie expérimentale

Figure III.1:Feuilles de la plante après séchage	29
Figure III.2:Etape de broyage.	29
Figure III.3:Appareil de Clevenger pour la détermination des huiles essentielles dans les drogues végétales. [13]	30
Figure III. 4:La pesé de la matière végétal.....	30
Figure III.5:Préparation de montage.	31
Figure III.6:Les deux phases eau et huile.....	31
Figure III.7:L'huile récupéré est séché par du sulfate de magnésium.	32
Figure III.8:Récupération de l'huile.....	32
Figure III.9:Hydro distillation à l'aide d'un système de type Clevenger.....	32
Figure III.10:Protocole d'étude expérimentale.	33
Figure III.11:Dosage de solution huileuse.	34
Figure III.12:Estérification de la solution huileuse et solution de blanc par dosage.	35
Figure III.13:Dosage de la solution huileuse.	36
Figure III.14:Saponification de la solution huileuse avec dosage.....	37
Figure III.15:Réaction d'un donneur d'hydrogène avec le radical DPPH.	39

Figure III.16:Evaluation de l'activité anti-oxydante d'H : A) l'activité d'HE de Tipaza,.....	40
Figure III.17:gelpolymérique.....	43
Figure III.18:la solution de chlorure de calcium.....	43
Figure III.19:la filtration des capsules.....	44
Figure III.20:les capsules après séchage.....	44
Figure III.21:l'immergèrent des capsules dans l'huile essentiel.	44

CHAPITRE VI: RESULTATS ET DISCUSSION

Figure IV.1:la valeur de rendement de l'extraction de l'huile essentielle de myrtus communis L de deux régions.	46
Figure IV 2:L'HE de Tipaza.....	47
Figure IV.3:L'HE de Blida.	47
Figure IV.4:Pourcentage d'inhibition de l'HE Blida en fonction de différentes concentrations de l'essai 1.....	48
Figure IV.5:Pourcentage d'inhibition de l'HE Blida en fonction de différentes concentrations de l'essai 2.....	49
Figure IV 6:Moyenne de pourcentage d'inhibition de l'HE Blida en fonction de différentes concentrations.	50
Figure IV.7:Pourcentage d'inhibition de l'HE Tipaza en fonction de différentes concentrations de l'essai 1.....	51
Figure IV.8:Pourcentage d'inhibition de l'HE Tipaza en fonction de différentes concentrations de l'essai 2.....	51
Figure IV.9:Pourcentage d'inhibition de l'HE Tipaza en fonction de différentes concentrations de l'essai 3.....	52
Figure IV.10:Moyenne de pourcentage d'inhibition de l'HE Tipaza en fonction de différentes concentrations.	53
Figure IV.11:La variation du pourcentage d'activité antioxydant (A%) d'Acide ascorbique en fonction de la concentration.	54
Figure IV 12:histogramme des valeurs IC50 des différents HE en g/ml.	55
Figure IV.13:Résultat de taux de gonflement de les capsules rempli par Myrtus communis L pour zone de Blida.....	56
Figure IV.14:Résultat de taux de gonflement de les capsules rempli par Myrtus communis L pour zone de Tipaza.....	57
Figure IV.15:Résultat de rendement d'encapsulation de l'huile essentielle de Myrtus communis L pour zone de Blida.....	58
Figure IV.16:Résultat de rendement d'encapsulation de l'huile essentielle de Myrtus communis L pour zone de Blida.....	59

Liste des tableaux :

CHAPITRE II : LES HUILES ESSENTIELLES ET LES METHODES D'ENCAPSULATION

Tableau II.4:procédés chimiques d'encapsulation appliqués aux huiles essentielles.	20
---	----

CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSION

Tableau IV.1: Les caractères chimiques de myrtus communis L.	46
Tableau IV.2:Caractéristiques organoleptiques de l'HE de myrtus communis L.	47
Tableau IV.3:les résultats de caractéristique physique d'HE.	48
Tableau IV.4: les valeurs de taux d'inhibition pour chaque solution.	48
Tableau IV.5: les valeurs de taux d'inhibition pour chaque solution.	49
Tableau IV.6:Valeurs moyenne de taux d'inhibition pour chaque solution.	49
Tableau IV.7:les valeurs de taux d'inhibition pour chaque solution.	50
Tableau IV.8:les valeurs de taux d'inhibition pour chaque solution.	51
Tableau IV.9:les valeurs de taux d'inhibition pour chaque solution.	52
Tableau IV.10:Valeurs moyenne de taux d'inhibition pour chaque solution.	52
Tableau IV.11: Les valeurs de taux d'inhibition en fonction de la concentration pour chaque solution fille d'acide ascorbique.	54
Tableau IV.12:IC50 de l'huile essentielle de notre plantes.	54

Liste des abréviations

Abs : absorbance

BHT : butyl-hydroxy-toluène

BHA : l'hydroxyanisole butylé

C : concentration (mol.L⁻¹)

C_R : Capsule remplies par un HE

DPPH : (1, 1-Diphenyl-2-picrylhydrazyl)

HE : huile essentielle

HECT : Huile Essentielle Chemo Typée

H : Homogène

I % : pourcentage d'inhibition

IA : L'indice d'acide

IE : L'indice d'ester

IC₅₀ : concentration inhibitrice de 50%

IP : L'indice de peroxyde

IR : L'indice de réfraction

IS : L'indice de saponification

LDL : L'oxydation des Lipoprotéines de faible Densité

PH : Hydrogène Potentiel

PG : gallate de propyle

PK_a : Constant d'équilibre acido-basique

pH : le potentiel hydrogène

R : rendement

ROS : reactive oxygen species

RPE : Résonance Paramagnétique Electronique

RSA : Radical Scavenger Activity

TBHQ : hydroquinone de butyle tertiaire

TG : Le taux de gonflement

TH : Taux d'humidité

T_c : Tube + capsules remplies par un HE

Trolox® : (acide-6-hydroxy-2, 5, 7,8-tetramethylchroman-2-carboxylique)

ROS : Les espèces réactives de l'oxygène

µm: micromètre

mm: millimètre

Sommaire

REMERCIEMENTS	
Dédicace.....	
Résumé.....	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste d'abréviations.....	

INTRODUCTION GENERAL

Introduction générale :	1
-------------------------------	---

CHAPITRE I : DESCRIPTION DE LA PLANTE MYRTUS COMMUNIS L

I. Introduction :	3
I.1. Les plantes en médecine :	5
I.2. Situation géographique et Bioclimat des stations de récolte :	5
I.3- Myrtus communis L:	6
I.4. Caractéristiques histologiques :	7
I.5. Utilisations traditionnelles et indications :	7

CHAPITRE II : LES HUILES ESSENTIELLES ET LES METHODES D'ENCAPSULATION

II.1. Les huiles essentielles :	8
II.1.1. Historique :	8
II.1.2. Définition :	8
II.1.3. Localisation dans les plantes :	8
II.1.4. Caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles :	8
II.1.5. Utilisation des huiles essentielles :	9
II.1.6. Emplois :	10
II.1.7. Analyse des huiles essentielles :	11

II.1.8.Composition chimique de l'huile essentielle de M. communis L.	11
II.1.8.1. Composition chimique.....	11
II.1.8.2. Conservation des huiles essentielles :.....	12
II.1.9.Procédés d'obtention :	12
II.1.9.1.Méthode d'extraction :	13
II.2. Activité pharmacologique du myrte d'Algérie :.....	14
II.2.1. Activité anti-oxydante	14
II.2.2. Méthodes de détermination de l'activité anti-oxydante :	14
II.2.3. Evaluation de l'activité anti-oxydante :.....	16
A. Les vitamines :	16
A.1. La vitamine C :	16
II.2.5. Classification des antioxydants	17
II.2.6. Les stress oxydatif inflammations :.....	19
II.2.6.1. Les stress oxydatif :.....	19
II.2.6.2. Les radicaux libres :.....	19
II. Conclusion :	20
II.3. Techniques de Micro-encapsulation de l'huile essentielle:.....	20
II.3.1. Les formes galéniques obtenues:.....	21
II.3.2. Méthode de gélification ionotropique :	22
II.3.2.1. Principe:.....	22
II.3.2.2. Polymères naturels utilisés dans la méthode de gélification ionotropique :.....	23
II.3.2.2.1. Les alginates:	23
II.3.2.2.1.1. La structure moléculaire d'alginate:	23
II.3.2.2.2. La gélatine:	24
II.3.2.2.2.1. La structure moléculaire de la gélatine.....	24
II.3.2.2.3. Le xanthane:	25
II.3.2.2.3.1. La structure moléculaire du xanthane:	25
II.4. Micro-encapsulation des huiles essentielles	26
II.4.1. Introduction:	26
II.4.2. La micro-encapsulation:	27
II.4.2.1. Historique:	27
II.4.2.2. Définition :.....	27
II.4.2.3. Intérêt de l'Encapsulation :	28

II.4.2.4. Domaine d'application :	28
---	----

CHAPITRE III : Partie expérimentale

Partie I :	29
III.1. MATERIELS ET METHODES :	29
III.1.1. Objectifs de travail :	29
III.1.2. Matériel végétal :	29
III.1.3. Récolte du matériel végétal :	29
III.1.4. Prétraitement de la plante :	29
III.2. Le protocole d'extractions par le montage de Clevenger:.....	30
III.3. Evaluation de quelques indices physico chimique d'HE :	34
III.3.1. Rendement de l'extraction :	34
III.3.2. Les caractères chimiques :	34
III.3.2.2. l'indice d'ester :	35
III.3.2.3. Indice de peroxyde :	37
III.3.2.4. Indice de saponifications :	38
III.3.3. Les caractères physiques :	39
III.3.3.1. Indice de réfraction:.....	39
III.3.3.2. Mesure de pH:	39
III.4. Evaluation de l'activité anti radicalaire :	40
III.4.1. Méthode de réduction du radical libre DPPH	40
III.4.2. Principe.....	40
Partie II :	42
L'encapsulation d'huile essentielle	42
III.1. Elaboration du produit d'encapsulation :	43
III.1.1. Introduction :	43
III.1.2. L'intérêt de l'encapsulation :	43
III.1.3. Le protocole de gélification ionotropique :	43
1. Préparation des capsules :	43
2. Effet des paramètres sur la formation des capsules :	45
3. l'immersion des capsules dans l'huile essentielle :	45
4. Caractérisation des capsules :	46
III. Conclusion :	45

CHAPITRE IV: Résultat et discussions

Partie I :	46
IV.1. Evaluation de quelques indices physico chimique d'HE:.....	46
IV.1.2. Les caractères chimiques :.....	46
IV.1.3. Les caractères physiques :.....	47
IV.2. Evaluation de l'activité anti radicalaire :.....	48
IV.2.1. Calcule de pourcentage d'inhibition I % d'huile essentielle de Blida :.....	48
IV.2.3. Calcule de pourcentage d'inhibition I % d'Acide ascorbique :.....	54
Parti II :	56
IV.1. La caractéristique des capsules :	56
a. Taux d'humidité :.....	56
b. Taux de gonflement :.....	56
c. Calcul du Taux d'encapsulation (%) :.....	59
Conclusion générale :	60
Annexe	

Introduction générale :

Introduction générale :

Les plantes sont des usines biologiques naturelles. Elles produisent des substances biochimiques actives : huiles essentielles (HE), phénols,...et les mettent à la disposition de l'homme qui peut en faire usage pour sa santé et satisfaire ses besoins vitaux (1). Dans l'antiquité, certaines plantes étaient révérees pour des vertus qu'on leur avait reconnues. Aucun ne cherchait à savoir pourquoi et comment elles agissaient, mais c'était un fait incontesté et qui paraissait magique. Actuellement la recherche sur les bienfaits des plantes aromatiques et médicinales voit son développement s'accroître, notamment avec les HE dont les domaines d'application sont nombreux aussi bien en médecine, en pharmacie ainsi que dans d'autres domaines tels que l'agroalimentaire, les industries chimiques, etc.

Les effets bioactifs des HE et des extraits se sont largement avérés être liés à leurs grande richesse en composés terpéniques et aromatiques dont les structures chimiques sont très diversifiées. (1)

L'Algérie de par son climat (méditerranéen, aride) et la nature de ses sols, possède une flore particulièrement riche en plantes médicinales et aromatiques dont la plupart existe à l'état spontané. C'est pourquoi, nous nous sommes intéressés à étudier certaines plantes, poussant à l'état spontané dans le nord algérien. Au cours de ce travail, notre choix s'est porté sur l'étude une plantes aromatiques. Il s'agit de *Myrtus communis* L de la famille des myrtacées utilisées depuis longtemps et considérée comme interchangeable thérapeutique, les échantillons de cette espèce sont récoltés de régions du nord algérien (Blida et Tipaza).

De nos jours, les antioxydants de synthèses sont critiqués en raison des problèmes qu'ils peuvent engendrer sur la santé du consommateur.

Le but de ce travail est d'explorer l'activité anti-oxydante d'huile essentielle de la plante myrtes communis, Une plante largement utilisée pour traiter certaines douleurs chez nous en Algérie.

Les myrtus communis, est un arbuste typique du pourtour méditerranéen qui est bien ancré dans la culture et les croyances des peuples qui bordent la grande bleue. Le myrte appartient à la famille des myrtacées, comme l'eucalyptus, le giroflier, le niaouli, et l'arbre à thé. Ces espèces sont largement décrites comme possédant des propriétés pharmacologiques, et il n'est donc pas surprenant que l'on ait prêté au myrte tant de vertus.

Les huiles essentielles sont des composés volatils utilisés dans de nombreux domaines comme le secteur agro-alimentaire, la parfumerie, la cosmétique, l'aromathérapie ou encore la phytopathologie(2) et généralement les huiles très sensibles aux réactions d'oxydation tels que

les huiles essentielles peuvent être protégées de l'oxydation par la technique de l'encapsulation.

Ceux-ci sont alors protégés physiquement de la lumière, de l'oxygène et des autres initiateurs de l'oxydation (les métaux, enzyme...) (3)

L'encapsulation est un procédé très utilisé à plusieurs secteurs d'activités partant de la chimie à l'agro-alimentaires en passant par les secteurs pharmaceutiques, cosmétiques, l'agriculture, les textiles ou encore la peinture (4). C'est un procédé qui vise en premier lieu à protéger les matières sensibles connues par leurs effets thérapeutiques et en deuxième lieu à contrôler son libération dans les sites d'actions.

Dans ce contexte où s'inscrit notre travail, nous avons tenté d'atteindre l'objectif, qui consiste à appliquer le procédé de gélification ionotropique, pour former des capsules comportant d'huile essentielle. La gélification ionotropique est une technique innovante utilisée pour la production de polymères à unités multiples. Ils sont généralement de forme sphérique et sont caractérisés par un diamètre pouvant varier de quelques μm à quelques mm.

Notre travail est décomposé en trois chapitres:

Le premier chapitre est consacré aux fondements et considérations théoriques découlant des procédés conventionnels et innovants d'extraction des huiles essentiels ainsi qu'une l'étude de l'activité anti-oxydante des huiles essentielles récupérées à partir d'une plante endémique.

Le deuxième chapitre donne une description de procédé de l'encapsulation, les principaux avantages et inconvénients

Le troisième chapitre concerne la partie expérimentale de ce travail où il comporte deux contributions :

- La première détaille le processus adopté pour l'extraction des huiles essentielles de la plante *Myrtus communis* L ainsi que l'évaluation de l'activité antioxydante.
- La deuxième contribution donne l'étude de sensibilité des paramètres opératoires influençant le procédé d'encapsulation des huiles essentielles et afin d'assurer la protection, la compatibilité et la stabilisation d'une matière active dans une formulation une tentative d'encapsuler les huiles à partir des mélanges des polymères est effectuée en étudiant l'influence des paramètres opératoires (agitation, température...).

CHAPITRE I :

**Description de la plante *Myrtus
communis* L**

Introduction :

Les huiles essentielles constituent des produits à forte valeur ajoutée qui peuvent être valorisés dans différents secteurs d'activités: pharmacie, cosmétique ou agroalimentaire. Ces mélanges complexes peuvent renfermer une centaine (et parfois plus) de constituants. La valorisation de ces substances naturelles passe préalablement par une étape de caractérisation de leur composition chimique, permettant de les caractériser d'en contrôler la qualité et de mettre en évidence une éventuelle spécificité. Cependant, l'identification et la quantification des constituants d'un mélange naturel demeurent toujours une opération délicate nécessitant l'utilisation de techniques complémentaires. De ce fait, la démarche analytique utilisée doit présenter une grande fiabilité et nécessite l'association de plusieurs techniques.

L'objectif général de ce travail est d'étudier la composition chimique et les propriétés antibactériennes et anti-oxydantes des huiles essentielles de quatre plantes issues de la médecine traditionnelle ivoirienne. (1)

Pour atteindre cet objectif, les objectifs spécifiques suivant ont été dégagés:

- Evaluer les propriétés anti-oxydantes de ces huiles essentielles.
- Evaluer les caractères chimiques par différentes indices.

En vue de rendre compte de la démarche scientifique adoptée, ce manuscrit comportera deux parties :

Dans **une première partie**, une revue bibliographique sera présentée sur les plantes en santé humaine, les huiles essentielles, la description des espèces végétales utilisées dans ce travail.

La problématique de la résistance aux antibiotiques sera également présentée dans cette partie.

La deuxième partie du manuscrit présentera le matériel et les méthodes utilisés, notamment l'extraction des huiles essentielles ainsi que l'analyse de leur composition chimique et l'évaluation de l'activité anti-oxydante terminera cette deuxième partie.

I.1. Les plante en médecine :

Les plantes ont de tout temps été employées pendant des siècles comme remèdes pour les maladies humaines parce qu'elles contiennent des composants de valeur thérapeutiques. Le pouvoir de guérison des plantes provient des effets de leurs métabolites secondaires. Ces métabolites interviennent dans la défense contre les parasites pathogènes. On distingue plusieurs groupes métabolites notamment les phénols (simples phénols, acides phénoliques, quinones, flavonoïdes, flavones, flavonols, tannins et les coumarines), les alcaloïdes, les terpénoïdes et polypeptides.

Quelques-uns de ces composés sont décrits à la figure I.1 (2)

Depuis la préhistoire, plus d'une centaine ou milliers de plantes ont été utilisées dans le monde entier sous forme de cataplasme ou d'infusion. En Côte d'Ivoire, de nombreux travaux ont été réalisés sur les plantes médicinales on peut citer ceux (3) Ces données sur les plantes médicinales ont permis d'une part d'expliquer leur action thérapeutique et d'autre part de confirmer leurs utilisations en médecine traditionnelle.

La majorité de la population mondiale (75%) représentant la tranche vivant sous le seuil de la pauvreté, utilise les plantes pour subvenir aux besoins de santé primaire, malgré l'existence des médicaments synthétiques (4). Comme dans beaucoup d'autres pays d'Afrique subtropicale, plus de 75 % des ivoiriens se soignent par les plantes (5).

Cette ruée vers la médecine par les plantes peut s'expliquer par le fait que les plantes sont accessibles et abondantes, rendant ainsi la médecine par le traitement des plantes, abordable surtout dans les pays en voie de développement (6). De plus, les effets secondaires causés par les plantes sont minimales voire absents, au contraire des médicaments semi-synthétiques ou synthétiques (7).

I.2. Situation géographique et Bioclimat des stations de récolte :

Notre étude a été menée dans 19 stations de récolte, qui s'étendent du Nord jusqu'au sud de l'Algérie, appartenant à différents étages bioclimatiques.

Le climat est de type méditerranéen sur toute la frange Nord qui englobe le littoral et l'Atlas tellien (étés chauds et secs, hivers humides et frais), semi-aride sur les hauts plateaux au centre du pays, et désertique dès que l'on franchit la chaîne de l'Atlas Saharien.

On distingue dans la partie Nord, deux grands ensembles l'Atlas Tellien et les zones littorales. Le système Tellien est un ensemble constitué par une succession de massifs montagneux côtiers et sublittoraux et de plaines.

Le premier groupe de stations de récolte comprend les sites des stations littorales qui s'étendent dans le climagramme d'Emberger dans l'étage bioclimatique sub-humide, situées au Nord- Est d'Algérie: Jijel(J), Skikda, Khannguet Aoun (Wilaya d'El Tarf), Zitouna (Wilaya d'El Tarf) et Seraidi (Wilaya d'Annaba)(AN). Le deuxième groupe comprend les stations de l'Atlas tellien situées à l'Est algérien: Bouhadjar (Wilaya de El Tarf), Mechroha(Wilaya de Souk Ahras), Bouchegouf (Wilaya de Guelma), dans le Centre soit à l'Est d'Alger: Tadmait (Wilaya de Tizi Ouzou), Adekar (Wilaya de Bejaïa)(A), Bouira (Wilaya de Bouira), Tazemalt (Wilaya de Béjaïa (TZ)),Mansoura (Wilaya de Bordj Bou Arreridj), soit à l'ouest d'Alger: Saoula (Wilaya d'Alger), Mouzaïa (Wilaya de Blida) (MO), Bainem (Wilaya d'Alger), Hammam Righa (Wilaya de Ain Defla) et à l'Ouest d'Algérie dans précipitations annuelles, la température moyenne. Les données ont été fournies de la base de données Climate–Data (1). La figure I.1 est divisée en quatre parties (**I, II, III et IV**), sur la base du taux des précipitations annuelles classées par ordre décroissant. Le type climatique est mentionné pour chaque station selon la classification de Köppen Geiger. Cette classification est fondée sur les précipitations et les températures. Chaque climat est repéré par un code de trois lettres précisé pour chaque station de récolte.

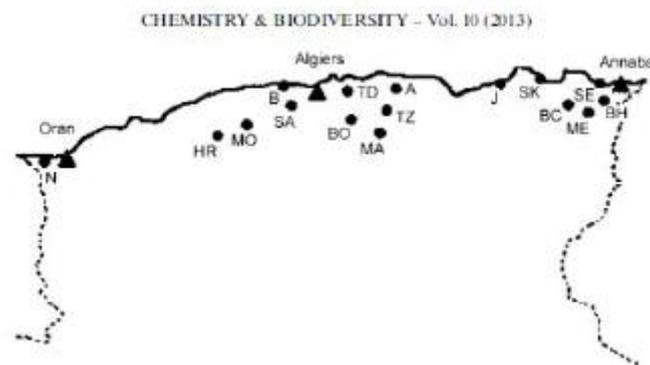


Figure I.1:localisation de *Myrtus communis* L.1

I.3- *Myrtus communis* L:

- **Position systématique :**

Le myrte commun est connu sous différentes dénominations selon les pays (8)

- **Français :** Myrte commun.
- **Anglais :** Common myrtle, Greek myrtle, myrtle, sweet myrtle.
- **Arabe:** arrayan, *A'as*, *rihan* أس،الريحان
- **Berbère:** *Tarihant*.
- **Corse:** morta, mortula

- **Espagnol:** arrayan, mirto, mortella, mortin.

La classification APGIII (2009) ou classification phylogénétique inclut *Myrtus communis* L. au sein des clades suivants :

Famille : Myrtaceae

Genre : *Myrtus*

Cette classification, est précisée dans la base de données Américaine NCBI-Taxonomy.



Figure I.2: *Myrtus communis* L.

I.4. Caractéristiques histologiques :

Le myrtus est une plante aromatique, caractérisée par la présence de glandes ou structures sécrétrices dans les feuilles, les fleurs et les fruits (9) L'accumulation de l'huile essentielle dans des cavités sécrétrices du type schizogène, est une caractéristique de la famille des Myrtacées. Récemment, la structure anatomique et le développement des cavités sécrétrices des différentes parties végétatives de *M. communis* ont été décrites. La poche sécrétrice est localisée sous l'épiderme foliaire et présentée dans la figure 03 ; elle est constituée d'un espace intracellulaire, qui est entouré par un épithélium de cellules sécrétrices d'huile essentielle. (10)

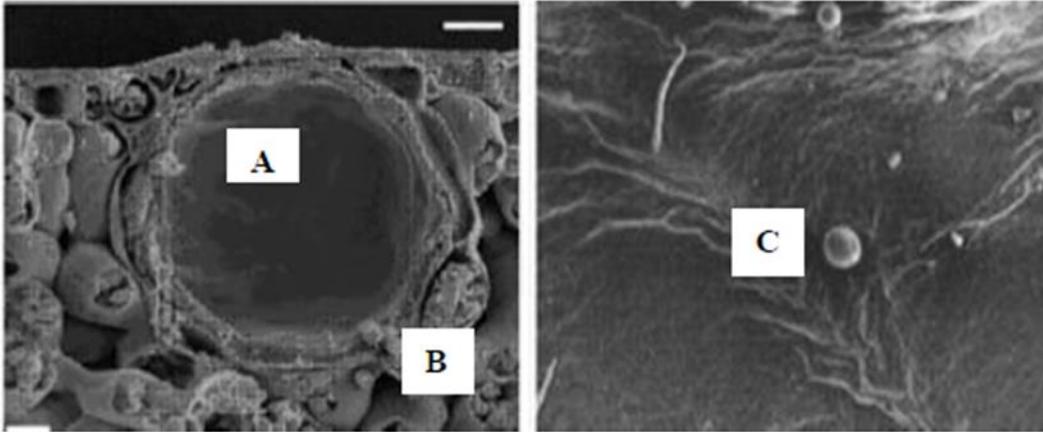


Figure I.3:Micrographie de la poche sécrétrice type «schizogène» de la feuille de *Myrtus communis* L. observée au microscope électronique.

A: Cavité sécrétrice, **B:** cellules sécrétrices, **C:** sécrétion des gouttelettes d'huiles essentielles. (9)

I.5. Utilisations traditionnelles et indications :

Le myrtus communis occupe une place importante dans l'histoire, il était réputé pour son action antiseptique. Hippocrate (médecin grec, vers 377 av. J.C.) utilisait ses baies contre les métrorragies. Dioscoride et Pline (médecins latins du 1er siècle ap. JC) indiquaient de nombreuses applications médicales. Ainsi, les feuilles écrasées s'appliquaient sur les ulcères.

La poudre de feuilles est utilisée pour préparer, un cérat contre les panaris et les maladies des ongles, et administrée contre les pertes séminales et les sueurs cardiaques. Les fleurs sont utilisées pour faire noircir les cheveux. Les fruits verts ou desséchés s'employaient contre les hémorragies; bouillis dans le vin comme vulnéraire et astringent externe. Le suc des baies était utilisé comme stomachique et diurétique. Les graines sont employées contre les affections osseuses. (10)

En Algérie, les feuilles de *Myrtus communis* L. sont utilisées comme remède contre les affections des voies respiratoires. Les préparations à base de plantes sont préconisées contre les bronchites, les sinusites, les otites, les diarrhées et les hémorroïdes. Les fruits constituent un remède contre la dysenterie, l'entérite et les hémorragies (13). Le myrtus est communis L en Algérie pour ses propriétés anti-inflammatoires et hypoglycémiantes. (14)

L'huile essentielle de *Myrtus communis* L. entre dans diverses spécialités pharmaceutiques telles que Myrtus inhalant® solution pour inhalation par fumigation ou Nazinette du docteur Gilbert®, pommade nasale. (15)

I. Introduction :

Les huiles essentielles constituent des produits à forte valeur ajoutée qui peuvent être valorisés dans différents secteurs d'activités: pharmacie, cosmétique ou agroalimentaire. Ces mélanges complexes peuvent renfermer une centaine (et parfois plus) de constituants. La valorisation de ces substances naturelles passe préalablement par une étape de caractérisation de leur composition chimique, permettant de les caractériser d'en contrôler la qualité et de mettre en évidence une éventuelle spécificité. Cependant, l'identification et la quantification des constituants d'un mélange naturel demeurent toujours une opération délicate nécessitant l'utilisation de techniques complémentaires. De ce fait, la démarche analytique utilisée doit présenter une grande fiabilité et nécessite l'association de plusieurs techniques.

L'objectif général de ce travail est d'étudier la composition chimique et les propriétés antibactériennes et anti-oxydantes des huiles essentielles de quatre plantes issues de la médecine traditionnelle ivoirienne. (1)

Pour atteindre cet objectif, les objectifs spécifiques suivant ont été dégagés:

- Evaluer les propriétés anti-oxydantes de ces huiles essentielles.
- Evaluer les caractères chimiques par différentes indices.

En vue de rendre compte de la démarche scientifique adoptée, ce manuscrit comportera deux parties :

Dans **une première partie**, une revue bibliographique sera présentée sur les plantes en santé humaine, les huiles essentielles, la description des espèces végétales utilisées dans ce travail.

La problématique de la résistance aux antibiotiques sera également présentée dans cette partie.

La deuxième partie du manuscrit présentera le matériel et les méthodes utilisés, notamment l'extraction des huiles essentielles ainsi que l'analyse de leur composition chimique et l'évaluation de l'activité anti-oxydante terminera cette deuxième partie.

I.1. Les plante en médecine :

Les plantes ont de tout temps été employées pendant des siècles comme remèdes pour les maladies humaines parce qu'elles contiennent des composants de valeur thérapeutiques. Le pouvoir de guérison des plantes provient des effets de leurs métabolites secondaires. Ces métabolites interviennent dans la défense contre les parasites pathogènes. On distingue plusieurs groupes métabolites notamment les phénols (simples phénols, acides phénoliques, quinones, flavonoïdes, flavones, flavonols, tannins et les coumarines), les alcaloïdes, les terpénoïdes et polypeptides.

Quelques-uns de ces composés sont décrits à la figure I.1 (2)

Depuis la préhistoire, plus d'une centaine ou milliers de plantes ont été utilisées dans le monde entier sous forme de cataplasme ou d'infusion. En Côte d'Ivoire, de nombreux travaux ont été réalisés sur les plantes médicinales on peut citer ceux (3) Ces données sur les plantes médicinales ont permis d'une part d'expliquer leur action thérapeutique et d'autre part de confirmer leurs utilisations en médecine traditionnelle.

La majorité de la population mondiale (75%) représentant la tranche vivant sous le seuil de la pauvreté, utilise les plantes pour subvenir aux besoins de santé primaire, malgré l'existence des médicaments synthétiques (4). Comme dans beaucoup d'autres pays d'Afrique subtropicale, plus de 75 % des ivoiriens se soignent par les plantes (5).

Cette ruée vers la médecine par les plantes peut s'expliquer par le fait que les plantes sont accessibles et abondantes, rendant ainsi la médecine par le traitement des plantes, abordable surtout dans les pays en voie de développement (6). De plus, les effets secondaires causés par les plantes sont minimales voire absents, au contraire des médicaments semi-synthétiques ou synthétiques (7).

I.2. Situation géographique et Bioclimat des stations de récolte :

Notre étude a été menée dans 19 stations de récolte, qui s'étendent du Nord jusqu'au sud de l'Algérie, appartenant à différents étages bioclimatiques.

Le climat est de type méditerranéen sur toute la frange Nord qui englobe le littoral et l'Atlas tellien (étés chauds et secs, hivers humides et frais), semi-aride sur les hauts plateaux au centre du pays, et désertique dès que l'on franchit la chaîne de l'Atlas Saharien.

On distingue dans la partie Nord, deux grands ensembles l'Atlas Tellien et les zones littorales. Le système Tellien est un ensemble constitué par une succession de massifs montagneux côtiers et sublittoraux et de plaines.

Le premier groupe de stations de récolte comprend les sites des stations littorales qui s'étendent dans le climagramme d'Emberger dans l'étage bioclimatique sub-humide, situées au Nord- Est d'Algérie: Jijel(J), Skikda, Khannguet Aoun (Wilaya d'El Tarf), Zitouna (Wilaya d'El Tarf) et Seraidi (Wilaya d'Annaba)(AN). Le deuxième groupe comprend les stations de l'Atlas tellien situées à l'Est algérien: Bouhadjar (Wilaya de El Tarf), Mechroha(Wilaya de Souk Ahras), Bouchegouf (Wilaya de Guelma), dans le Centre soit à l'Est d'Alger: Tadmait (Wilaya de Tizi Ouzou), Adekar (Wilaya de Bejaïa)(A), Bouira (Wilaya de Bouira), Tazemalt (Wilaya de Béjaïa (TZ)),Mansoura (Wilaya de Bordj Bou Arreridj), soit à l'ouest d'Alger: Saoula (Wilaya d'Alger), Mouzaïa (Wilaya de Blida) (MO), Bainem (Wilaya d'Alger), Hammam Righa (Wilaya de Ain Defla) et à l'Ouest d'Algérie dans précipitations annuelles, la température moyenne. Les données ont été fournies de la base de données Climate–Data (1). La figure I.1 est divisée en quatre parties (**I, II, III et IV**), sur la base du taux des précipitations annuelles classées par ordre décroissant. Le type climatique est mentionné pour chaque station selon la classification de Köppen Geiger. Cette classification est fondée sur les précipitations et les températures. Chaque climat est repéré par un code de trois lettres précisé pour chaque station de récolte.

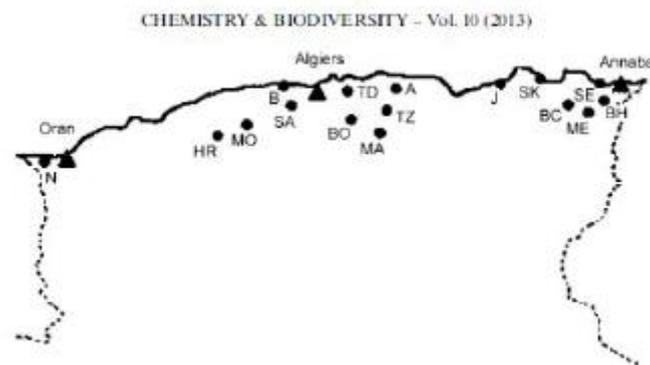


Figure I.1:localisation de *Myrtus communis* L.1

I.3. *Myrtus communis* L:

- **Position systématique :**

Le myrte commun est connu sous différentes dénominations selon les pays (8)

- **Français :** Myrte commun.
- **Anglais :** Common myrtle, Greek myrtle, myrtle, sweet myrtle.
- **Arabe:** arrayan, *A'as*, *rihan* أس،الريحان
- **Berbère:** *Tarihant*.
- **Corse:** morta, mortula

- **Espagnol:** arrayan, mirto, mortella, mortin.

La classification APGIII (2009) ou classification phylogénétique inclut *Myrtus communis* L. au sein des clades suivants :

Famille : Myrtaceae

Genre : *Myrtus*

Cette classification, est précisée dans la base de données Américaine NCBI-Taxonomy.



Figure I.2: *Myrtus communis* L.

I.4. Caractéristiques histologiques :

Le myrtus est une plante aromatique, caractérisée par la présence de glandes ou structures sécrétrices dans les feuilles, les fleurs et les fruits (9) L'accumulation de l'huile essentielle dans des cavités sécrétrices du type schizogène, est une caractéristique de la famille des Myrtacées. Récemment, la structure anatomique et le développement des cavités sécrétrices des différentes parties végétatives de *M. communis* ont été décrites. La poche sécrétrice est localisée sous l'épiderme foliaire et présentée dans la figure 03 ; elle est constituée d'un espace intracellulaire, qui est entouré par un épithélium de cellules sécrétrices d'huile essentielle. (10)

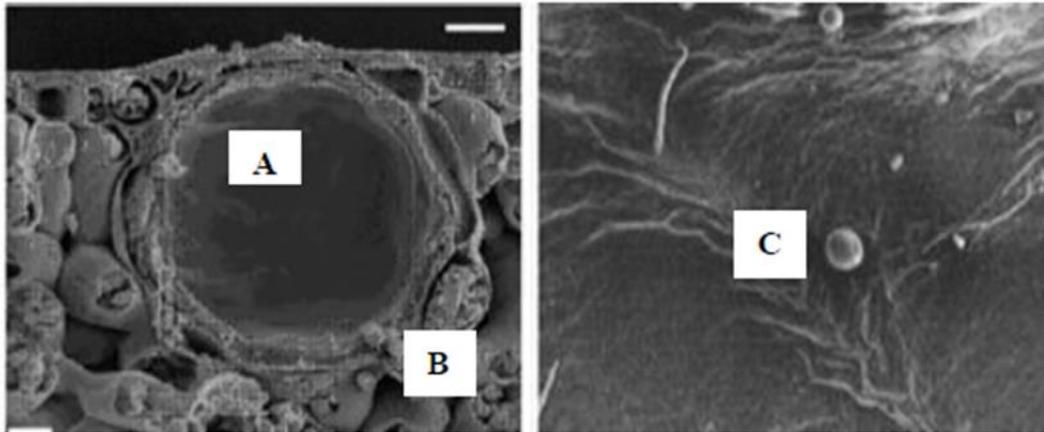


Figure I.3:Micrographie de la poche sécrétrice type «schizogène» de la feuille de *Myrtus communis* L. observée au microscope électronique.

A: Cavité sécrétrice, **B:** cellules sécrétrices, **C:** sécrétion des gouttelettes d'huiles essentielles. (9)

I.5. Utilisations traditionnelles et indications :

Le myrtus communis occupe une place importante dans l'histoire, il était réputé pour son action antiseptique. Hippocrate (médecin grec, vers 377 av. J.C.) utilisait ses baies contre les métrorragies. Dioscoride et Pline (médecins latins du 1er siècle ap. JC) indiquaient de nombreuses applications médicales. Ainsi, les feuilles écrasées s'appliquaient sur les ulcères.

La poudre de feuilles est utilisée pour préparer, un cérat contre les panaris et les maladies des ongles, et administrée contre les pertes séminales et les sueurs cardiaques. Les fleurs sont utilisées pour faire noircir les cheveux. Les fruits verts ou desséchés s'employaient contre les hémorragies; bouillis dans le vin comme vulnéraire et astringent externe. Le suc des baies était utilisé comme stomachique et diurétique. Les graines sont employées contre les affections osseuses. (10)

En Algérie, les feuilles de *Myrtus communis* L. sont utilisées comme remède contre les affections des voies respiratoires. Les préparations à base de plantes sont préconisées contre les bronchites, les sinusites, les otites, les diarrhées et les hémorroïdes. Les fruits constituent un remède contre la dysenterie, l'entérite et les hémorragies (13). Le myrtus est communis L en Algérie pour ses propriétés anti-inflammatoires et hypoglycémiantes. (14)

L'huile essentielle de *Myrtus communis* L. entre dans diverses spécialités pharmaceutiques telles que Myrtus inhalant® solution pour inhalation par fumigation ou Nazinette du docteur Gilbert®, pommade nasale. (15)

CHAPITRE II :

Les huiles essentielles et les méthodes d'encapsulation

II.1. Les huiles essentielles :

Les huiles essentielles (HE) sont des produits végétaux naturels très intéressants et possèdent entre autres qualités diverses propriétés biologiques. Le terme « biologique » comprend toutes les activités que ces mélanges de composés volatils (principalement les mono et sesquiterpénoïdes, les benzénoïdes, les phénylpropanoïdes, etc.) exercent sur les humains, les animaux et d'autres plantes. (1)

II.1.1. Historique :

En médecine traditionnelle, les huiles essentielles ont permis la réalisation de soins. À partir du XIXe siècle, plusieurs principes actifs odorants des huiles essentielles furent isolés, d'où leur utilisation spécifique. C'est dans les années 1930 que le chimiste français René Maurice Gatte fosse utilisa le terme d' « aromathérapie » pour désigner les pratiques médicales utilisant les huiles essentielles. Faisant des recherches en parfumerie, il constata sur lui-même, après un accident de laboratoire, que l'huile essentielle de lavande avait des propriétés antiseptiques et cicatrisantes. (2)

II.1.2. Définition :

Les huiles essentielles, appelées aussi essences, sont des mélanges de substances aromatiques produites par de nombreuses plantes et présentes 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, c'est-à-dire qu'elles s'évaporent rapidement dans l'air. (3)

II.1.3. Localisation dans les plantes :

Les huiles essentielles se trouvent dans toutes les parties du végétal : dans les poils sécréteurs des feuilles ou pétales, les cellules du parenchyme les poches à essences, le bois .La teneur en huiles essentielles d'une plante est très faible : de l'ordre de 1 ‰ à 1 %. (4)

II.1.4. Caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles :

Malgré la différence de constituants des huiles essentielles, ils possèdent en commun un certain nombre de propriétés physiques :

- Elles sont généralement liquides à la température ordinaire.

- Elles sont volatiles et entraînaient à la vapeur d'eau.
- Elles sont généralement incolores ou jaune pâle lorsqu'elles viennent d'être préparées.
- Leur densité est généralement inférieure à 1.
- Elles sont peu solubles dans l'eau mais lui communiquent leur odeur.
- Elles sont solubles dans la plupart des solvants organiques et dans les huiles fixes.
- Elles sont sensibles à l'oxydation et donc de conservation limitée.



Figure II.1: L'extraie des huiles essentielles.

A partir de ces propriétés que l'on prend des précautions de conservation, dans des flacons de petites tailles, bien bouchés, colorés ou en aluminium et si possible à basse température. (5)
(6)

II.1.5. Utilisation des huiles essentielles :

Suite au recensement agricole de 2000, l'ONIPPAM a pu déterminer que 2/3 des productions cultivées de plantes à parfum, aromatiques et médicinales sont destinées à l'extraction des huiles essentielles.

Les huiles Essentielles sont, principalement, utilisées en raison de leurs propriétés odorantes d'une part, et de leurs propriétés médicinales.

- **Utilisation pour leurs propriétés odorantes :**

Les huiles essentielles sont employées dans le secteur de la cosmétique, notamment pour la fabrication des parfums ; dans les compositions parfumantes des détergents et des produits de parfumerie fonctionnelle ; mais aussi dans le domaine alimentaire. L'utilisation des huiles essentielles pour l'élaboration des parfums est évidente. Dans le secteur de la parfumerie fonctionnelle, les huiles essentielles sont sélectionnées pour renforcer l'impression de propreté ; de même, dans le domaine alimentaire, les huiles essentielles ont pour objectif de développer les arômes, le plus souvent dans des plats préparés.

- **Utilisation pour leurs propriétés médicinales :**

L'utilisation historique des plantes en raison de leurs propriétés thérapeutiques, avec les avancées techniques et scientifiques, mené à l'isolation de principes actifs. Il faut alors distinguer phytothérapie et aromathérapie : la phytothérapie est la médecine par les plantes, utilisés en partie ou en totalité, sous différentes formes (teintures mères, extraits fluides ou secs, poudres, infusions, décoctions, ...) ; l'aromathérapie n'utilise que les principes actifs d'une partie de la plante, où ils sont extrêmement concentrés. D'après, ces deux types de médecines sont complémentaires. Les huiles essentielles sont employées en aromathérapie pour les cas aigus, alors que la phytothérapie est plus adaptée aux cas chroniques.

II.1.6. Emplois :

Actuellement, près de 3000 huiles essentielles sont décrites, parmi lesquelles environ 300 présentent une importance commerciale dans le cadre d'applications pharmaceutiques, cosmétiques, alimentaires, agronomiques ou dans le domaine de la parfumerie. (7)

A- En thérapeutique: les huiles essentielles sont utilisées en aromathérapie, une branche de la phytothérapie qui utilise les huiles essentielles pour traiter un certain nombre de maladies. Beaucoup d'ouvrages décrivent des préparations à base d'huiles essentielles diverses prescrites pour le traitement de plusieurs maladies. Cependant, ces prescriptions ne possèdent pas de bases scientifiques rigoureuses car elles sont souvent tirées de pratiques empiriques. Les huiles essentielles sont également utilisées en médecine dentaire, l'exemple le plus couramment utilisée est la listerine: inventée au XIX^{ème} siècle, comme un puissant antiseptique chirurgical utilisée également sous forme de bain de bouche pour le soin de santé bucco-dentaire. (8)

L'eugénol est utilisé en dentisterie pour ses propriétés antiseptiques et analgésiques. (9)

B- En industrie: les huiles essentielles sont utilisées dans le domaine de la cosmétique, afin de donner une odeur agréable au produit, masquage de l'odeur des principes actifs, meilleure régularité dans l'utilisation du produit du fait de la sensation agréable apportée, mais aussi comme conservateurs, du fait des propriétés antimicrobiennes fréquemment rencontrées (10). Dans le domaine de la parfumerie, même si les produits naturels ont pu connaître un déclin lors de l'essor de la chimie de synthèse, les huiles essentielles jouent toujours un rôle fondamental. A titre d'exemple, l'huile essentielle de Aniba rosaeodora Ducke, composée en très grande majorité de 70 à 90 % de linalol possède cependant une plus grande richesse olfactive que la molécule pure, du fait de la présence des constituants minoritaires. (11)

Les huiles essentielles sont utilisées aussi bien en thérapeutique qu'en industrie. La valorisation ou la commercialisation de ces mélanges naturels, qu'elle soit la propriété biologique exercée

ainsi que leur emploi, est en général précédée d'une étape de caractérisation de leur composition chimique qui inclut l'identification et la quantification des constituants. Ce travail délicat nécessite de disposer des outils analytiques rapides et fiables. Pour cela, nous allons décrire les méthodes d'identification des constituants des mélanges naturels.

II.1.7. Analyse des huiles essentielles :

Selon la Pharmacopée française et européenne, le contrôle des huiles essentielles s'effectue par différents essais, comme la miscibilité à l'éthanol et certaines mesures physiques : indice de réfraction, pouvoir rotatoire et densité relative. La couleur et l'odeur sont aussi des paramètres importants (12). La meilleure carte d'identité quantitative et qualitative d'une huile essentielle reste cependant le profil chromatographique en phase gazeuse. Il permet de connaître très exactement la composition chimique et de rechercher d'éventuelles traces de produits indésirables tels des pesticides ou des produits chimiques ajoutés.

II.1.8. Composition chimique de l'huile essentielle de M. communis L :

II.1.8.1. Composition chimique :

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes, contenant de très nombreuses espèces chimiques, identifiables par chromatographie. Il s'agit d'espèces organiques : des terpéniques et des aromatiques (aldéhydes, esters, alcools...) ; l'espèce majoritaire est appelée principe actif. En Principe, toutes les parties d'une plante contiennent ces huiles essentielles, mais elles sont souvent majoritairement dans l'une d'elles. La teneur des plantes en huile essentielle est faible de 1 à 3%. Les composés volatils ont la propriété de se solubiliser dans les huiles et les graisses et par la même ont reçu empiriquement le nom d'huile. Le terme « huile » soulignant le caractère visqueux et hydrophobe de ces substances, le terme « essentiel » se comprenant comme la caractéristique principale de la plante.

On regroupe l'huile essentielle en 11 familles de substances chimiques :

- Les esters. - Les phénols. -Les lactones et coumarines.
- Les cétones. -Les acides. -Les aldéhydes aromatiques.
- Les oxydes. -Les alcools. -Les aldéhydes aliphatiques.
- Les sesquiterpènes. -Les mono terpènes (13)

II.1.8.2. Conservation des huiles essentielles :

Les huiles essentielles de bonne qualité peuvent se conserver plusieurs années sous certaines conditions, jusque cinq ans pour les H.E.C.T par exemple. Seules les essences de Citrus se gardent un peu moins longtemps (trois ans).

Les huiles essentielles sont volatiles, il ne faut donc pas oublier de bien fermer les flacons.

Il est préférable de les conserver dans un flacon en aluminium ou en verre teinté (brun, vert, ou bleu) et de les garder à l'abri de la lumière à une température ambiante jusque vingt degrés.

Il existe des normes spécifiques sur l'emballage, le conditionnement et le stockage des huiles essentielles ainsi que sur le marquage des récipients contenant des HE. (14)

II.1.9. Procédés d'obtention :

- **Techniques de l'hydro distillation/l'entraînement à la vapeur :**

La distillation est un procédé de séparation basé sur un équilibre L (liquide) \leftrightarrow V (vapeur). Par chauffage, le liquide entre en ébullition et la vapeur en équilibre avec le liquide sera plus riche en constituant les plus volatils. La technique implique la condensation de la vapeur et la récupération

Des fractions liquides résultantes. Nous avons utilisé la technique d'extraction de référence: l'hydrodistillation en utilisant l'appareil de Clevenger (15).

L'hydrodistillation consiste à immerger directement le matériel végétal à traiter (intact ou éventuellement broyé) dans un réacteur rempli d'eau qui est ensuite portée à ébullition. Les vapeurs hétérogènes sont condensées sur une surface froide et l'huile essentielle se sépare par différence de densité. On récupère un surnageant nommé huile essentielle. La distillation s'effectue avec recyclage d'eau (cohobation).

Les huiles essentielles des espèces du genre *Myrtus* (*Myrtus communis* L., *Myrtus nivellei* Batt. & Trab.) ont été préparées par hydro distillation avec un appareil de type Clevenger (ballon de 1L ou 2L) pendant une durée de trois heures à partir d'une masse de végétal de 100 g. Les rendements sont calculés par rapport à la masse du végétal sec. Les huiles essentielles sont conservées dans des piluliers à 4 °C à l'abri de la lumière (verre ombré).

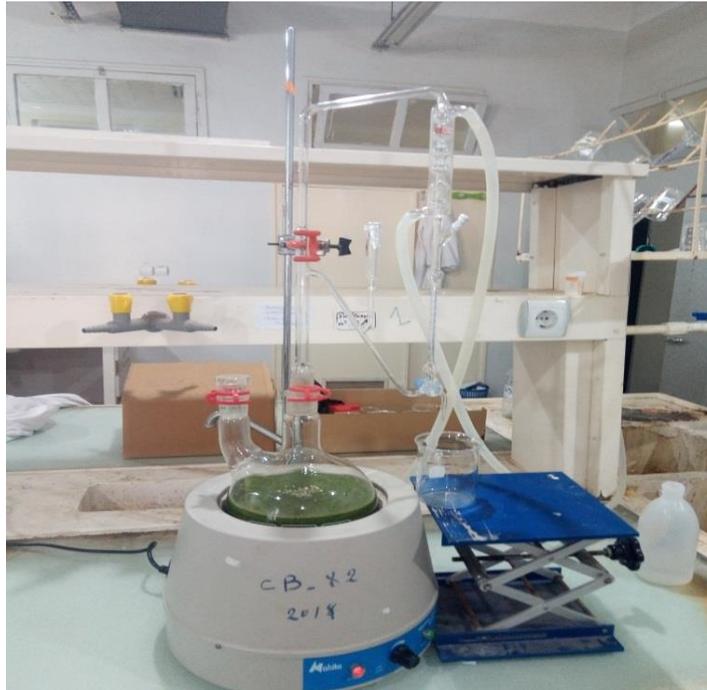


Figure II.2: L'hydro distillation en utilisant l'appareil de Clevenger.

II.1.9.1.Méthode d'extraction :

Depuis des milliers d'années, les médecines naturelles ont une grande importance. Les produits naturels sont des sources importantes pour les industries pharmaceutiques. Il existe une grande variété de produits naturels avec une large gamme d'applications et est considéré Comme une aubaine pour l'étude ayurvédique. De nos jours, l'utilisation de produits naturels important de développer une méthode efficace d'extraction de produits naturels. (16)

Les huiles essentielles ou les essences végétales sont ce que les plantes précieux les plus précieux.

Il existe déférente méthodes d'obtention de l'huile essentielle parmi ces méthodes nous citrons trois principales méthodes :

- Expression.
- Extraction par solvant.
- Distillation.

Pour chaque méthode, il peut y avoir de nombreuses variations et raffinements et l'extraction peut être effectuée sous pression réduite (vide), pression ambiante ou surpression. Le choix de la Méthode d'extraction dépendra de la nature du matériau, de la stabilité des composants chimiques et de la spécification du produit. (17)

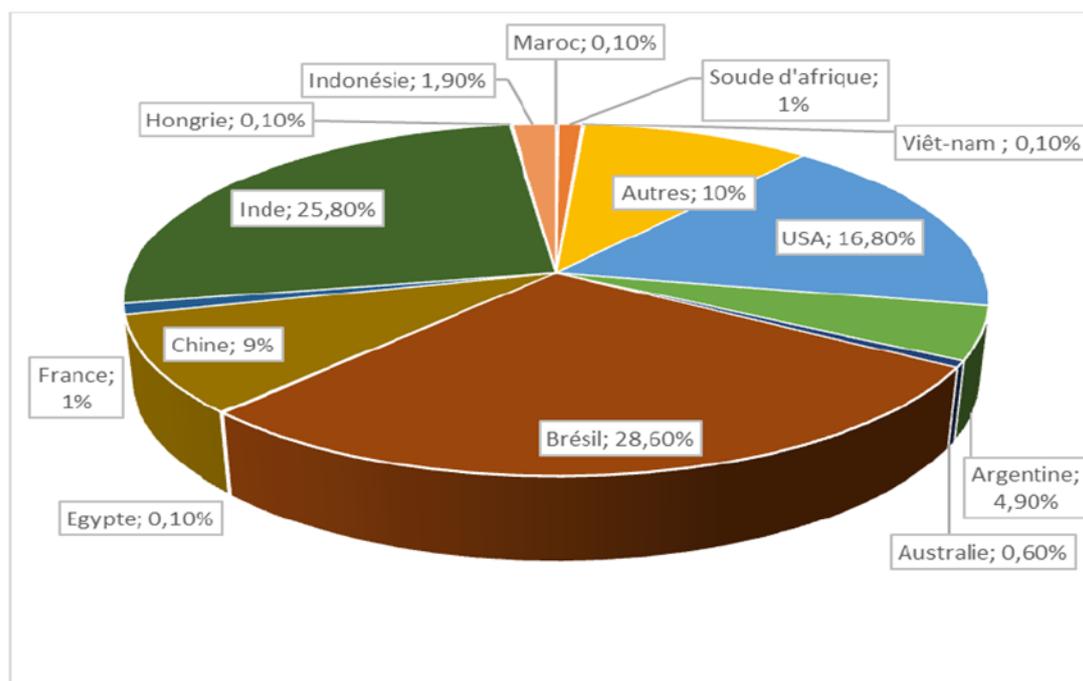


Figure II.3: Les pays qui produisent l'huile essentielle dans le monde (2008). (Adapté de Parfumer & Flavourist, 2009. Un rapport préliminaire sur la production mondiale de certaines huiles essentielles dans certains pays. (18)

II.2. Activité pharmacologique du myrte d'Algérie :

II.2.1. Activité anti-oxydante

Les antioxydants sont définis comme étant des substances qui peuvent retarder ou empêcher l'oxydation des substrats biologiques, ce sont des composés qui réagissent avec les radicaux libres et les rendent ainsi inoffensifs. Plusieurs substances pouvant agir en tant qu'antioxydants in vivo ont été proposées, elles incluent le bêta-carotène, l'albumine, l'acide urique, les oestrogènes, les polyamines, les flavonoïdes, l'acide ascorbique, les composés phénoliques, la vitamine E, etc. ...

Elles peuvent stabiliser les membranes en diminuant leur perméabilité et elles ont également une capacité de lier les acides gras libres.

II.2.2. Méthodes de détermination de l'activité anti-oxydante :

Il existe une grande diversité de méthodes physico-chimiques pour évaluer l'activité antioxydante des extraits naturels. Plusieurs méthodes s'intéressent à l'analyse des étapes distinctes du processus d'oxydation comme par exemple la mesure :

- a) Affaiblissement du substrat, et /ou la consommation de l'oxygène au cours de l'oxydation.
- b) La formation des produits d'oxydation.

d'hydrogène ce qui conduit à la réduction du DPPH au cours de la réaction et à un changement de coloration dans la solution initiale qui devient jaune pâle. L'avancement de la réaction est suivi par spectrophotométrie à 517 nm.

II.2.3. Evaluation de l'activité anti-oxydante :

Pour l'évaluation de l'activité anti-oxydante, deux approches sont appliquées : d'une part, la détermination de la réduction relative du radical DPPH• à un temps de référence ou la détermination de la quantité d'antioxydant nécessaire pour réduire 50 % de DPPH• et d'autre part, le suivi de la cinétique de la réduction.

Dans la première approche, l'activité est définie par l'indice de la réduction de l'activité anti-radicalaire en pourcentage %RSA (Radical Scavenger Activity), où l'absorbance du mélange réactionnel qui contient le radical libre et l'échantillon de l'antioxydant est reliée avec l'absorbance du mélange sans aucun antioxydant (solution témoin ou contrôle) à un temps t :

$$\text{Inhibition du DPPH (\%)} = (\text{Abs contrôle} - \text{Abs t}) / \text{Abs contrôle} \times 100\%$$

Comme il n'existe pas de mesure absolue de la capacité anti-oxydante d'un composé, les résultats sont souvent portés par rapport à un antioxydant de référence, comme l'acide ascorbique (vitamine C), les antioxydants synthétiques BHT (butyl-hydroxy-toluène) ou le Trolox® (acide-6-hydroxy-2, 5, 7,8-tetramethylchroman-2-carboxylique), dont la structure moléculaire cyclique est similaire à celle de la (vitamine E).

A. Les vitamines :

A.1. La vitamine C :

C'est la vitamine la plus connue mais elle est aussi un antioxydant de premier plan qui intervient pour retarder, voire empêcher certaines maladies liées au vieillissement. C'est aussi la première vitamine à réagir avec les radicaux libres et à les neutraliser pour éviter les effets toxiques. On peut la trouver dans la plupart des fruits. Dans certains cas (personnes âgées, fumeurs, sportifs ou femmes enceintes) l'alimentation n'apporte pas assez de vitamine C il faut donc augmenter sa consommation ou tout simplement prendre des suppléments. (24)

A.2.vitamine E :

Joue un rôle essentiel dans la protection de la membrane de toutes les cellules de l'organisme. Elle est anti-oxydante, c'est-à-dire qu'elle contribue à la neutralisation des radicaux libres dans l'organisme. De plus, elle empêche ou réduit l'oxydation des lipoprotéines de faible densité (LDL). Cette oxydation des LDL est associée à l'apparition de l'athérosclérose et donc aux maladies cardiovasculaires. (24)

A.3. Caroténoïdes :

Les caroténoïdes sont une grande famille qui regroupe plus de 600 molécules. Le plus important et le plus connu des caroténoïdes est le β -carotène. Il a longtemps été étudié pour son activité de provitamine A. Cependant, tous les caroténoïdes ne peuvent pas être convertis en vitamine A. Ils intéressent de plus en plus les chercheurs pour leur pouvoir antioxydant qui n'a pas la vitamine A. Leur fonction dans l'organisme leur est propre et est indépendante de cette conversion. (24)

II.2.4. Types d'anti-oxydantes :

Les tissus végétaux contiennent un réseau de composés qui contrôlent le niveau d'espèces réactives d'oxygène (25). L'effet oxydatif de ces dernières peut être minimisé par l'utilisation d'antioxydants. Il existe deux sources d'antioxydants :

- **Sources synthétiques:** Ils constituent une source importante d'antioxydants comme l'hydroxytoluène butylé (BHT) et l'hydroxyanisole butylé (BHA). (26)
- **Sources enzymatiques:** Les antioxydants d'origine alimentaire sont nombreux, certains sont liposolubles comme le tocophérol; β carotène; lycopène, d'autres sont hydrosolubles comme l'acide ascorbique; et d'autres sont plus hydrosolubles que liposolubles comme les polyphénols. (25)

Les antioxydants synthétiques sont nocifs et cancérigènes; pour cette raison, l'application d'extraits de plantes naturelles comme antioxydants enzymatiques dans l'industrie alimentaire. En outre, il a été rapporté que l'utilisation d'antioxydants naturels peut protéger les effets nocifs des radicaux libres induits chez le corps humain (27). Dans ce contexte, les huiles essentielles et leurs composants ont été intensément criblés pour leurs activités anti-oxydantes dans les industries alimentaires, en raison de leur état de sécurité relative et de leur large acceptation par les consommateurs (28). vient de plus en plus importante. (29)

II.2.5. Classification des antioxydants

- **Division des antioxydants par rapport à leur mécanisme d'action :**
- **Groupe I :** Plusieurs noms ont été attribués à ce groupe par exemple, antioxydants primaires, chain-breaking, piègeur des radicaux libres. Ce genre d'antioxydants peut inhiber la réaction d'initiation et la propagation de l'oxydation en participant au processus d'oxydation et en convertissant les radicaux libres vers leurs formes inactives. Les antioxydants primaires sont généralement des composés phénoliques

(AH) capables de donner un atome d'hydrogène au radical libre et le convertir en un composé stable non radicalaire. (30)

- **Groupe II :** Les composés de ce groupe sont catalogués comme préventifs ou antioxydants secondaires. Ils englobent une large gamme de différentes substances chimiques qui inhibent l'oxydation des lipides par différents mécanismes et ne transfèrent pas le radical libre sous sa forme non-radicalaire. Avec quelques exceptions, les antioxydants secondaires sont généralement reliés à l'inhibition de facteurs initiant l'oxydation. Le groupe II inclut : des chélateurs de métaux pro-oxydatifs, des désactivateurs de l'oxygène singulet, des piègeurs de la molécule d'oxygène, inhibiteurs des enzymes pro-oxydative, enzymes anti-oxydantes et destructeurs des hydroperoxides. Parfois, quelques antioxydants peuvent exercer plusieurs fonctions anti-oxydatives, par exemple, l'acide ascorbique peut être un piègeur du radical libre, désactivateur des oxygènes singulets dans une solution aqueuse et effectivement régénérer du tocophérol. Plusieurs flavonoïdes sont des piègeurs de radicaux libres et chélateurs de métaux. (31)
- **Division des antioxydants suivant la nature chimique (naturelle et synthétique)**
Dans l'alimentation, les antioxydants les plus utilisés sont des composés phénoliques (chainbreaking). Plusieurs antioxydants synthétiques (BHT, BHA), hydroquinone de butyle tertiaire (TBHQ) et gallate de propyle (PG) (figure 2 :1, 2, 3, 4) et quelques composés naturels (tocophérol, acide ascorbique, Béta-carotène) ; (sont officiellement autorisés pour l'utilisation dans l'alimentation.

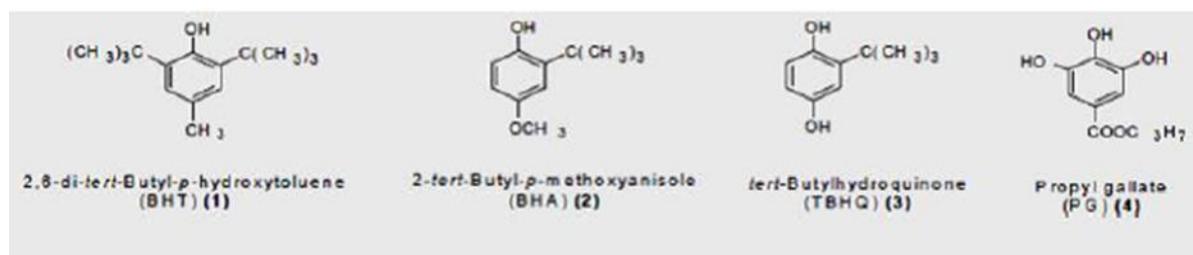


Figure II.5: Structures chimiques de quatre antioxydants synthétiques. (32)

Cependant, des études toxicologiques ont jugé certains antioxydants synthétiques comme sources de danger (33). La recherche de nouveaux antioxydants naturels est l'objectif de nombreux industriels et scientifiques. Quelques produits naturels sont déjà exploités dans le marché (34). Par exemple l'acide ascorbique, le tocophérol, l'huile de sésame, l'huile d'olive (35). Des recherches intensives sur plusieurs plantes ont été entreprises, plusieurs composés actifs ont été isolés et évalués comme étant des antioxydants. Dans la majorité des cas le

Composé actif est un composé phénolique. La propriété anti-oxydante des composés phénoliques est déterminée par sa richesse en électrons libres, ce qui implique une libération facile de cet électron suivie de la déportation de son groupe (36). L'utilisation des extraits de plantes ou de fractions enrichies est devenue aujourd'hui une façon très attractive pour préserver les aliments. De plus, il a été démontré que plusieurs produits naturels (antioxydants) avaient des propriétés médicinales, p Cependant il faut contrôler le fait que le produit « naturel » soit inoffensif. Par exemple, on a démontré in vitro que quelques flavonoïdes peuvent être mutagènes (37). Tout organisme vivant possède un système d'antioxydants et d'enzymes qui agissent ensemble pour empêcher l'endommagement des composants des cellules comme l'ADN, les lipides et les protéines. Par exemple, notre organisme est capable de produire, à partir de l'acide aminé cystéine, un antioxydant puissant, l'acide alpha-lipoïque, conduisant aux sels encore appelés lipoates. Les fruits et les légumes sont bien connus pour être riches en antioxydants. Les fruits notamment ceux dits rouges, tels les airelles, du fait de la présence conjuguée de vitamine C et de polyphénols, et pour les légumes ayant la plus forte concentration en antioxydants ; on trouve la tomate, le cresson, l'ail, le chou vert, l'épinard, la betterave... Il faut savoir que lors de la cuisson de ces aliments, certains antioxydants tels que la vitamine C sont inactivés, alors que d'autres se transforment pour devenir plus actifs ou plus facilement absorbables par le système digestif. ar exemple : anti cancérogène, anti-inflammatoire (38).

II.2.6. Les stress oxydatif inflammations :

II.2.6.1. Le stress oxydatif :

Le stress oxydatif est un état au cours duquel des substances oxydantes interviennent sur la capacité de défense anti-oxydative de la cellule (39). Conséquemment il peut s'ensuivre un déséquilibre induit non seulement par une production excessive de radicaux libres mais aussi par une diminution des défenses anti-oxydantes; on parle alors de stress oxydant à l'origine bien souvent d'altérations moléculaires source d'une physiopathologie incluant l'athérosclérose, l'inflammation, la fibrose, la dégénérescence neuronale (40). Les espèces réactives de l'oxygène (ROS) sont des dérivés de l'oxygène hautement réactifs et instables induisant un vieillissement des protéines, une peroxydation lipidique et un endommagement de l'ADN ((40); (39)).

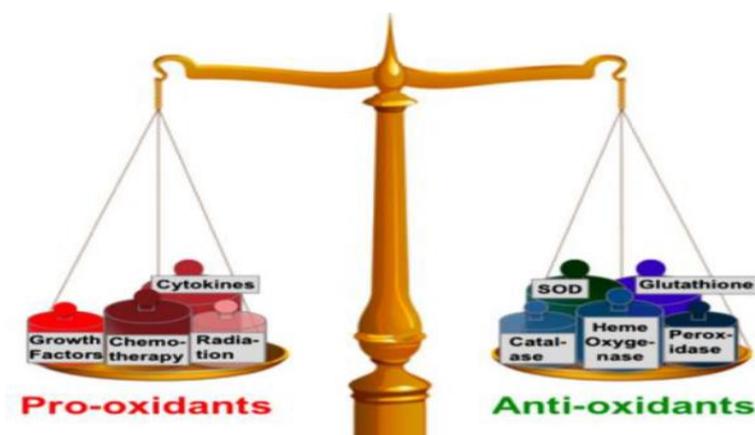


Figure II.6: Modèle d'équilibre entre les pro-oxydants et les antioxydants.

II.2.6.2. Les radicaux libres :

Les radicaux libres sont omniprésents dans notre corps et sont générés par des processus physiologiques normaux y compris le métabolisme aérobie et de réponses inflammatoires, pour éliminer les microorganismes pathogènes envahisseurs. Les radicaux libres sont des espèces très réactives compte tenu de l'existence d'au moins un électron libre sur leur orbitale électronique externe (41). Parce que les radicaux libres peuvent également causer des dommages cellulaires, plusieurs moyens de défense ont évolué pour protéger nos cellules contre les radicaux et pour réparer les dommages de l'ADN (42).

Dans les conditions normales, les antioxydants doivent être plus importants que les pro-oxydants, mais en conditions d'oxydation, les pro-oxydants emportent sur les antioxydants, Qui peuvent conduire à de nombreuses maladies inflammatoires (43).

II. Conclusion :

Le myrte est donc un arbrisseau qui mesure entre 1 et 3 mètres. Son feuillage est persistant et ses fleurs sont blanches, elles donneront des baies bleu-noirâtres. A partir de ces baies. Le myrte possède également un grand nombre de structures sécrétoires qui renferment son huile essentielle. (44)

Dans la présente étude, l'objectif principal était d'évaluer l'activité anti-oxydante et anti-inflammatoire des huiles essentielles de la plantes connues dans la médecine traditionnelle *Myrtus communis* L. Ces espèces ont étaient explorées d'avantages, soit en termes de productivité en HE, soit en termes d'études de leurs activités biologiques. (44)

L'extraction de la partie aérienne de la plante a permis d'obtenir des rendements qui diffèrent cela est due à la période de récolte, la méthode d'extraction, le sol et les conditions qui renferment son huile essentielle. (44)

Il est facile de constater que les domaines d'application de l'encapsulation sont très larges et diversifiés. Chaque procédé d'encapsulation répond à des critères bien définis. Ainsi le choix d'une technique se fera en fonction de la nature de l'actif à encapsuler, de la taille de particule souhaitée, de l'application envisagée (cosmétique, pharmaceutique, agroalimentaire, peinture...), de la vitesse et des conditions de libération prévues, des rendements d'encapsulation nécessaires, mais également des contraintes de fabrication et de coût. (45)

II.3. Techniques de Micro-encapsulation de l'huile essentielle:

De nombreuses techniques ont été utilisées, notamment pour encapsuler les huiles marines, végétales et essentielles.

L'objectif peut être de protéger les propriétés de certains actifs particulièrement sensibles telles que certaines huiles essentielles durant toute la période de stockage du produit fini. Chaque procédé d'encapsulation répond à des critères bien définis. Ainsi le choix d'une technique se fera en fonction de la nature de l'actif à encapsuler, de la taille de particule souhaitée, de l'application envisagée (cosmétique, pharmaceutique, agroalimentaire, peinture...), de la vitesse et des conditions de libération prévues, des rendements d'encapsulation nécessaires, mais également des contraintes de fabrication et de coût

1. Procédés physico-chimiques:

Les procédés physico-chimique sont donnés en détaille dans le tableau 2 (annexe).

2. Procédés mécaniques:

Les techniques mécaniques de l'encapsulation appliquées aux huiles essentielles sont donnés en détaille dans le tableau 3 (annexe).

3. Procédés chimiques:

Tableau II.4:procédés chimiques d'encapsulation appliqués aux huiles essentielles.

Techniques	Avantages	Inconvénients	Rendement d'encapsulation	Nature du produit encapsulé	Réf.
Polymérisation Interfaciale	- Contrôle de la porosité et de l'épaisseur de la paroi en fonction des polymères	- Interaction de certains actifs dans la réaction de polymérisation - Nombreux lavages nécessaires - Sous-produits interagissant avec les actifs	Variable (15-100 %)	Membrane polymérique	(Yeo <i>et al.</i> , 2001) (Kerdu do <i>et al.</i> , 2015)
Dendrimères	Aucune étude n'a encore été réalisée				

II.3.1. Les formes galéniques obtenues:

Les propriétés des produits encapsulés dépendent en grande partie de la taille de la capsule, des matériaux d'enrobage, des ingrédients actifs et des techniques de production. En tant que tel, un meilleur produit encapsulé est destiné pour la livraison nutraceutique par exemple, peut être avec les petites capsules, composées d'un matériau enrobant de qualité alimentaire et préparé en utilisant une technique qui n'affecte pas le composé actif. Cette information révèle la valeur qualitative du produit encapsulé.

De façon globale, les particules consistent en un matériau de noyau, qui est appelé phase interne ou remplissage et une paroi appelée revêtement, enveloppe ou membrane. Le matériau de mur détermine la stabilité des microparticules, l'efficacité du processus et le degré de protection du noyau. Les matériaux de mur couramment utilisés pour l'encapsulation des huiles comprennent les polymères synthétiques et les biomatériaux naturels (habituellement les glucides et les protéines).

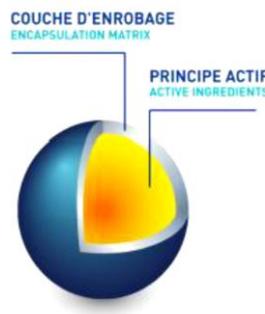


Figure II.7: Structure du matériau encapsulé (huile) et encapsulant.

La taille et la forme des particules formées dépendent spécifiquement des matériaux de la paroi et des méthodes utilisées pour les préparer. De plus, les techniques de composition de paroi et d'encapsulation peuvent également déterminer les propriétés fonctionnelles et les applications potentielles des composants encapsulés. Les 'structures' créées par encapsulation (particules, capsules, billes...) ayant un effet bien défini, sont capables de transporter une charge avec un mécanisme programmé de relargage dans un environnement donné. A l'intérieur de ces structures, la substance encapsulée peut rester en forme.

De solution, de suspension ou d'une émulsion. Elle peut correspondre à des molécules simples ou à des structures plus complexes comme des cellules. Dans le domaine de la santé, la fonctionnalité est un des éléments clés du développement des systèmes de délivrance des molécules avec une activité thérapeutique (46).

II.3.2. Méthode de gélification ionotropique :

II.3.2.1. Principe:

Plusieurs matériaux (polysaccharides, protéines, polymères synthétiques, lipides) en solution peuvent former des gels au contact de certains ions chélateurs. (47) Le procédé consiste à extruder à travers une aiguille ou une buse de seringue une solution polymère aqueuse dans laquelle la matière active est dissoute, dispersée ou émulsionnée. Les gouttelettes formées sont reçues dans une phase liquide dispersante pour se transformer en particules de gel sphérique récupérées par filtration et séchées. C'est le cas de la congélation de l'alginate en présence de chlorure de calcium ou de chitosane dans une solution réceptrice alcalin (48) (49). Cette technique est la plus simple et la plus largement utilisée dans la fabrication de microparticules. (50)

Elle présente les avantages suivants (47) :

- La possibilité d'obtenir une distribution granulométrique des particules très étroites
- Lorsque les polymères hydrosolubles sont utilisés (par exemple, l'alginate de sodium), l'encapsulation peut être réalisée à des températures égales ou inférieures à la température ambiante, ce qui est intéressant lorsque la matière à encapsuler est particulièrement fragile ou volatile comme les huiles essentielles.

Cependant, elle présente des inconvénients tels que:

- La nécessité de gélifier à bain, ce qui prend du temps.
- Faible reproductibilité lors de la transposition d'échelle.

II.3.2.2. Polymères naturels utilisés dans la méthode de gélification ionotropique :

II.3.2.2.1. Les alginates:

L'alginate est un polysaccharide naturel non toxique et biodégradable obtenu à partir d'algues marines brunes, certaines espèces de bactéries.

L'alginate est le polysaccharide le plus abondant de ces organismes, constituant plus de leur poids sec, couramment utilisé dans des applications biologiques notamment dans le domaine de l'encapsulation cellulaire et de la délivrance contrôlée de molécules à l'effet thérapeutique. Ce succès est dû notamment à son mode de gélification et à sa biocompatibilité largement démontrée dans la littérature (51).

II.3.2.2.1.1. La structure moléculaire d'alginate:

L'alginate de sodium est un sel de sodium de l'acide alginique, un polysaccharide naturel et un polymère linéaire composé de résidus d'acide β -D-mannuronique (M) et d'acide α -D-gluronique (G) liés en 1,4 dans des proportions et des arrangements variables. L'alginate de sodium est soluble dans l'eau et forme une structure réticulée qui peut être réticulée avec des cations divalents ou polyvalents pour former un maillage insoluble. Des cations de calcium et de zinc ont été rapportés pour la réticulation des groupes acides de l'alginate (51) (52).

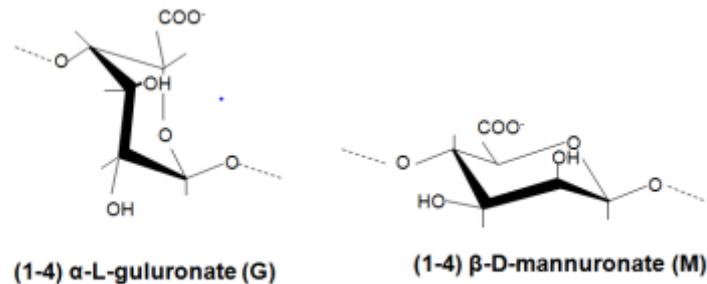


Figure II.8: structure des monomères α -L-guluronate (G) et β -D-mannuronate (M). (53)

II.3.2.2.2. La gélatine:

La gélatine est une protéine d'origine animale, obtenu par hydrolyse partielle de collagène contenue dans les os et la peau des animaux. Elle est constituée de 84% à 90% de protéines et de 1% environ de sels minéraux, le reste étant de l'eau.

La gélatine est vitreuse, fragile, légèrement jaunâtre ou blanchâtre et quasiment sans goût et sans odeur. Elle est fournie sous différentes formes: gros granulés, poudre fine ou feuilles. Les liaisons moléculaires entre les fibres de collagène sont alors rompues. Lorsqu'elle est mélangée à de l'eau, la gélatine forme un gel colloïdal semi-solide thermo-réversible (elle fond lorsqu'elle est chauffée et recouvre son aspect gélatineux lorsqu'elle est refroidie). Sous forme déshydratée, par contre, la gélatine n'a pas de point de fusion et devient friable ou brûle lorsqu'elle est chauffée à une température trop élevée.

La gélatine est aujourd'hui devenue un produit industriel aux multiples utilisations. Elle est très utilisée pour ses applications culinaires, pharmaceutiques, photographiques, et techniques, mais c'est aussi un ingrédient primordial dans l'industrie agro-alimentaire. (54)

II.3.2.2.2.1. La structure moléculaire de la gélatine :

La gélatine est le molécule de collagène denature, dont sa formule générale est: $-(NH-CHR-CO)_n-$ ou R contenir entre 300 et 4000 unités d'acides aminés. La séquence de ces derniers se présente de la manière suivante: **-Alg-Gly-Glu-4Hyp-Gly-Pro-** comme le représente le schéma suivant (55):

nature de la souche bactérienne utilisée (59) (60) les conditions de fermentation (61) (62) (63), ou encore les traitements post fermentation. (64)

Les propriétés anioniques du xanthane s'expliquent par la présence, le long de la chaîne latérale, de une à deux fonctions acide carboxylique par unité de répétition, suivant le degré de substitution en pyruvate. Dans la majorité des échantillons de xanthane commerciaux, ces fonctions sont sous forme carboxylate, et saponifiées par des ions Na^+ , K^+ ou encore Ca^{2+} . Le PKa de ces fonctions acides est compris entre 2, 6 et 4, suivant la température et la force ionique du milieu (65).

II.4. Micro-encapsulation des huiles essentielles

II.4.1. Introduction:

Les huiles essentielles sont des composés volatils utilisés dans de nombreux domaines comme le secteur agro-alimentaire, la parfumerie, la cosmétique, l'aromathérapie ou encore la phytopathologie (46) et généralement les huiles très sensibles aux réactions d'oxydation tels que les huiles essentielles peuvent être protégées de l'oxydation par la technique de l'encapsulation.

Ceux-ci sont alors protégés physiquement de la lumière, de l'oxygène et des autres initiateurs de l'oxydation (les métaux, enzyme...) (66).

L'encapsulation a pour but d'assurer la protection, la compatibilité et la stabilisation d'une matière active dans une formulation. Elle permet d'améliorer la présentation d'un produit ou encore de masquer une odeur ou un goût. (67)

La micro encapsulation regroupe l'ensemble des technologies qui permettent la préparation de microparticules individualisées, constituées d'un matériau enrobant contenant une matière active. Les microparticules présentent une taille comprise entre 1 μm et 1 mm et contiennent typiquement entre 5 et 90 % (en masse) de matière active (68).

L'encapsulation des huiles peut être définie comme un processus dans lequel les gouttelettes de l'huile bioactive sont entourées d'un matériau d'enrobage, ou noyées dans une matrice homogène ou hétérogène, pour donner de petites capsules ayant de nombreuses propriétés utiles (69).

Les microcapsules présentant un très large champ d'applications puisqu'il va du domaine pharmaceutique au domaine alimentaire en passant par la cosmétique, la parfumer, les produits phytosanitaires, la chimie, le domaine biomédicale. (66).

II.4.2. La micro-encapsulation:

II.4.2.1. Historique:

Les premières publications sur la micro-encapsulation et ses applications dans le domaine pharmaceutique remontent aux années 30 (70). En 1931, les deux chimistes Bungenburg de Jong et Kass ont découvert la coacervation, un phénomène physique permettant de réaliser des systèmes colloïdaux. Ceux-ci ont permis d'effectuer les premiers essais d'encapsulation mais le développement de cette technique de l'échelle du laboratoire à la production industrielle a duré une vingtaine d'années (71).

C'est dans les années 50 que les premiers produits encapsulés ont vu le jour, avec la fabrication du papier copie sans carbone, sur lequel étaient fixées des microcapsules contenant de l'encre (45). L'idée était d'insérer de l'encre dans de petites particules qui exploseraient lors d'une petite pression de stylo (72). Le principe repose sur la préparation d'une dispersion de microcapsules, où la matière encapsulée est composée d'un agent colorant qui couvre le recto des feuilles de papier. Le contenu des capsules se libère grâce à l'action mécanique d'une machine à écrire, il change de couleur quand il réagit avec la colle acide qui couvre l'autre face du papier. Dans les années 60, l'encapsulation de cristaux liquides par la gélatine et la gomme d'acacia pour la production de matériaux pour écrans thermosensibles, a été décrite par Ferguson. Cette méthode d'encapsulation a permis le développement des écrans à cristaux liquides utilisés pour les structures aérospatiales (73). Au cours des dernières années, la micro-encapsulation s'est considérablement développée à l'échelle industrielle et les microparticules ont actuellement des applications très variées.

II.4.2.2. Définition :

L'encapsulation est définie comme un processus visant à piéger une substance (un agent actif) dans une autre substance (matériau de la paroi). La substance encapsulée, à l'exception de l'agent actif, peut être appelée le noyau, le fil, la phase active, interne ou la charge utile. La substance qui encapsule est souvent appelée le revêtement, la membrane, l'enveloppe, la capsule, le matériau de support, la phase externe ou la matrice.

C'est une technologie spécifiquement adaptée à fournir des composés à haute valeur ajoutée, capable de stabiliser et de contrôler la libération de composés extraits à partir des fruits, des légumes ou des déchets (c'est-à-dire des composés bioactifs antioxydants, des vitamines, des acidulants, des parfums, des arômes, des enzymes, des huiles, des cellules

microbiennes et autres). C'est une pratique courante dans la conservation ou l'amélioration de la bioactive des extraits naturels (46).

II.4.2.3. Intérêt de l'Encapsulation :

L'objectif de l'encapsulation est de préserver la stabilité des composés bioactifs pendant le traitement et le stockage, d'empêcher les interactions indésirables avec la matrice alimentaire, et de ralentir les processus de dégradation (par ex. l'oxydation ou l'hydrolyse) jusqu'à ce que le produit soit libéré aux sites désirés (74), ces ingrédients alimentaires et surtout les huiles étant très sensibles à l'environnement, au traitement et / ou les conditions gastro-intestinales.

Et peuvent résumer les objectifs de l'encapsulation résumés comme suit (75):

- Garantir une bonne protection de la substance encapsulée.
- Contrôle de la libération du contenu encapsulé.
- Faciliter l'utilisation des produits liquides.
- Assurer la protection, la stabilisation d'une matière active dans une formulation et éviter l'incompatibilité entre les médicaments.
- Réduire la toxicité ainsi que la sensibilité des personnes vis à vis des matières et produits toxiques (76).

II.4.2.4. Domaine d'application :

L'encapsulation est très nombreuses et généralisées à plusieurs secteurs d'activités partant de la chimie à l'agro-alimentaires en passant par les secteurs pharmaceutiques, cosmétiques, l'agriculture, les textiles ou encore la peinture. Suivant les domaines et les applications.

Le tableau 1(annexe) reprend les domaines d'application de l'encapsulation et permet de mieux comprendre les objectifs recherchés, notamment dans le domaine des cosmétiques.

CHAPITRE III :

Partie expérimentale

Partie I :

III.1. MATERIELS ET METHODES :

III.1.1. Objectifs de travail :

Le présent travail contribue à la valorisation d'une plante aromatique et médicinale endémique anciennement utilisée en médecine traditionnelle "Myrtus communis". Afin de réaliser cette étude, les objectifs suivants ont été fixés :

- La caractérisation physicochimique de l'huile essentielle extraite de M. communis L.
- L'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile essentielle de M. communis L.

La caractérisation physicochimique ainsi que l'étude préliminaire de l'activité antioxydante de l'huile essentielle extraite des feuilles du myrte de la forêt de Elafrone à Blida et de Ain Tagourait à Tipaza ont été effectuées aux laboratoires de sciences de la matière de l'université de "Blida 1".

III.1.2. Matériel végétal :

L'huile essentielle étudiée est extraite à partir des feuilles sèches de Le myrtus communis L des deux régions «Blida» et «Tipaza».

III.1.3. Récolte du matériel végétal :

Myrtus Communis L est un arbuste à feuilles entières opposées, 2 à 3 fois plus longues que larges, à nervures plumeuses. Aussi appelé "Rayhan" et "Mersin".

Pour ce travail, cette plante a été récolté en février 2021 (avant floraison), dans la région « Blida » et dans la région « Tipasa ».

III.1.4. Prétraitement de la plante :

Les feuilles de la plante étudiée ont subi dans une étape préliminaire certains opérations avant l'étape principale d'extraction.

➤ Séchage :

Les feuilles de la plante récoltées, sont séchées à l'ombre dans un endroit sec et aéré pendant environ 10 jours.



Figure III.1: Feuilles de la plante après séchage

➤ **Broyage :**

Les feuilles séchées ont été broyées afin d'avoir une surface de contact très importante avec le solvant.

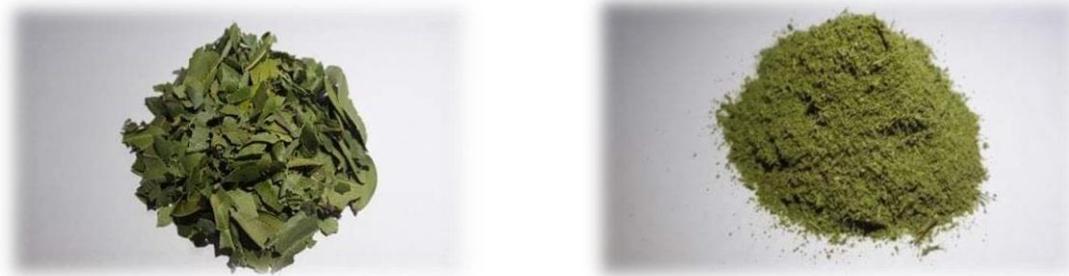


Figure III.2: Etape de broyage.

III.2. Le protocole d'extractions par le montage de Clevenger:

Afin d'extraire les huiles essentielles de la plante étudié un mode opératoire efficace est suivi :

A. Matériel :

- Balance
- Broyeur
- Ballon de 2 L
- Clevanger
- Chauffe ballon

- Bécher, les tubes vaillent (verre ombré)

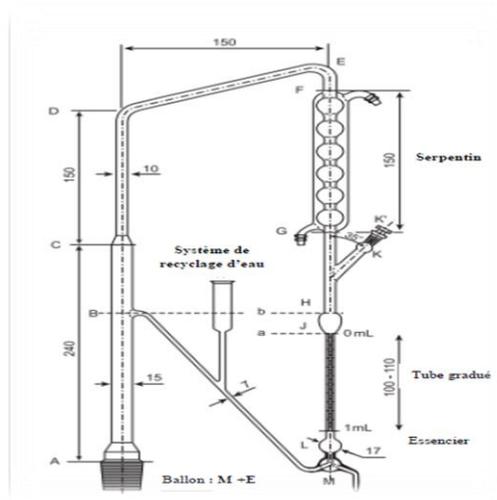
B. Produits chimiques :

- $MgSO_4$
- Pier pence

C. Méthodes d'extractions :

La récupération des huiles essentielles à partir de la plante est réalisée par la méthode d'hydro-distillation en utilisant le montage de Clevenger.

Afin de récupérer les huiles essentielles on suit le mode de travail ci- dessous :



Séparation de l'huile essentielle par différence de densité

Figure III.3:Appareil de Clevenger pour la détermination des huiles essentielles dans les drogues végétales. (13)

M+E : le matériel végétal (M) est mis en contact direct avec l'eau (E) qui est porté à ébullition, la distillation s'effectue avec recyclage d'eau appelé : cohobation.

- On pèse des échantillons de 100 g des feuilles partiellement broyées.

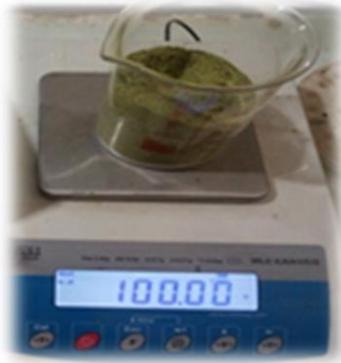


Figure III. 4:La pesé de la matière végétal.

- On introduits dans un ballon de deux litre rempli d'eau jusqu'à deux tiers (2/3) de son volume et de petite quantité de pierre ponce.
- Après installation et fermeture du montage ce dernier est ensuite mis à ébullition pendant 3 heures.



Figure III.5:Préparation de montage.

- Le ballon ainsi chauffé produit de la vapeur chargée des substances volatiles, la vapeur chargée de l'huile essentielle se condense dans le serpentin de l'alambic avant d'être récupérée dans un essencier.
- L'huile essentielle se sépare de l'eau de condensation en raison de sa plus faible densité et se place au-dessus de celle-ci.
- Les deux phases eau et huile.



Figure III.6: Les deux phases eau et huile.

- L'huile récupérée est séchée par du sulfate de magnésium pour éliminer le maximum de l'eau puis récupérée et conservée dans un flacon.



Figure III.7: L'huile récupérée est séchée par du sulfate de magnésium.

- d'auto échantillonneur et bouchons et stockés dans un endroit frais (4°C) à l'abri de la lumière.



Figure III.8: Récupération de l'huile.

Figure III.9: Hydro distillation à l'aide d'un système de type Clevenger.

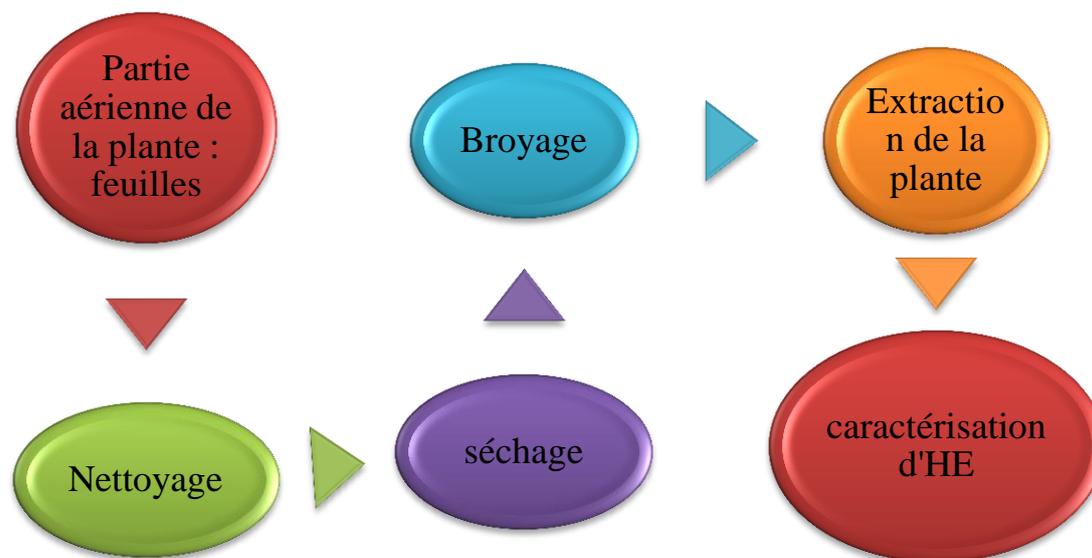


Figure III.10: Protocole d'étude expérimentale.

III.3. Evaluation de quelques indices physico chimique d'HE :

III.3.1. Rendement de l'extraction :

Le rendement en HE est défini comme étant le rapport entre la masse de l'huile récupérée à la masse de la matière végétale séchée à l'air libre, exprimées dans la même unité de masse. Dans notre étude nous avons exprimé les rendements en millilitre pour 100g de la matière végétale fraîche comme suit :

$$R \% = m / 100 \text{ grammes de la matière végétale sèche}$$

Avec :

R%: Rendement en HE en pourcentage ou en ml/100g de MF

m: Masse d'huile essentielle récupéré (g)

III.3.2. Les caractères chimiques :

III.3.2.1. l'indice d'acide:

L'indice d'acide IA exprime le nombre de milligrammes (mg) de potasse nécessaire pour neutraliser les acides libres dans 1,00 gramme (g) d'huile essentielle selon la réaction :

**Mode opératoire:**

- On pèse 1g de l'HE, et on l'introduit dans un bécher en verre.
- On ajoute 5 ml d'éthanol à 96% et 5 gouttes de phénophtaléine (PP)
- On neutralise en ajoutant grâce à une burette la solution éthanolique de KOH (0,1N) jusqu'à obtention d'une couleur rose.

**Figure III.11:** Dosage de solution huileuse.

- On note le volume de la solution éthanolique de KOH ajoutée.

L'indice d'acide est exprimé par la formule :

$$IA = (5,61 \times V) / m$$

5.61 : Correspond à 0,1 mol/l de KOH

V : Volume en ml de la solution éthanolique de KOH utilisée pour le titrage.

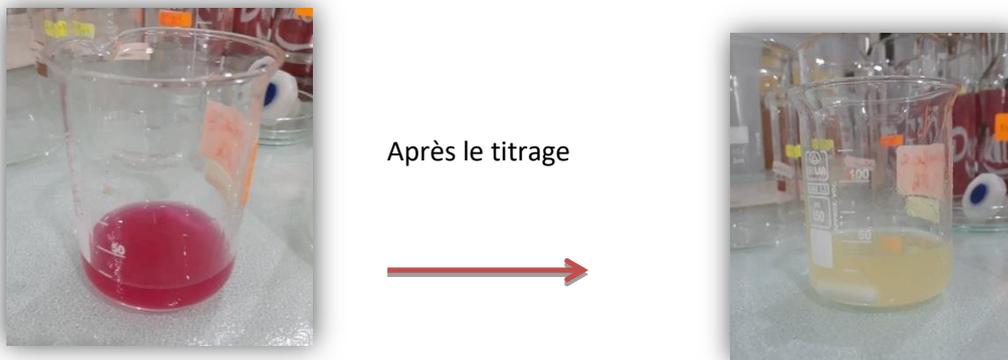
m : Masse en grammes de l'huile essentielle

III.3.2.2. l'indice d'ester :(AFNOR T60 206)

L'indice d'ester est le nombre de milligramme de KOH nécessaire pour neutraliser les acides libres par l'hydrolyse des esters contenus dans un gramme d'huile fixe.

Mode opératoire:

- On pèse 0.5g de l'HE et on l'introduit dans un ballon en verre.
- On ajoute grâce à une burette 12.5ml de la solution éthanolique de KOH (0,5 mol/l).
- On adapte le réfrigérant et on place le ballon sur la chauffe ballon et on laisse chauffer pendant une heure.
- On laisse refroidir puis on ajoute 10ml d'eau distillée et 3 gouttes de PP.
- Enfin, on titre l'excès de KOH avec la solution d'acide chlorhydrique HCl à 0,5 mol/l jusqu'à la disparition de la couleur rose.
- Parallèlement à l'opération citée, on effectue un essai à blanc dans les mêmes conditions et avec les mêmes réactifs.



Essai de blanc :



Figure III.12: Estérification de la solution huileuse et solution de blanc par dosage.

Le calcul de l'IE est donné par la formule :

$$IE = \frac{28.05}{m} (v_0 - v_1) - IA$$

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

V0 : Volume en ml de la solution d'HCl (0,5 mol/l) utilise pour l'essai à blanc.

V1 : Volume en ml de la solution d'HCl (0,5 mol/l) utilise pour la détermination de l'IE de l'huile fixe.

III.3.2.3. Indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde est le nombre de microgrammes actifs du peroxyde contenu dans un gramme de produits et oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode dans les conditions de la méthode décrite (**Lion, 1955**).

Mode opératoire:

- On pèse 0.5g de l'HE dans un bicher, ajouter 2.5 ml de chloroforme et agiter.
- On ajoute 3.75 ml d'acide acétique CH₂COOH, puis 0.25 ml de la solution aqueuse saturée de KI, on bouche aussitôt, on agite et nous abandonne le bicher pendant 5 min à l'abri de la lumière. Ajoute 18.75ml d'eau distillée.
- On faire la titration soigneusement en présence d'empois d'amidon, l'iode libéré avec la solution Na₂S₂O₃ (0,01N) jusqu'à décoloration totale de la solution.

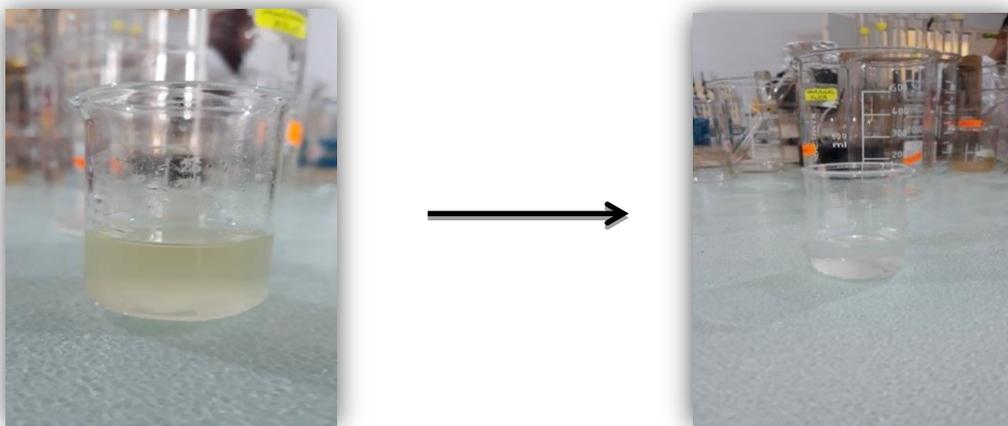


Figure III.13:Dosage de la solution huileuse.

Le calcul de l'IP est donne par la formule :

$$IP = \frac{V \times N \times 1000}{m}$$

m : est la masse en kilogramme de la prise d'essais.

V : est le volume de la solution de thiosulfate N/100.

N : normalité de la solution de thiosulfate utilisé.

III.3.2.4. Indice de saponifications :

L'indice de saponification (IS) d'un corps gras est le poids en milligramme de potasse (KOH) nécessaire pour saponifier les esters d'acides gras et neutraliser les acides gras non estérifiés dans un gramme de matière grasse.

Mode opératoire:

- Dans un bécher, peser 0,25 g d'huile essentielle et ajouter 5 ml d'éthanol et remuer pour dissoudre l'huile.
- Dans une bécher à part, verser 5 ml de la solution huileuse et 5 ml d'une solution alcoolique de potasse de concentration 0,1 mol/l.
- Ajouter 5 ml d'éthanol pour éviter l'évaporation de l'éthanol de la solution huileuse.
- Porter ensuite le mélange à ébullition pendant 30min, puis laisser refroidir à température ambiante pendant 10min.
- Puis divisé le volume obtenu par deux volumes égaux, on ajoute 2 gouttes de phénolphtaléine pour chaque volume.
- La solution savonneuse est titrée avec de l'acide chlorhydrique HCL à une concentration de 0,5 mol/l jusqu'à disparition de la couleur rose.
- en parallèle, un essai à blanc a été réalisé dans les mêmes conditions.
- Noter les volumes d'HCl versés pour chacun des deux tests.

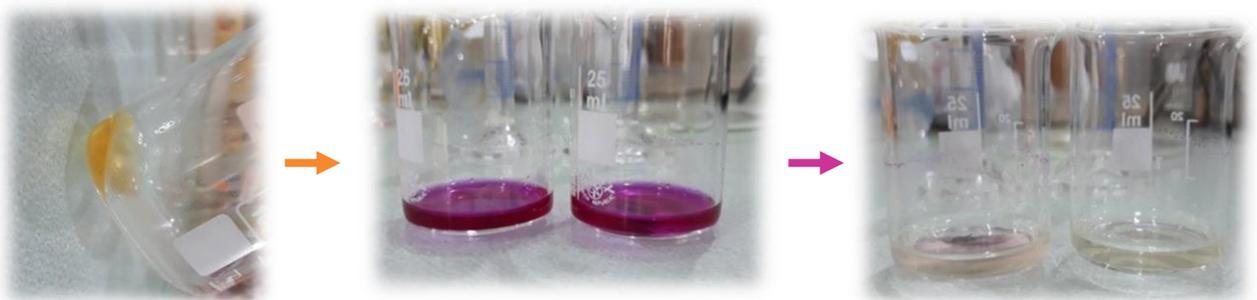


Figure III.14: Saponification de la solution huileuse avec dosage.

L'indice de saponification est donné par la formule suivant :

$$I_s = \frac{N(v_0 - v)}{p}$$

V_0 : Volume en ml de la solution d'acide chlorhydrique pour l'essai à blanc.

V : Volume en ml de la solution d'acide chlorhydrique utilisé pour la prise d'essai.

N : normalité exacte de la solution chlorhydrique

P : poids en gramme la prise d'essai.

III.3.3. Les caractères physiques :

III.3.3.1. Indice de réfraction:

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

Mode opératoire:

- Cet indice est mesuré à l'aide d'un réfractomètre conventionnel, permettant une lecture directe des indices de réfraction entre 1.3000 et 1.7000 avec une précision de $\pm 0,0002$.
- Le prisme secondaire est ouvert puis 2 ou 3 gouttes de l'échantillon liquide sont déposées sur la partie centrale du prisme principal.
- Ensuite, le prisme secondaire est doucement fermé. L'échantillon est étalé entre le prisme principal et le prisme secondaire en un film mince.
- La température est laissée à attendre jusqu'à ce que la mesure soit stable. La valeur de mesure pour un échantillon liquide étant modifiée en fonction du changement de température.
- lire l'indicateur de température pour connaître le degré de mesure réel, et le joindre sans faute à la valeur mesurée.

III.3.3.2. Mesure de pH:

Le pH (hydrogène potentiel) mesure l'activité chimique des ions hydrogène (H^+) en solution et est mesuré à l'aide d'un pH-mètre et d'un papier pH.

Après avoir mis quelques gouttes d'HE sur un morceau de papier pH, la couleur du papier a changé, et il a été comparé à une gamme de couleurs qui variait en fonction du pH.

III.4. Evaluation de l'activité anti radicalaire :

III.4.1. Méthode de réduction du radical libre DPPH

III.4.2. Principe

Le 1,1-diphényl-2-picryl-hydrazyle (DPPH) est un radical libre, stable à température ambiante, qui produit une solution violette dans l'éthanol. Il est réduit en présence d'une molécule anti-oxydante, donnant lieu à des solutions d'éthanol jaune dont l'intensité de la couleur est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans le milieu à donner des protons. L'utilisation de DPPH fournit un moyen facile et rapide d'évaluer les antioxydants.

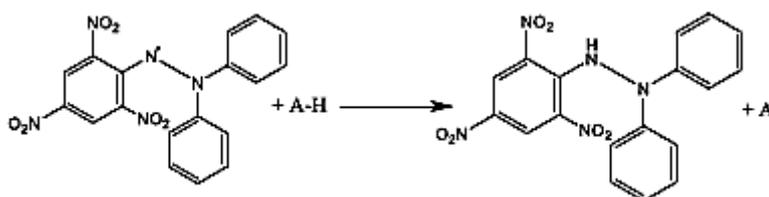


Figure III.15: Réaction d'un donneur d'hydrogène avec le radical DPPH.

A. Matériel :

- Spectroscopie UV-visible
- Agitateur magnétique
- Les tubes à essais
- Les micropipettes

B. Produit chimique :

- Ethanol
- DPPH

C. Mode opératoire :

1. Préparation de la solution de DPPH :

Nous avons pesé 4mg de DPPH et on dissous dans 100ml d'éthanol, sous agitation pendant 30 minutes à température ambiante, puis on mesure l'absorbance initial de cette solution Abs_0 à 517 nm.

2. Préparation de la solution mère :

On prend 50 μ l de notre HE est mélangée avec 990 μ l d'éthanol.

3. Préparation des solutions filles :

- Nous allons préparer des solutions diluées à partir de la solution mère à différentes concentrations : 10, 30, 40, 70 et 150,200µl, ces dernières seront complété par l'éthanol jusqu'à 1000 µl, puis ajouté à chaque solution 1000 µl de la solution de DPPH.
- On mesure l'absorbance à 517 nm de chaque solution.

Le pourcentage d'activité antioxydant (I%) est calculé selon la formule suivante :

$$I(\%) = [(Abs\ blanc - Abs\ éch) / Abs\ blanc] \times 100$$

Abs blanc : est l'absorbance du DPPH au temps zéro avant l'addition de l'échantillon.

Abs éch: est l'absorbance de l'échantillon teste après 20 mn d'incubation.

Les concentrations en huile essentielle en fonction des pourcentages du DPPH inhibés, ont été tracées à la fin de la réaction afin d'obtenir l'index IC50. Ce paramètre est défini comme la concentration d'antioxydant requise pour diminuer la concentration du DPPH• initiale de 50%.



A)



B)

Figure III.16: Evaluation de l'activité anti-oxydante d'H : A) l'activité d'HE de Tipaza,
B) l'activité d'HE de Blida.

Partie II :

III.1. Elaboration du produit d'encapsulation :

III.1.1. Introduction :

L'objectif de l'encapsulation par la méthode de gélification ionotropique est pour but d'étudier la possibilité d'absorptions d'huile par les capsules et de les protéger pour éviter la dégradation et de préserver la stabilité des composés.

III.1.2. L'intérêt de l'encapsulation :

- L'augmentation de la stabilité des ingrédients sensible (protection de la matière encapsuler contre des effets de milieu ambiante tel que la température, l'humidité)
- La diminution de la vitesse d'évaporation du composé volatile dans l'huile essentielle

III.1.3. Le protocole de gélification ionotropique :

A) Matériel :

- Balance
- Agitateur magnétique
- Seringue de 5 ml et 10 ml
- Thermomètre
- Bicher
- Fiole
- Entonnoir

B) Réactifs :

- Alginate de sodium
- Chlorure de calcium

C) Mode opératoire :

1. Préparation des capsules :

1.1. Préparation des solutions :

- Solution1 : pesé 2g de polymère et en dissoudre dans l'eau distillée ($V_T=100\text{ml}$) sous agitation jusqu'à la formation d'un gel.
- Solution 2 : pesé 5g de chlorure de calcium et en dissoudre dans l'eau distillée ($V_T=100\text{ml}$)



Figure III.17:gel polymérique.



Figure III.18:la solution de chlorure de calcium.

1.2. Encapsulation :

Nous avons fait 46 essais de mélange polymérique par trois produits : L'Alginate, Gélatine et Xanthane.

- Polymère pure (100%).
- Mélange binaire 50% ,65% ,70%,75%,80% ,90%.
- Mélange ternaire (34%33%33%),(50%25%25%),(45%45%10%),(40%30%30%).

On a fait l'encapsulation à température ambiante et à $T=30-40^{\circ}\text{C}$, $T=50-70^{\circ}\text{C}$, $T=90-100^{\circ}\text{C}$.

À température ambiante :

- En injecte le gel polymérique dans la solution de CaCl_2 par une seringue de 5 ml et 10 ml avec douce agitation manuelle.

À température défirrent :

- En injecte le gel polymérique dans la solution de CaCl_2 par une seringue de 5 ml et 10 ml sous agitation et avec contrôle de température.

1.3.Filtration et séchage :

- Après la formation des capsules filtrée puis laisse pour sécher à l'air libre.

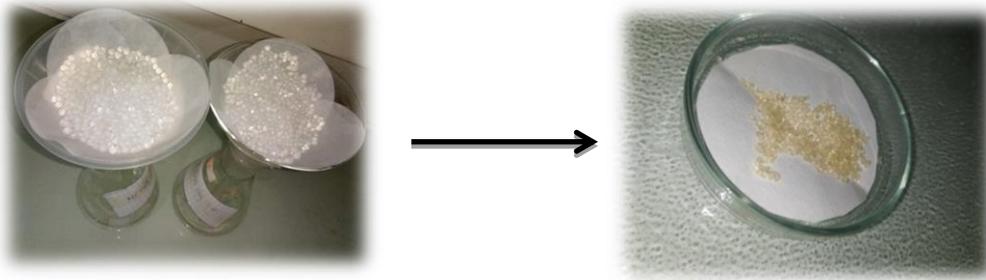


Figure III.19: la filtration des capsules.

Figure III.20: les capsules après séchage.

2. Effet des paramètres sur la formation des capsules :

- La température : joue un rôle important sur la taille des capsules formées.
- L'agitation : plus l'agitation est modérée en évite la déformation des capsules.
- L'humidité : plus l'humidité est basse en évite la formation des moisissures.

3. L'immersion des capsules dans l'huile essentielle :

- Nous pesons les capsules préparées (seringue de 5ml et 10ml), puis on les met dans des tubes à essai et après on les immerge dans l'huile essentielle des deux régions.

Laissez agir pendant 10-15 jours pour absorber l'huile essentielle et avec un contrôle de masse chaque jour.



a) L'HE de Blida.



b) L'HE de Tipaza.

Figure III.21: l'immersion des capsules dans l'huile essentielle.

4. Caractérisation des capsules :

A. Calcul du rendement d'encapsulation (%)

La formule du rendement d'encapsulation en termes de la masse d'huile est présentée ci-dessous :

$$\text{Rendement d'encapsulation R \%} = (\text{ME/MAE}) \times 100$$

Avec :

ME = masse encapsulée de l'huile

MAE = Masse à encapsuler ou initiale

B. Taux de gonflement :

La formule du Taux de gonflement en termes de la masse des capsules :

$$\text{Le taux de gonflement TG\%} = (\mathbf{m_f - m_i / m_i}) \times 100$$

Avec :

m_f = masse finale de capsule.

m_i = masse initiale de capsule.

C. Taux d'humidité :

Pour déterminer le taux d'humidité des billes de polymère, des échantillons de billes humides ont été pesés et mis à l'étuve à 105 °C jusqu'à ce que leur masse soit stable. Le taux d'humidité est déterminé selon la formule suivante :

$$\text{TH (\%)} = (\mathbf{m_h - m_s / m_h}) \times 100$$

m_h: masse initiale des billes humides en g.

m_s: masse finale des billes sèches en g.

III. Conclusion :

Dans ce chapitre deux principales contributions ont été détaillées, la première concerne l'extraction des huiles essentielles à partir de la plante *Myrtus communis* récoltée de deux zones différentes (Blida et Tipaza) où les étapes de prétraitement de la plante et le mode d'extraction ont bien détaillées. La deuxième contribution a donné le procédé d'encapsulation des huiles essentielles dans des mélanges binaires et ternaires des polymères ainsi que l'optimisation des paramètres opératoires en vue d'obtenir un rendement max.

CHAPITRE IV :

Résultats et discussions

Partie I :

IV.1. Evaluation de quelques indices physico chimique d'HE:

IV.1.1. Calculer de rendement:

Le rendement "R" de l'extraction de notre huile essentielle, par le dispositif cleavenger, a été calculée par l'équation suivante :

$$R \% = \text{VHE} / 100 \text{ grammes de la matière végétale sèche}$$

Exprimé en pourcentage de masse d'extrait par rapport à la masse de la plante séchée, le rendement le plus élevé a été observé avec l'échantillon récupéré de la plante de la région de Blida (0,52%), suivi de la plante Tipaza (0,36%).

On remarque que les rendements sont généralement faibles qui sont récoltés à l'hiver (février) c'est la période avec un rendement élevé par rapport à la période de printemps (mai).

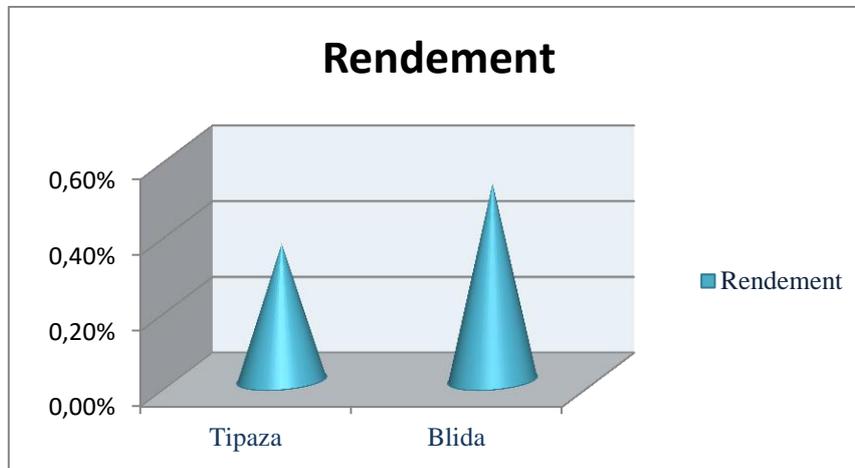


Figure IV.1: la valeur de rendement de l'extraction de l'huile essentielle de myrtes communis L de deux régions.

Le rendement d'huile essentielle de la région de Tipaza à été faible par rapport à Blida.

Il semble donc que le rendement d'huile essentielle de myrtus communis L varie suivant la saison de récolte, l'origine de la plante, et du climat.

IV.1.2. Les caractères chimiques :

Tableau IV.1: Les caractères chimiques de myrtus communis L.

Les indices / Régions	Acide	ester	Peroxyde	saponification
Blida	6.73	453.29	30	1.4
Tipaza	8.98	518.36	24	2.2

- ✓ La connaissance d'indice d'acide d'un corps gras, nous permet de connaître la présence d'acide gras libre ou liée. Il s'agit d'un critère chimique de pureté, de fraîcheur et de qualité de l'huile. C'est un moyen aussi de nous renseigner sur l'aspect d'altération, de dégradation et d'oxydation de l'huile dans le temps, l'indice d'acide de notre huile essentielle myrtus communis L de Blida elle est inférieure à celle de Tipaza.
- ✓ La connaissance de l'indice de saponification d'un corps gras nous renseigne sur la longueur de la chaîne carbonée des acides constituant ce corps gras. L'indice de saponification d'un corps gras est d'autant plus élevé que la chaîne carbonée des acides gras est courte (**Lion, 1955**). L'indice de saponification de notre l'huile essentielle de myrtus communis L de Blida elle est inférieure à celui de Tipaza.
- ✓ La valeur de l'indice d'ester de l'huile de myrtus communis L, est plus forte que son indice de saponification des deux régions. Ce qui veut dire que cette huile contient une quantité faible d'acides gras libres.
- ✓ Les huiles peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs (UV, eau, chaleur, trace de métaux,...) (Judde, 2004). Cette oxydation appelée auto oxydation ou rancissement aldéhydique conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes ou (hydro peroxydes) par fixation d'une mole d'oxygène sur le carbone situé en position α par rapport à une liaison éthylénique des acides gras insaturés constitutifs des glycérides (Choe et Min, 2006).

IV.1.3. Les caractères physiques :

Les propriétés organoleptiques de nos huiles essentielles de Blida et Tipaza les informations sont résumées dans les tableaux suivant :

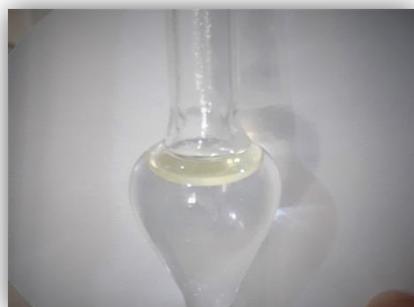


Figure IV 2:L'HE de Tipaza.



Figure IV.3:L'HE de Blida.

Tableau IV.2:Caractéristiques organoleptiques de l'HE de myrtus communis L.

myrtus communis L	Blida	Tipaza
Aspect	liquide limpide	liquide limpide
Couleur	Jaune pâle	Jaune blond
Odeur	Forte	Forte
Goût	Amer	Amer

Tableau IV.3: les résultats de caractéristique physique d'HE.

L'indice	Réfraction	pH
Blida	1.4715	5
Tipaza	1.4700	5

- ✓ Le pH obtenu indique que notre huile extraite est acide
- ✓ L'indice de réfraction mesuré est : 1,4715. Cet indice dépend de la composition chimique qui augmente en fonction des longueurs des chaînes acides, de leurs degrés d'établissement et de la température, il varie principalement avec la teneur en mono terpènes et dérivés oxygénés. Une teneur élevée en mono terpènes donnera un indice élevé.

IV.2. Evaluation de l'activité anti radicalaire :

Dans notre travail nous avons étudié l'activité antioxydant de la plante myrtus communs dans deux régions différentes (Blida et Tipaza) ainsi la synergie entre ces plantes, les valeurs obtenus ont permis de tracer des courbes représentées ci-dessous.

IV.2.1. Calcule de pourcentage d'inhibition I % d'huile essentielle de Blida

- Essai 1 :

Tableau IV.4: les valeurs de taux d'inhibition pour chaque solution.

V (µl)	C (mg/ml)	I %
10	0.3	14.11
40	1.2	33.75
70	2.1	42.5
150	4.5	51.79
200	6	54.46

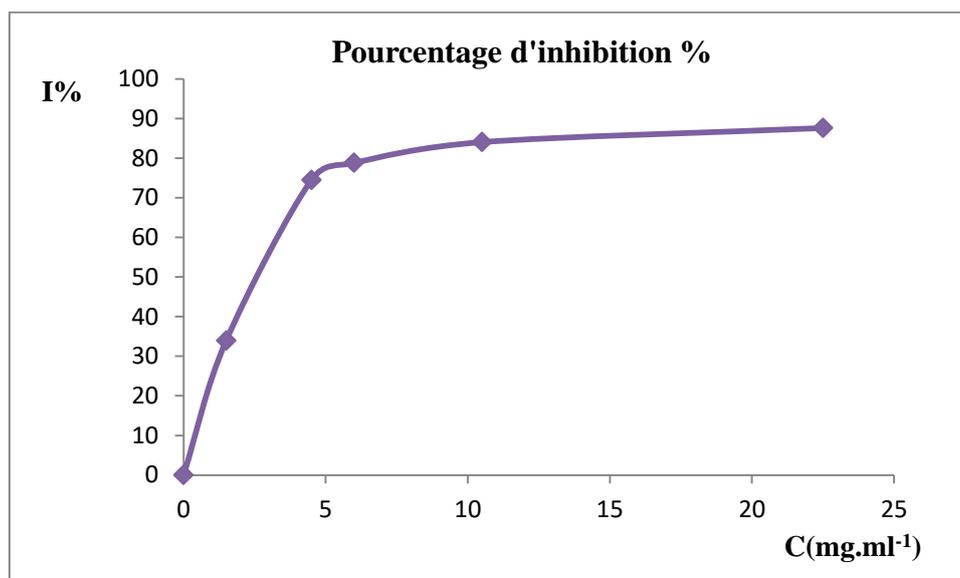


Figure IV.4: Pourcentage d'inhibition de l'HE Blida en fonction de différentes concentrations de l'essai 1.

➤ Essai 2 :

Tableau IV.5: les valeurs de taux d'inhibition pour chaque solution.

V (μl)	C (mg/ml)	I %
10	0.3	13.04
40	1.2	28.04
70	2.1	33.04
150	4.5	40.89
200	6	55.18

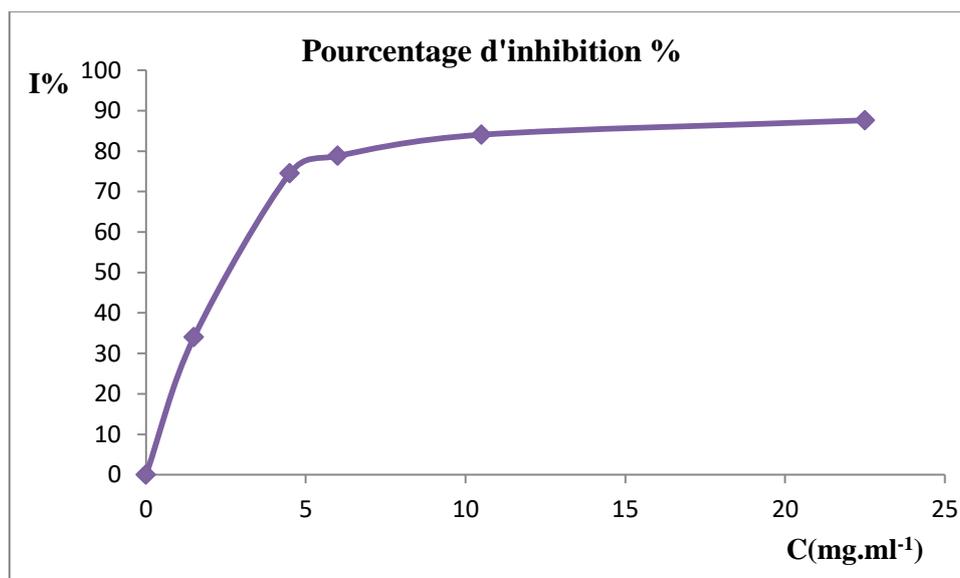


Figure IV.5: Pourcentage d'inhibition de l'HE Blida en fonction de différentes concentrations de l'essai 2.

➤ Moyenne

Tableau IV.6: Valeurs moyenne de taux d'inhibition pour chaque solution.

V (μl)	C (mg/ml)	I %
0	0.0	0
10	0.3	13.58
40	1.2	30.90
70	2.1	37.77
150	4.5	46.34
200	6	54.82

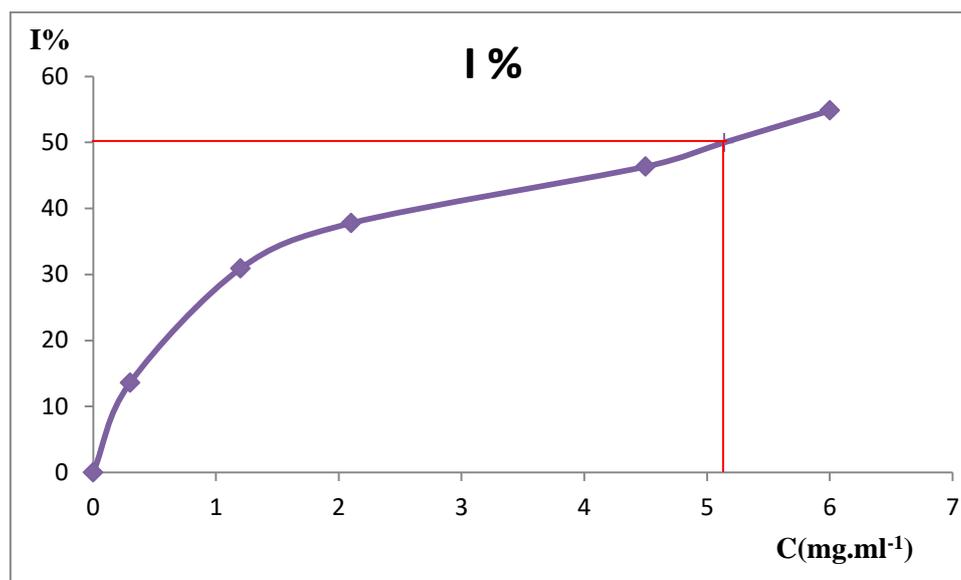


Figure IV 6: Moyenne de pourcentage d'inhibition de l'HE Blida en fonction de différentes concentrations.

La figure ci-dessus représente la variation du pourcentage d'inhibition de l'huile essentielle en fonction de la concentration de myrtus communis L récoltée de la région de Blida.

Ce graphe montre que les valeurs sont directement proportionnelles à la variation de concentration, où le pourcentage d'inhibition augmente de 0 jusqu'à 46.34 proportionnellement à l'augmentation de concentration (0 jusqu'à 4.5) avant qu'il se stabilise à partir de valeur 54.82 qui correspond à la concentration de 6 mg/ml.

Cette figure aussi montre la concentration inhibitrice médiane IC50 de l'huile essentielle de la région de Blida qui correspond à la valeur (5.14).

IV.2.2. Calcul de pourcentage d'inhibition I % d'huile essentielle de Tipaza :

On suit la même méthodologie d'évaluation et d'analyse effectuée dans la première partie pour le calcul de pourcentage d'inhibition I (%) de l'huile essentielle récupérée de la plante myrtus communis de Tipaza. trois essais ont été effectués et puis la valeur moyenne est évaluée.

➤ Essai 1 :

Tableau IV.7: les valeurs de taux d'inhibition pour chaque solution.

V (µl)	C (mg/ml)	I %
10	1.5	26.27
30	4.5	75.23
40	6	84.62
70	10.5	87.80
150	22.5	88.93
200	30	90.06

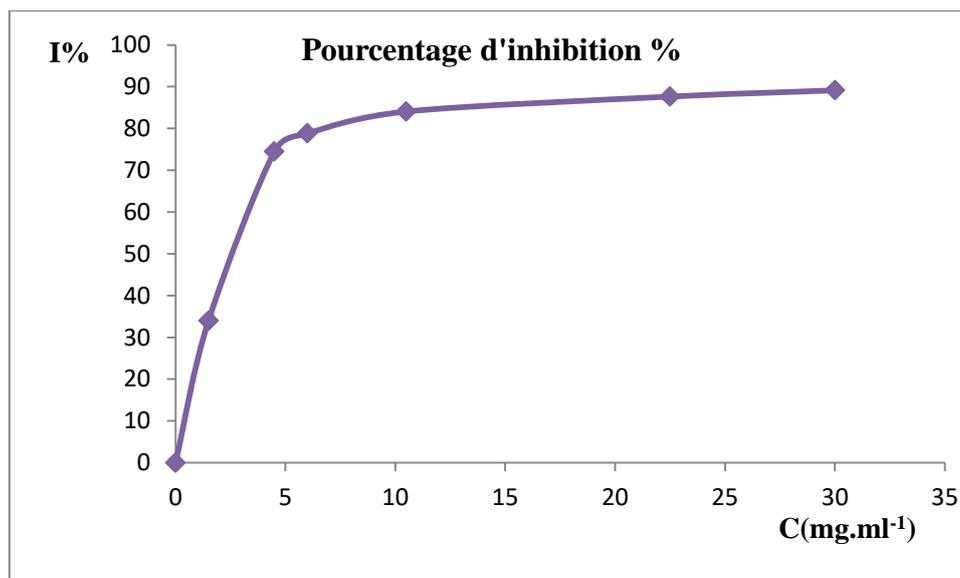


Figure IV.7: Pourcentage d'inhibition de l'HE Tipaza en fonction de différentes concentrations de l'essai 1.

➤ Essai 2 :

Tableau IV.8: les valeurs de taux d'inhibition pour chaque solution.

V (µl)	C (mg/ml)	I %
10	1.5	32.27
30	4.5	58.35
40	6	74.11
70	10.5	86.30
150	22.5	88.56
200	30	92.31

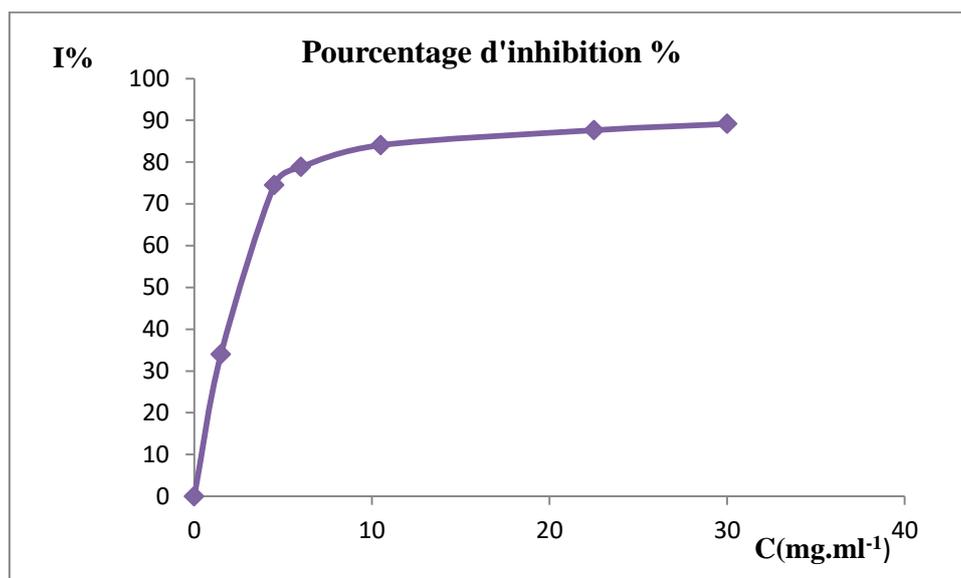


Figure IV.8: Pourcentage d'inhibition de l'HE Tipaza en fonction de différentes concentrations de l'essai 2.

➤ Essai 3 :

Tableau IV.9: les valeurs de taux d'inhibition pour chaque solution.

V (µl)	C (mg/ml)	I %
10	1.5	33.96
30	4.5	74.48
40	6	78.80
70	10.5	84.05
150	22.5	87.62
200	30	89.12

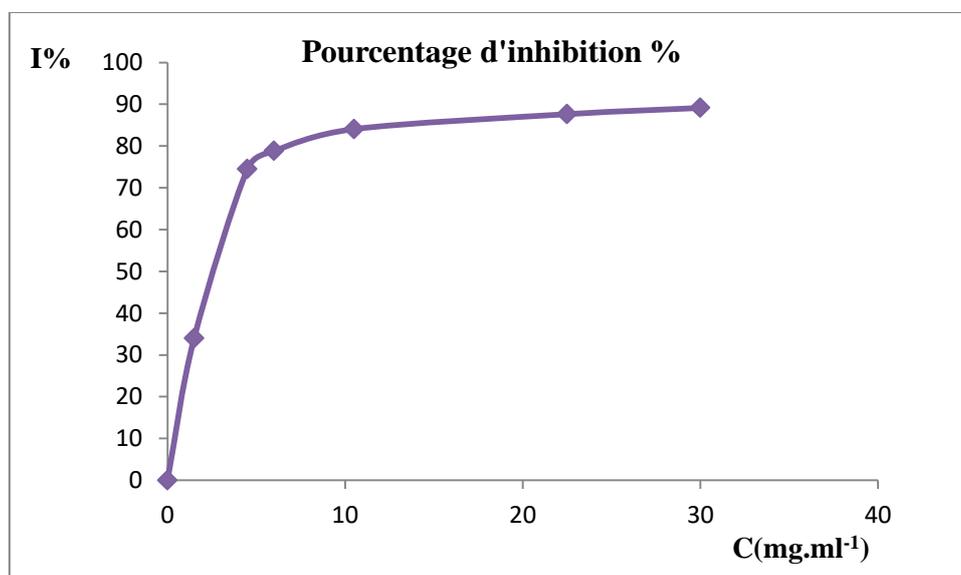


Figure IV.9: Pourcentage d'inhibition de l'HE Tipaza en fonction de différentes concentrations de l'essai 3.

➤ Moyenne

Tableau IV.10: Valeurs moyenne de taux d'inhibition pour chaque solution.

V (µl)	C (mg/ml)	I %
0	0.0	0
10	1.5	30.83
30	4.5	69.35
40	6	79.18
70	10.5	86.05
150	22.5	88.37
200	30	90.50

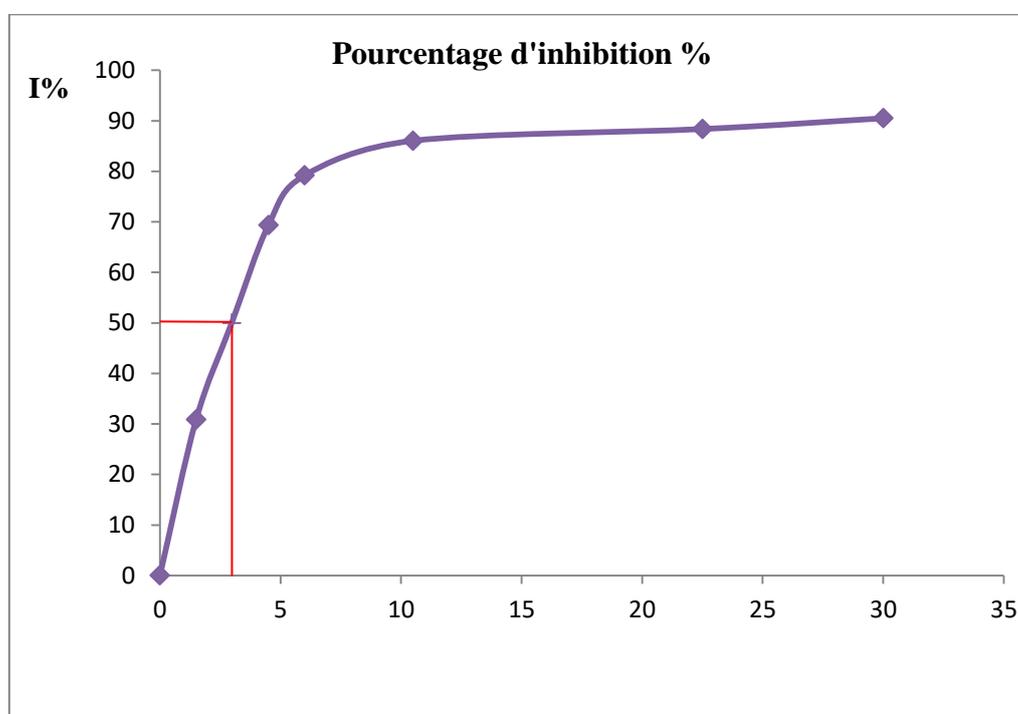


Figure IV.10: Moyenne de pourcentage d'inhibition de l'HE Tipaza en fonction de différentes concentrations.

La figure ci-dessus représente la variation du pourcentage d'inhibition de l'huile essentielle en fonction de la concentration de myrtus communis récoltée de la région de Tipaza.

Ce graphe permet de déterminer le pourcentage d'inhibition obtenu en fonction des concentrations utilisées ainsi que la valeur d'IC50 de Myrtus communis de Tipaza.

Les pourcentages d'inhibition de notre plante augmentent de manière proportionnelle avec la concentration jusqu'à atteindre un plateau où le pourcentage I% présente une valeur maximale égale à 90.50%

IV.2.3. Calcul de pourcentage d'inhibition I % d'Acide ascorbique

Afin d'établir une comparaison de référence des valeurs obtenues des paramètres calculés des huiles essentielles, le taux d'inhibition en fonction de concentrations et le pourcentage d'activité antioxydant de vitamine C sont évalués.

Tableau IV.11: Les valeurs de taux d'inhibition en fonction de la concentration pour chaque solution fille d'acide ascorbique.

V (µl)	C (mg/ml)	I %
0	0	0
5	0.0005	16
10	0.001	34
40	0.004	93
50	0.005	94
60	0.006	95
80	0.008	95
10	0.01	95
200	0.02	95
300	0.03	95
400	0.04	95

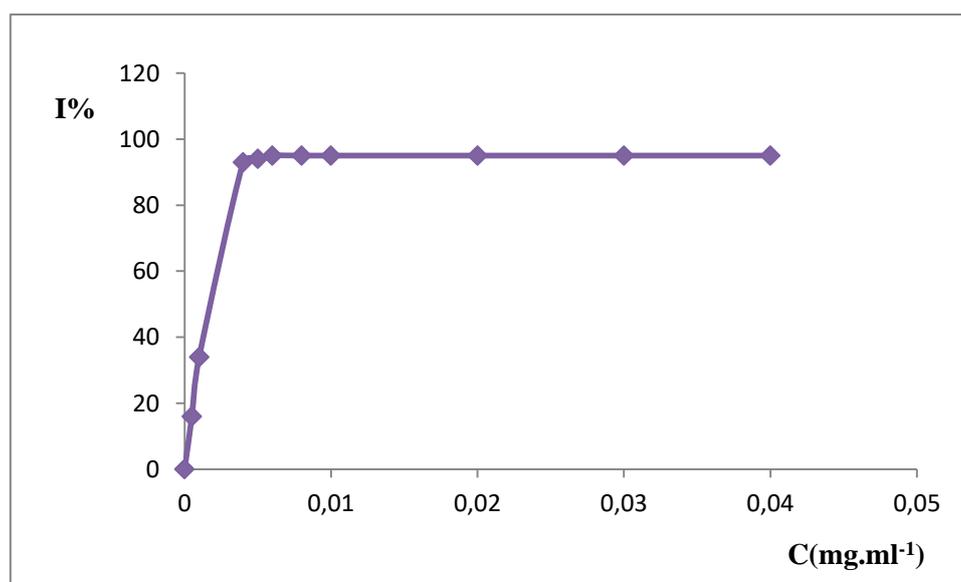


Figure IV.11: La variation du pourcentage d'activité antioxydant (A%) d'Acide ascorbique en fonction de la concentration.

La variation du pourcentage d'activité antioxydant d'Acide ascorbique en fonction de la concentration est représentée dans la figure 08 où la valeur IC50 est égale à 0.0015 mg/ml.

IV.2.4. Détermination d'IC50 de l'huile essentielle de myrtus communis L:

Tableau IV.12: IC50 de l'huile essentielle de notre plantes.

Myrtus communis L	Blida	Tipaza	Acide ascorbique
IC50	5.14	2.98	0.0018

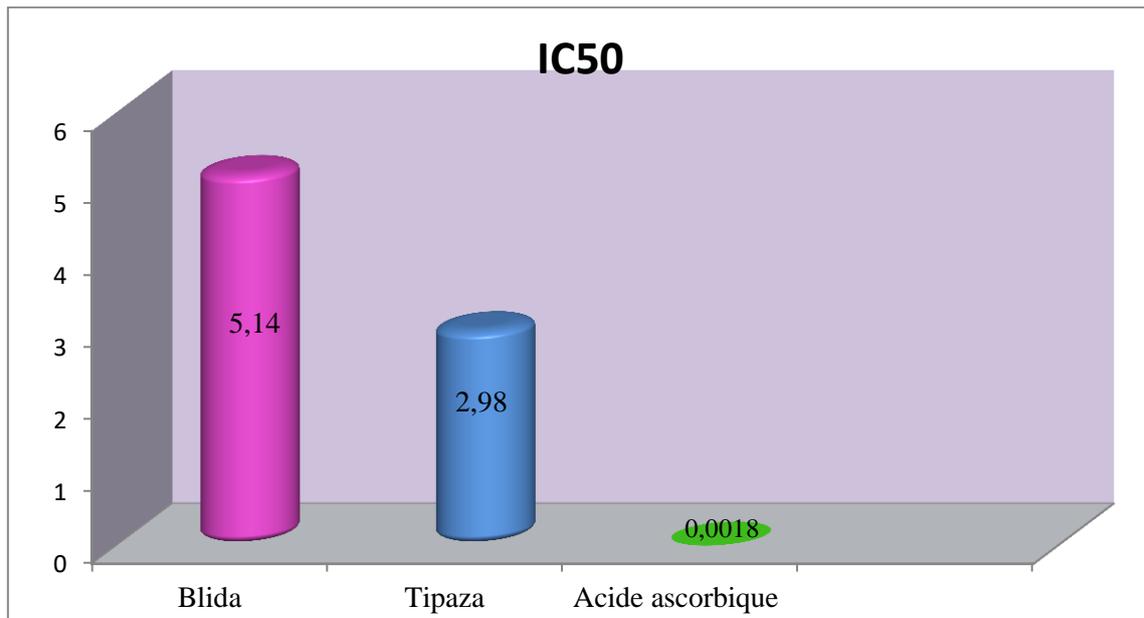


Figure IV 12: histogramme des valeurs IC50 des différents HE en g/ml.

Les résultats des tests DPPH, montrent que l'huile essentielle de myrtus communis L de Tipaza présentent un IC50 le plus faible 2.98 mg/ml suivit par HE de Blida 5.14 mg.ml⁻¹.

En comparaison avec l'Acide ascorbique, nous pouvons constater que l'HE de myrtus communis L de Tipaza est celui qui possède l'activité antioxydant la plus élevée car il a l'IC50 la plus faible (2.98 mg .ml⁻¹).

Les huiles essentielles du myrtus de Tipaza ont montré un pouvoir de piégeage du radical DPPH supérieur à celui enregistré avec l'HE de Blida. Cet écart est expliqué par la différence dans la composition chimique entre les deux huiles testées.

Des études montrent que pour une activité antioxydant plus élevée il fallait une présence des composés phénoliques plus élevé.

Parti II

IV.1. La caractéristique des capsules :

a. Taux d'humidité :

Tous les fractions des capsules elle a un bon taux d'humidité le seule qui contient un faible taux d'humidité est la capsule formé par 65% d'alginate 35% gélatine. Tableau (annexe)

b. Taux de gonflement :

Le taux de gonflement "TG" des capsules remplie par notre huile essentielle, par le procédé de l'encapsulation ionotropique, a été calculée par l'équation suivante :

$$\text{Le taux de gonflement TG}\% = \left(\frac{m_f - m_i}{m_i} \right) \times 100$$

m_f = masse finale de capsule

m_i = masse initiale de capsule

Blida :

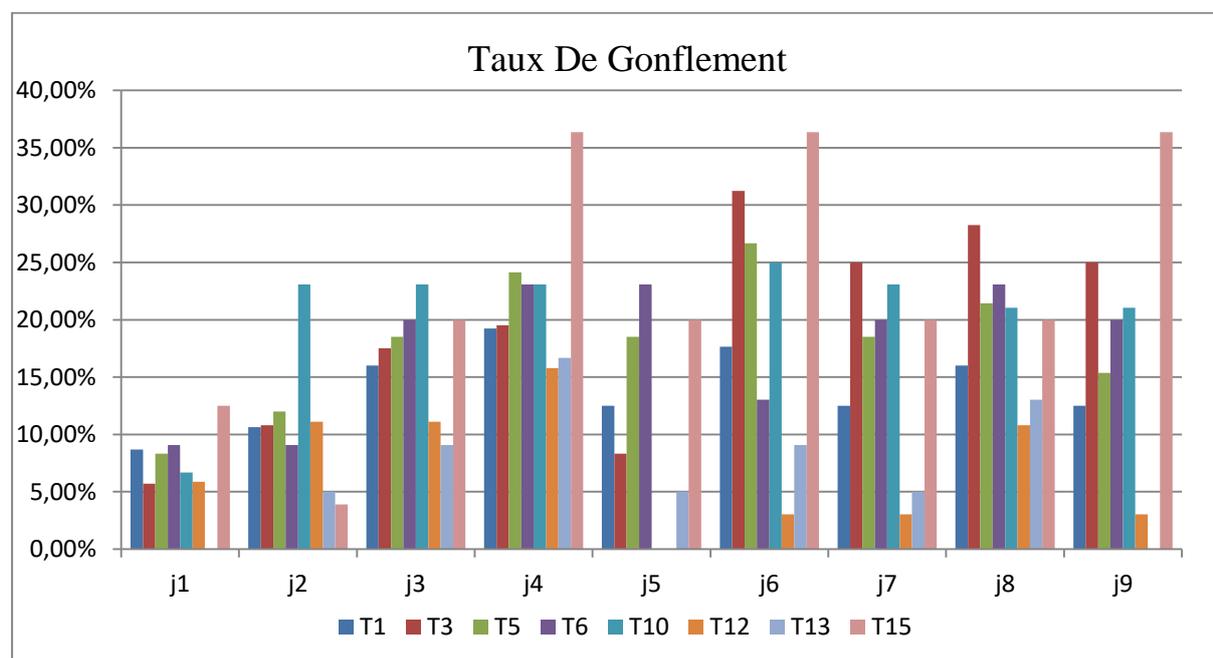


Figure IV.13: Résultat de taux de gonflement de les capsules remplié par Myrtes communis L pour zone de Blida.

On remarque que la capsule qui formé par 100% d'alginate absorbé et rejeter l'HE et elle a un bon taux de gonflement dans le 4éme et 6éme et 9éme jour par contre la capsule qui formé par 70% d'alginate et 30% de gélatine qui contient un mauvais taux de gonflement.

Tipaza :

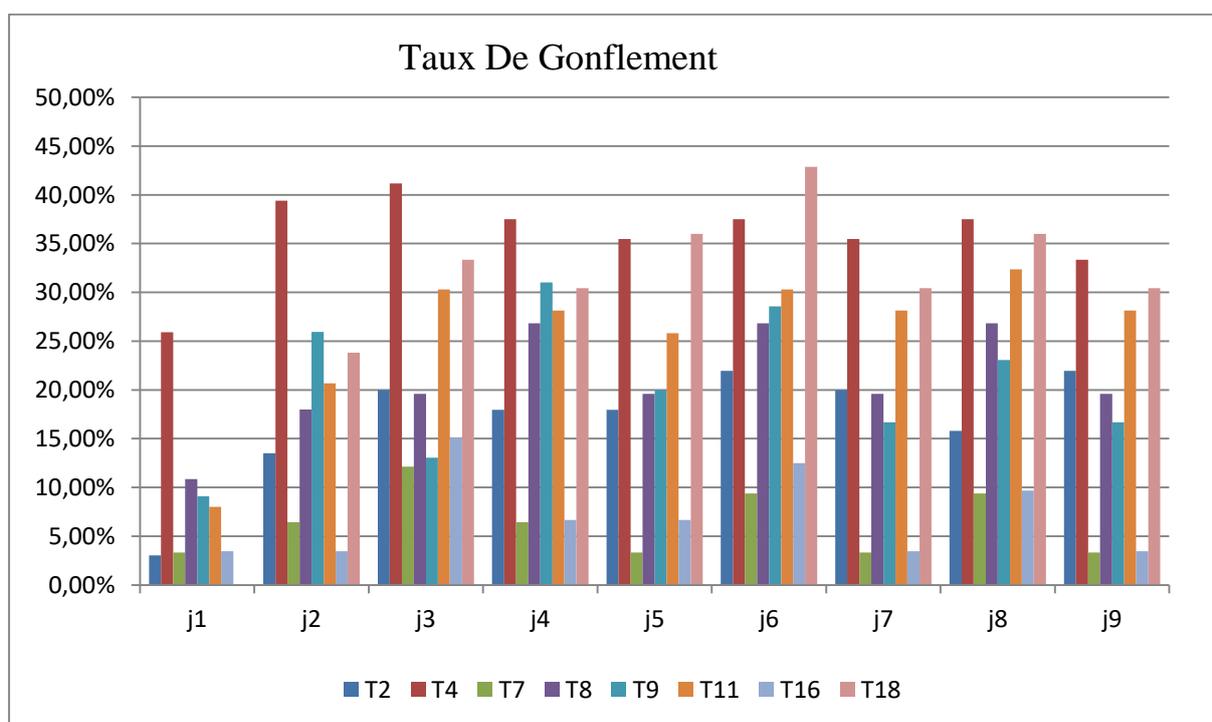


Figure IV.14:Résultat de taux de gonflement de les capsules remplié par Myrtes communis L pour zone de Tipaza.

On remarque que le capsule qui formé par l'alginate 100% et la capsule formé par un mélange binaire de 90% d'alginate et 10% d'xanthane presque gardé la même quantité d'huile absorbée pondant les 9 jours par contre les capsules formé par 75% d'alginate et 25% de gélatine et les capsules formé par 90% d'alginate et 10% de gélatine absorbe une faible quantité d'huile pondant tous les jours.

c. Calcul du Taux d'encapsulation (%)

La formule du rendement d'encapsulation en termes de la masse d'huile est présentée ci-dessous :

$$\text{Taux d'encapsulation R \%} = (\text{ME}/\text{MAE}) \times 100$$

ME = masse encapsulée de l'huile

MAE = Masse à encapsuler ou initiale

La masse initial de huile ajouté est $m_i = 3$ mg dans tous les tubes

Blida :

La masse en mg d'huile remplie dans les capsules pendant les 9 jours

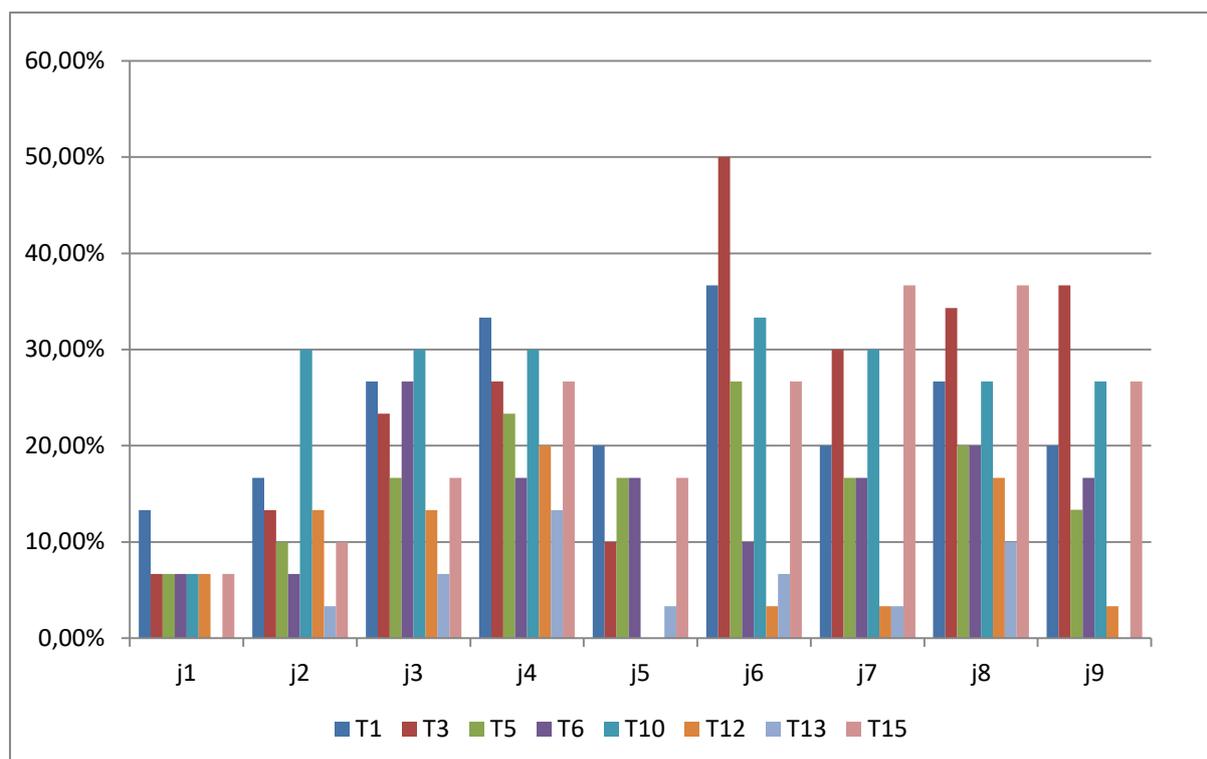


Figure IV.15:Résultat de rendement d'encapsulation de l'huile essentielle de Myrtus communis L pour zone de Blida.

On remarque que les rendements d'encapsulation sont généralement faibles par des valeurs ne dépasse pas le 30% dans tout les types des mélange des capsules formés pendant tout les jours, le seule qui est contient un rendement d'encapsulation supérieure à d'autre c'est la capsule formé par 75% d'alginate et 25% xanthane dans la 6ème jour.

Tipaza:

La quantité d'huile absorbée par les capsules pour les 9 jours

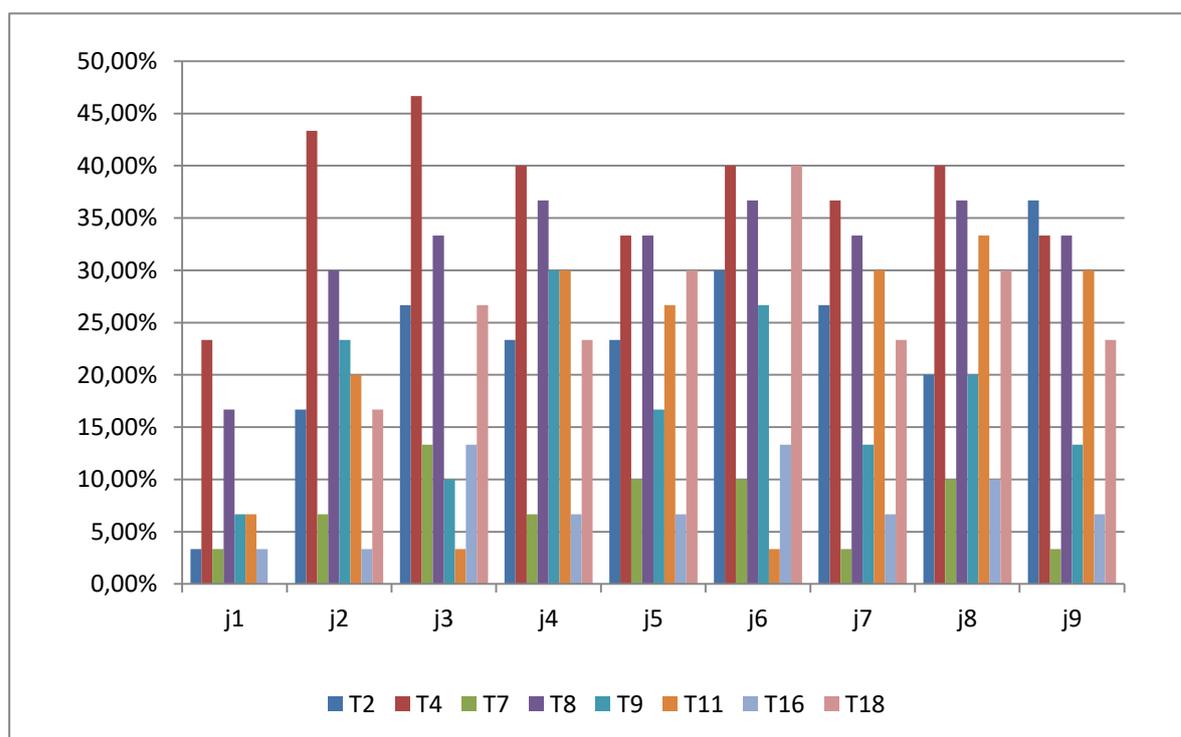


Figure IV.16:Résultat de rendement d'encapsulation de l'huile essentielle de Myrtus communis L pour zone de Blida.

On remarque que les rendements d'encapsulation sont généralement marqué par des valeurs ne dépasse pas le 40% dans tout les types des mélange des capsules formés pondant tout les jours, le seule qui est contient un rendement d'encapsulation supérieure à d'autre c'est la capsule formé par 75% d'alginate et 25% xanthane dans la 3ème jour.

Conclusion générale

Conclusion générale :

La flore Algérienne est riche en plantes aromatiques et médicinales et bon nombre d'entre elles sont des espèces endémiques pouvant être en tant que source de produit à forte valeur ajoutée. Ces plantes par leur grande diversité, représentent un réservoir important de produits, notamment des huiles essentielles, ayant des activités diverses et par conséquent, pouvant avoir de multiples applications commerciales, tant dans la parfumerie et l'industrie alimentaire que dans les domaines pharmaceutiques et biomédicaux. **(mémoire2019)**

Le procédé d'encapsulation par une gélification ionotropique est connu depuis des années, mais il reste de nombreuses questions ouvertes à propos des étapes du procédé conduisant à la formation des microcapsules. Il est donc nécessaire de mettre en évidence les points importants qui doivent être pris en compte lors de la mise au point de ce type de formulation. **(Manuscrit final)**

Le travail de recherche entrepris dans le cadre de l'encapsulation de l'huile essentielle de myrtus communis L. Dans ce contexte, nous nous sommes intéressés à l'étude des caractéristiques physicochimique et l'activité antioxydant des huiles essentielles extraites des feuilles de plante Myrtus communis L récoltée de deux régions (Blida et Tipaza) puis la protection de l'huile dans les microcapsules appropriée. Notre travail, nous a permis de conclure que :
Le rendement en HE des feuilles du myrte récoltées de la forêt d'El afrone à Blida 0.52% et les échantillons de la station d'Ain tagourait à Tipaza présentent un rendement relativement faible 0.36%.

La caractérisation physico-chimique des huiles est une étape essentielle pour déterminer la qualité.

En effet, pour satisfaire les exigences du consommateur, des critères organoleptiques (goût, odeur, couleur...) sont également à considérer. Cet aspect indispensable à la commercialisation réussie des produits alimentaires est inclus depuis longtemps pour l'évaluation des huiles végétaux.

L'étude de l'activité anti-radicalaire du DPPH a montré que l'huile essentielle de la Myrtus communis L de Tipaza présente un IC50 le plus faible 2.98 mg/ml suivi par l'huile essentielle (HE) de Blida 5.14 mg/ml. Les huiles essentielles du myrtus de Tipaza ont montré un pouvoir de piégeage du radical DPPH supérieur à celui enregistré avec l'HE de Blida.

En perspectives

Nous envisageons en perspective :

- d'évaluer d'autres activités caractéristiques de l'huile essentielle telle que l'activité anti inflammatoire.
- Procéder à effectuer des extractions des huiles à partir des plantes en utilisant d'autres méthodes d'extraction.
- Evaluer l'activité anti-oxydante en utilisant d'autres méthodes.

Références bibliographiques

INTRODUCTION GENERAL

1. al., (Croteau et, [éd.]. thèse de doctorat IAZZOURENE Ghania (1). 2000.
2. Hanane, Melle SENOUCI. Etude des activités biologiques de l'huile essentielle de *Ammoides verticillata*, en combinaison avec les huiles essentielles de *Curcuma longa* et *Allium sativum* et Micro-encapsulation de l'HE de *Ammoides verticillata* en vue d'une lutte biologique. 2019 – 2020. p. 103.
3. Karima, FELFOUL Zohra et HAMIDI. Contribution à l'encapsulation de l'huile de sardinés dans des billes d'alginate. 2015/2016. p. 34.
4. Kerdudo et al., [éd.]. 2015.
5. "Rapport Bibliographique" pp. .
6. Melle SENOUCI Hanane, [éd.]. (Laboratoire d'Ecologie et Gestion des Ecosystèmes Naturels). s.l.: Thèse de Doctorat.

CHAPITRE I : DESCRIPTION DE LA PLANTE MYRTUS COMMUNIS L

1. Climat Data.org.s.l. : Les Données Climatiques pour les Villes du monde entier, 17/05/2015.
 2. Les plantes en médecine. s.l. : Cowan., 1999. p. 18. (1).
 3. 1. Les plantes en médecine. s.l. : Cowan, 1999., 1999.
 4. Duke J.A, 1990.- Promoting phytochemicals. In: advances in new crops. Janick J. and Simon. Timber press, Portland.491-498.
 5. Pousset, J.L., 1994.- Plantes médicinales africaines. Le pharmacien d'Afrique : 87, 6.
 6. O.M.S, 2002.- Organisation Mondiale de la santé (OMS) Rapport sur la médecine traditionnelle : Besoins et potentiel. N° 4. 6 p.
 7. Iwu M.M., Duncan A.R. & Okunji C.O., 1999.- New antimicrobials of Plant Origin. In: Perspectives on new crops and new uses. Ed.: Janick, J., ASHS Press, Alexandria, VA., 457-462. et Cowan M.M., 1999- Plants products as antimicrobial agents. Clinical Microbiology Reviews, 12: 564-582.
 8. Goetz P., Ghedira K., [éd.]. *Myrtus communis*. Paris : Phytothérapie, 2012. pp. 313–320.
-

9. Ciccarelli D. Andreucci A.C.Pagni A.M., Garbari F, [éd.]. Structure and development of the elaisome in *Myrtus communis* L. *Flora* 200 : s.n., 2005.
10. M.I, Gryc, [éd.]. Contribution à l'étude botanique et chimique de *Myrtus communis* L. (Myrtacées). Université de Claude Bernard Lyon I : Thèse pour le diplôme d'état de docteur en Pharmacie, Faculté de Pharmacie,, 1985.
13. A, Beloued, [éd.]. Plantes médicinales d'Algérie. Algérie : Office des publications universitaires., 1998.
14. A., Bouzabata, [éd.]. Traditional Treatment of high blood pressure and diabetes in Souk Ahras District. s.l. : *Journal of Pharmacognosy and Phytotherapy* 5(1), 12–20., 2013.
15. M.K., Boukef, [éd.]. Les plantes dans la médecine traditionnelle tunisienne. s.l. : Agence de coopération culturelle et technique. Paris., 1986..

CHAPITRE II : LES HUILES ESSENTIELLES ET LES METHODES D'ENCAPSULATION

1. **Djoukeng, J. D., et al., et al.,**. Antibacterial triterpenes from *Syzygium guineense* (myrtaceae). s.l. : *Journal of Ethnopharmacology*,. 2005. pp. 101(1-3), 283-286. .
 2. **Kaloustian, J., et al., et al., [éd.].** La connaissance des huiles essentielles. Les Huiles Essentielles hormones végétales. qualittologie et aromathérapie; Entre science et tradition pour une application médicale raisonnée. 2012.1937. p. 187p .
 3. **. N., Salah, et al., et al. [éd.].** Polyphenolicflavanols as scavengers of aqueous phase radicals and as chain-breakingantioxidants. *Archives of Biochemistry and Biophysics*. 1995.1995. pp. 339-346.
 4. **Yi-Zhong Cai, Mei Sun, JieXing, QiongLuo, Harold Cork. [éd.].** Structure-radical scavengingactivityrelationships of phenoliccompoundsfromtraditionalChinesemedicinal plants. s.l. : *Life Sciences*,. 2006. pp. 78(25), 2872-2888.
 5. **EF., Hatzidimitriou, Nenadis, N. et Tsimidou. [éd.].** Changes in the catechin and epicatechin content of grape seeds on storage under different water activity (aw) conditions. Extraction et étude de l'activité biologique. s.l. : *Food Chemistry*. 2007. pp. 105, 1504-15112007.
 6. **Hennia, A.. [éd.].** Extraction et étude de l'activité biologique des huiles essentielles du Myrte (*Myrtus communis* L.). s.l. : Thèse de doctorat.. 2016.
 7. **Bakkali F., Averbek S., Averbek D., Idaomar M. [éd.].** Biological effects of essential oils -A review. s.l. : *Food and Chemical Toxicology* . 2008. pp. 46, 446–475.
-

8. **D.H, Fine.** [éd.]. Listerine: past, present and future – A test of thyme. s.l. : Journal of Dentistry. 2010. pp. 38, S2–S5.
 9. **Cho J.S., Kim T.H., Lim J.-M., Song J.-H.** [éd.]. Effects of eugenol on Na⁺ currents in rat dorsal root ganglion neurons. s.l. : Brain Research . 2008. pp. 1243, 53–62,.
 10. **Lang G., Buchbauer G.** [éd.]. A review on recent research results (2008–2010) on essential oils as antimicrobials and antifungals. s.l. : A review. Flavour and Fragrance Journal . 2012. pp. 27, 13–39.
 11. **Santana A., Ohashi S., De Rosa L., Green C.L.** [éd.]. Brazilian rosewood oil: The prospect for sustainable production and oil quality management. s.l. : International Journal of Aromatherapy. 1997. pp. 8, 16–20.
 12. **Pibiri, s.l.** 2006.
 13. **Leto, C., et al., et al.** [éd.]. Ethnobotanical study in the Madonie Regional Park. Central Sicily, Italy. s.l. : Medicinal use of wild shrub and herbaceous plant species. Journal of Ethnopharmacology. 2016. pp. 146, p90–112.
 14. **Cocking T.T., Middleton G.** [éd.]. Improved method for the estimation of the essential oil content of drugs. s.l. : Quarterly Journal of Pharmacy and Pharmacology. 1935. pp. 8, 435–442..
 15. **Cocking T.T., Middleton G.** [éd.]. Improved method for the estimation of the essential oil content of drugs. s.l. : Quarterly Journal of Pharmacy and Pharmacology. 1935. . pp. 8, 435–442.
 16. **Komal, P., Namrata, P. et Dr. Pradnya, I.** [éd.]. Techniques Adopted for Extraction of Natural Products, Extraction Methods: Maceration, Percolation, Soxhlet Extraction, Turbo distillation, Supercritical Fluid Extraction. s.l. 2019. pp. 6(4), pp.1-12.
 17. **Douglas, M., Heyes, J. et & Smallfield, B3.** [éd.]. Herbs, spices and essential oils: post-harvest operations in developing countries. s.l. : UNIDO and FAO. 2005.
 18. **Başer, K. H. C. et & Buchbauer, G.** [éd.]. Handbook of essential oils: science, technology, and applications. . 2010.
 19. **Merabet, CH.** [éd.]. Etude phytochimique et évaluation des activités antioxydante et anti-inflammatoire de l'espèce: *Myrtus communis* L. s.l. : Mémoire de Master 2: Métabolisme secondaire et molécules bioactives. 2015. p. 68 p.
 20. **J., Tabart, et al., et al.** [éd.]. Comparative antioxidant capacities of phenolic compounds measured by various tests. s.l. : Food Chemistry. 2009. pp. 113, 1226-1233 2.
 21. **de Gaulejac Saint-Cricq, Provost N. et N., Vivas.** [éd.]. Comparative study of polyphenol scavenging activities assessed by different methods. s.l. : Journal of Agricultural and Food Chemistry,. 1999. pp. 47, 425-431.
-

22. **Hua Li, Xiaoyu Wang, Peihong Li, Yong Li, Hua Wang.** éd.]. Comparative Study of Antioxidant Activity of Grape (*Vitisvinifera*) Seed Powder Assessed by Different Methods. s.l. : Journal of Food and Drug Analysis. 2008. pp. 16 (6), 67-73.
 23. **N., Salah, et al., et al.** [éd.]. Polyphenolicflavanols as scavengers of aqueous phase radicals and as chain-breakingantioxidants. s.l. : Archives of Biochemistry and Biophysics. 1995.2006.2007. pp. 339-346, .
 24. **A. Boudjelal et al., J. Ethnopharmacol.** [éd.]. “Herbalists and wild medicinal plantsin M’Sila”. s.l. : An ethnopharmacology survey,”. pp. pp. vol. 148, no. 2,pp.
 25. —. [éd.]. “Herbalists and wild medicinal plantsin M’Sila”. s.l. : An ethnopharmacology survey,”. pp. 148, no. 2,pp.
 25. Moreno, S., Scheyer, T., Romano, C.S., and Vojnov, A.A. (2006). Antioxidant and antimicrobial activities of rosemary extracts linked to their polyphenol composition. *Free Radic Res*, 40: 223–231.
 26. **al., Mechergui, K., Jaouadi, W., Coelho, J.P., and Khouja, M.L.** (2016). Effect of harvest year on production, chemical composition and antioxidant activities of essential oil of oregano (*Origanum vulgare* subsp *glandulosum* (Desf.) Ietswaart) growing in North Africa. *Ind.Crops Prod*, 90: 32–37.
 27. Niki, E. (2012). Do antioxidants impair signaling by reactive oxygen species and lipid oxidation products? *FEBS Lett.* 586: 3767–3770.
 28. Mothana, R.A., Alsaïd, M.S., Hasoon, S.S., Al -Mosaiyb, N.M., Al -Rehaily, A.J., and Al-Yahya, M.A. (2012). Antimicrobial and antioxidant activities and gas chromatography mass spectrometry (GC/MS) analysis of the essential oils of *Ajuga bracteosa* Wall.Benth. and *Lavandula dentata* L. growing wild inYemen. *J. Med. Plants Res*, 6: 3066-3071.
 29. Wollinger, A., Perrin, É., Chahboun, J., Jeannot, V., Touraud, D., and Kunz, W. (2016). Antioxidant activity of hydro distillation water residues from *Rosmarinus officinalis* L. leaves determined by DPPH assays. *Comptes Rendus Chim*, 19: 754–765.
 30. **Frankel et al., 2000.**
 31. **Miller N.J, Sampson J. & Candeias L.P., 1996. Antioxidant activities of carotenes and.**
 32. **s.l. : (Miller et al.). 1996.**
 33. **Kalamouni., s.l. : El. 2010.**
 34. **s.l. Barlow, 1990 et al., Evans et. 1992.**
 35. **s.l. : (Schuller,). 1990.**
 36. **Pratt, s.l. :, et al., et al. 1980; 1984;, 2005;, 2006.**
-

-
37. **s.l. : hydroxyle (Frankel et al 2000).**
38. Sahu, S.C. & Gray, G.C., 1993. Interactions of flavonoids, trace metals, and oxygen: Nuclear DNA damage and lipid peroxidation induced by myricetin. *Cancer Letters*, 70: 73-79
39. **al., Madhavi et.** 1995.
40. **s.l. : (Morelle,).** 2003.
41. **s.l. : (Baudin,).** . 2006.
42. **s.l. : (Govindarajan et al.).** 2005.
43. **s.l. : (Hussain et al).** 2003.
44. **., Climat Data.org.** s.l. : Les Données Climatiques pour les Villes du monde entier. 17/05/2015.
45. **Akdim., L.** Comparaison de méthodes d'absorption et d'encapsulation de l'huile essentielle de *Copaifera Officinalis* L. en vue d'une application en cosmétique. 2016/2017. p. p. 24.
46. **Hananel, M. S.** Etude des activités biologiques de l'huile essentielle de *Ammoides verticillata*, en combinaison avec les huiles essentielles de *Curcuma longa* et *Allium sativum* et Micro- encapsulation de l'HE de *Ammoides verticillata* en vue d'une lutte biologique. 2019 – 2020. p. p. 103.
47. **E., V.** Les alginates et leurs applications en pharmacie et en ingénierie, application à la construction d'un biomatériau [Thèse]. . 2010. .
48. **M., G. H. B.** Formulation et caractérisation des microparticules à base de biopolymères [Mémoire]. 2017. p. .
49. **A, M.** Etude de la formulation d'un principe actif (la metformine) dans des polymères biodégradables [mémoire]. 2012. .
50. **U., Z. A. A. H. N. X. T. T. N. B. A. Nguyen Thi Thanh.** Fabrication of alginate microspheres for drug delivery. A review, *Journal Pre-proofs*; . 2019. .
51. **R. a. J. Wang,L., .** *Evaluation of sodium alginate for bone cell tissue engineering.* *Biomaterials*. 2003. pp. pp. 3475-3481.
52. **S., O. O. A. F. Takka.** *Formulation and investigation of nicardipine HCl–alginate gel beads with factorial design-based studies.* *European Journal of Pharmaceutical Sciences*. 1998. pp. p. 6: 241–246.
53. **Mession., J.-L.** *Influence de l'état protéique sur la dynamique de séparation de phase et de gélification dans un système ternaire aqueux à base de protéines de pois et d'alginate.* 2012. p. p. 36.
-

-
54. **Europe(GME), Gelatin manufacturers of.** *La gélatine alimentaire: production et applications.* Réf:F4800 v1. 2001.
55. **R.E.Norland.** *Coatings technology Handbook, Vol.65(fish Gelatin and fish Glue), Norland products, Inc 3rd ed..* 2006., pp. pp. 345-421.
56. **V. J. Morris.** *Bacterial polysaccharides. In Food Polysaccharides and their applications, second edition, Stephen, A. M.; Phillips, G. O., Eds. Taylor & Francis Group, LLC.,* 2006., pp. pp. 413-443.
57. **K. Born, V. , Vandamme, E. J., de Baets, S. et Steinbuchel, A.,. P. Boulenger, Xanthan.** *In Polysaccharides I: Polysaccharides from Prokaryotes,; Steinbuchel, A., Eds. WILEY-VCH.,* 2002.,. pp. pp. 259-269.
58. **L. Torres, E. Brito, E. Galindo et L. Choplin.** *Choplin, Viscous behavior of xanthan aqueous solutions from a variant strain of Xanthomonas campestris. Journal of Fermentation and Bioengineering.,* 1993. pp. pp. 75, 58-64.
59. **L. Torres, E. Brito, E. Galindo et L. Choplin.,** *Viscous behavior of xanthan aqueous solutions from a variant strain of Xanthomonas campestris. Journal of Fermentation and Bioengineering.,* 1993. pp. pp. 75, 58-64.
60. **K. Shatwell, I. W. Sutherland, I. C. M. Dea et S. B. Ross-Murphy.,** *The influence of acetyl and pyruvate substituents on the helix coil transition behaviour of xanthan. Carbohydrate Research.,* 1990.,. pp. pp. 206, 87-103.
61. **F. Garcia-Ochoa, V. E. Santos, J. A. Casas et E. Gomez. ,** *Xanthan gum: production, recovery, and properties. Biotechnology Advances.* 2000. pp. pp. 18, 549-579.
62. *Xanthan production by Xanthomonas Campestris in batch cultures. Process Biochemistry.* 2001. pp. pp. 37, 73-80.
63. **C. D. Borges, R. C. M. de Paula, J. P. A. Feitosa et C. T. Vendruscolo,** *The influence of thermal treatment and operational conditions on xanthan produced by X. arboricola pv pruni strain 106. Carbohydrate Polymers, .* 2009.
64. **G. Hublik.** *Xanthan. Polymer Science A: Comprehensive Review.,* 2012. pp. pp. 10, 221-229..
65. **M. Milas et M. Rinaudo.** *Investigation on conformational properties of xanthan in aqueous solutions. In Solution Properties of Polysaccharides, American Chemical Society .* 1981. pp. Vol.150, pp. 25-30.
66. **F. Z. e. H. Karima.** *Contribution a l'encapsulaton de l'huile de serdine dans des bille d'alginate.,* 2015/2016.,. p. p. 34.
67. **A. L. HACHEMAOUI Wassila.** *Microencapsulation d'un principe actif (Amlodipine) dans la matrice Chitosane/HPMC réticulé par le TPP par le procédé de double émulsion H/E/.,* 2016/2017.,. p. p. 29.
-

68. **L. & L. M. E. Sagalowicz**, . *Sagalowicz, Delivery systems for liquid food products. Current Opinion in Colloid & Interface Sciences*,. 2010,. pp. pp. 15, 61–72.
69. *L. & L. M. E. Sagalowicz, Delivery systems for liquid food products. Current Opinion in Colloid & Interface Sciences, 2010, pp. 15, 61–72.*
70. *Z. Mounia, Formulation de microcapsules à libération prolongée à base de principe actif très peu soluble ou insoluble et caractérisation biopharmaceutique, 2014. .*
71. *L. K, Adsorption du cadmium en système continu sur la montmorillonite pontée à l'aluminium encapsulée par l'alginate de sodium [mémoire]., 2012. .*
72. *M. A, Etude de la formulation d'un principe actif (la metformine) dans des polymères biodégradables [mémoire]., 2012.*
73. *B. S et A. Bouamrane.A, Encapsulation de la doxycycline et de l'aspirine : étude de l'effet des paramètres physicochimiques de préparation sur la stabilité des microcapsules d'alginate. [Mémoire]., 2017. .*
74. *L. U. McClements D., Structure-function relationships to guide rational design and fabrication of particulate food delivery systems. Trends Food Sci Technol, 2009, pp. 20:448-57.*
75. *Z. Mounia, Formulation de microcapsules à libération prolongée à base de principe actif très peu soluble ou insoluble et caractérisation biopharmaceutique, 2014. .*
76. *G. H. B. M., Formulation et caractérisation des microparticules à base de biopolymères [Mémoire]., 2017. .*
-

Annexe :

Tableau 1:Exemples d'applications pour l'encapsulation

Domain d'application	Objectifs	Exemple
Cosmétique	<ul style="list-style-type: none">- Visuel et marketing avec une libération de l'actif à l'utilisation (milli capsules)- Libération retardée et activité optimisée de l'actif encapsulé (microcapsules).- Optimisation de la solubilité des actifs.- Protection d'actifs sensibles. (température air, incompatibilité avec d'autre actif).	Encapsulation des vitamines sensibles a l'oxydation
Pharmaceutique	<ul style="list-style-type: none">- Libération contrôlée et cibles des principes actifs.- Protection du principe actif instable e libération ciblée.- Amélioration de la biodisponibilité.	<ul style="list-style-type: none">- Encapsulation de la morphine pour réduire sa concentration locale et prolonger son l'action- Encapsulation de la aspirine pour masquée le gouste et libérée l'actif dans l'environnement intestinale
Peinture	<ul style="list-style-type: none">- Amélioration des propriétés des peintures (propriétés adhésives, luminescence des pigments).- Augmentation de la durée de vie des peintures.	<ul style="list-style-type: none">- Encapsulation de biocide pour prolonger la durée de vie des peintures.
Agroalimentaire	<ul style="list-style-type: none">- Encapsulation d'ingrédients se libérant au cours de la consommation	Encapsulation d'aromes dans les chewing-gums, protection du sel et du sucre contre l'humidité
Textile	<ul style="list-style-type: none">- L'encapsulation d'actifs se libérant lors de frottements entre le vêtement et la peau	Encapsulation de répulsifs contre les insectes, d'actifs amincissants
Agrochimie	<ul style="list-style-type: none">- Améliorations du dépôt et/ou la pénétration des actifs sur les éléments cibles- Protection des actifs contre une dégradation prématurée	Encapsulation des pesticides et des insecticides

Tableau 2: les techniques physicochimique de l'encapsulation appliquées aux huiles essentielle.

Techniques	Avantages	Inconvénients	Rendement d'encapsulation	Nature du produit	Réf.
Evaporation/ extraction de solvant	<ul style="list-style-type: none"> - Encapsulation de petites molécules - Possibilité de contrôle de la cinétique de relargage grâce au PLGA - Utilisation de polymères biodégradables et biocompatibles 	<ul style="list-style-type: none"> - Utilisation de solvants organiques toxiques - Présence de solvants Résiduels 	Variable	Microsphère	(Kerdudo <i>et al.</i> , 2015)
Coacervation simple	<ul style="list-style-type: none"> - Distribution de taille étroite pour l'ajout de non-solvant : absence de contact entre la phase continue et l'actif 	Agglomération, utilisation de solvant dans certains cas	Variable (6-90 %)	microcapsules	(Kerdudo <i>et al.</i> , 2015)
Coacervation Complexe	<ul style="list-style-type: none"> - Distribution de taille étroite - Hauts rendements d'encapsulation - Conditions douces (absence De solvants organique et température ambiante) 	<ul style="list-style-type: none"> - Agents réticulant toxiques : glutaraldéhyde ou formaldéhyde - Gamme de pH limitée 	Environ 80 %	Microcapsules	(Kerdudo <i>et al.</i> , 2015)
Emulsions Doubles/multiples	<ul style="list-style-type: none"> - Absence de solvants organiques - Possibilité d'encapsuler des actifs hydrophiles et hydrophobes en simultanés 	Risque de dégradation des actifs sensibles à la chaleur car nécessité de chauffer les phases à émulsionner (dans la plupart des cas)	Variable	Gouttelettes d'émulsion	(Kerdudo <i>et al.</i> , 2015)
Liposomes	<ul style="list-style-type: none"> - Encapsulation simultanée d'actifs hydrophiles et hydrophobes - Augmente l'efficacité des principes actifs - Utilisation de molécules constituant de la structure cutanée 	<ul style="list-style-type: none"> - Utilisation de solvants organiques - Faible rendements d'encapsulation des actifs hydrophiles - Incompatibilité avec certains tensioactifs. 		Liposomes	(Gouin, 2004)
Vésicules multi lamellaires type oignons	<ul style="list-style-type: none"> - Encapsulation simultanée d'actifs hydrophiles et hydrophobes - Augmente l'efficacité des principes actifs - Utilisation de molécules constituant de la structure cutanée - Hauts rendements d'encapsulation 	<ul style="list-style-type: none"> - Instabilité thermodynamique en phase aqueuse - Incompatibilité avec certains tensioactifs. 	Variable	Vésicules multi lamellaires type oignons	(Kerdudo <i>et al.</i> , 2015)

Tableau 3: les techniques mécanique de l'encapsulation appliquées aux huiles essentielle

Techniques	Avantages	Inconvénients	Rendement d'encapsulation ¹	Nature du produit Encapsulé	Réf.
Séchage par atomisation (spray drying)	Simple, rapide, économique	- Perte importante d'actifs par adhérence aux parois de la chambre de séchage - Non applicable à des systèmes de viscosité trop élevée - Consommation d'énergie importante en raison de l'évaporation de l'eau	Jusque 40-50 %	Poudre	(Gouin, 2004) (Yeo et al., 2001) (Giunche di et al., 1995)
Gélification /congélation de gouttes (spray cooling)	- Particules non poreuses et denses - Absence de solvant - Durée courte des procédés	- Températures des procédés pouvant affecter les actifs - Agglomération	Jusque 40-60 %	Microsphère cireuse	(Kerdudo et al., 2015)
Extrusion	- Contrôle précis de la forme et de la taille des capsules - Degré élevé de stabilité des capsules en milieu formulé	- Taille des particules importante : 200-1000 µm - Non applicable pour les actifs trop sensibles à l'oxydation.	Jusque 40 %	Microsphère	(Gouin, 2004) (Kerdudo et al., 2015)
RESS (Rapid Expansion of Supercritical Solutions)	Absence de solvants organiques et de tensioactifs	Limité aux polymères de faibles poids moléculaires	Variable	Microsphère	(Yeo et al., 2001), (Gouin, 2004)
ASES (Aerosol Solvent Extraction System)	Absence de solvants organiques et de tensioactifs	Agglomération des polymères de faible transition vitreuse	Variable (5-80 %)	Microsphère	(Yeo et al., 2001) (Kreitz et al., 1997)

¹Rendement d'encapsulation = (Masse du produit actif encapsulé / Masse de produit actif à encapsuler) x 10

Tableau 01 : Résumé des différentes méthodes d'extraction des produits naturels (32)

Méthode	Solvant	Température	Pression	Temps	Volume de solvant organique consommé	Polarité des produits naturels extraits
Macération	Eau, solvant aqueux et non aqueux	Température ambiante	Atmosphérique	Long	Large	Dépend de l'extraction du solvant
Percolation	Eau, solvant aqueux et non aqueux	Température ambiante, parfois sous chaleur	Atmosphérique	Long	Large	Dépend de l'extraction du solvant
Décoction	Eau	Sous la chaleur	Atmosphérique	Modérer	Aucun	Composés polaires
Extraction de reflux	Solvants aqueux et non aqueux	Sous la chaleur	Atmosphérique	Modérer	Modérer	Dépend de l'extraction du solvant
Extraction de Soxhlet	Solvants organiques	Sous la chaleur	Atmosphérique	Court	Modérer	Dépend de l'extraction du solvant

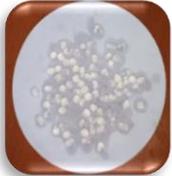
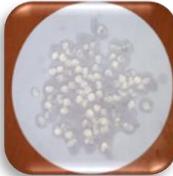
Extraction de liquide sous pression	Eau, solvants aqueux et non aqueux	Sous la chaleur	Haut	Court	Petit	Dépend de l'extraction du solvant
Extraction de fluide supercritique	Fluide supercritique (généralement S-CO ₂), parfois avec modificateur	Température ambiante proche	Haut	Court	Aucun ou petit	Composés polaires non polaires à modérés
Extraction assistée par ultrasons	Eau, solvant aqueux et non aqueux	Température ambiante ou sous chaleur	Atmosphérique	Court	Modérer	Dépend de l'extraction du solvant
Extraction assistée par micro-ondes	Eau, solvant aqueux et non aqueux	Température ambiante	Atmosphérique	Court	Aucun ou modérer	Dépend de l'extraction du solvant
Extraction de champ électrique pulsé	Eau, solvant aqueux et non aqueux	Température ambiante ou sous chaleur	Atmosphérique	Court	Modérer	Dépend de l'extraction du solvant
Extraction assistée par	Eau, solvant	Température	Atmosphérique	Modérer	Modérer	Dépend de l'extraction

enzyme	aqueux et non aqueux	ambiante ou chaleur après traitement enzymatique				du solvant
--------	----------------------	--	--	--	--	------------

Les capsules d'Alginate Gélatine Xanthane dans différent mélange binaire et ternaire :

Tableaux II.01. : Les capsules d'alginate, gélatine et xanthane dans différent pourcentages et mélanges

Produits Mélanges	Alginate	Gélatine	Xanthane	Seringue (5ml)	Seringue (10ml)	Qualité
50%	50%	50%				Parfait
	50%		50%			Mal déformée
		50%	50%	Homogène	Homogène	Mauvaise
65%	65%	35%				Parfait
	35%	65%		Homogène	Homogène	Mauvaise
	65%		35%			Parfait
	35%		65%	Homogène	Homogène	Mauvaise
		65%	35%	Homogène	Homogène	Mauvaise

		35%	65%	Homogène	Homogène	Mauvaise
70%	70%	30%				Parfait
	30%	70%		Homogène	Homogène	Mauvaise
	70%		30%			Mal déformée
	30%		70%	Homogène	Homogène	Mauvaise
		70%	30%	Homogène	Homogène	Mauvaise
		30%	70%	Homogène	Homogène	Mauvaise
75%	75%	25%				Parfait
	25%	75%		Homogène	Homogène	Mauvaise

	75%		25%			Parfait
	25%		75%	Homogène	Homogène	Mauvaise
		75%	25%	Homogène	Homogène	Mauvaise
		25%	75%	Homogène	Homogène	Mauvaise
80%	80%	20%				Parfait
	20%	80%		Homogène	Homogène	Mauvaise
	80%		20%			Mal déformée
	20%		80%	Homogène	Homogène	Mauvaise
		80%	20%	Homogène	Homogène	Mauvaise
		20%	80%	Homogène	Homogène	Mauvaise

90%	90%	10%				Parfait
	10%	90%		Homogène	Homogène	Mauvaise
	90%		10%			Mal déformée
	10%		90%	Homogène	Homogène	Mauvaise
		90%	10%	Homogène	Homogène	Mauvaise
		10%	90%	Homogène	Homogène	Mauvaise
34%33%33%	34%	33%	33%	Homogène	Homogène	Mauvaise
40%30%30%	40%	30%	30%	Homogène	Homogène	Mauvaise
45%45%10%	45%	45%	10%			Mal déformée
50%25%25%	50%	25%	25%			Mal déformée

100%	100%					Parfait
	100%			Homogène	Homogène	Mauvaise
			100%	Homogène	Homogène	Mal déformée

L'effet de température et l'agitation sur la formation des capsules :

- ✓ Plus la température est basse ,plus la taille des capsules est uniforme.
- ✓ Plus l'agitation est douce plus en évite la déformation des capsules.

Tableaux 02. : L'encapsulation des mélanges binaire et ternaire à températures et vitesse d'agitation défirent.

Produits Mélanges	Alginat e	Gélatine	Xanthane	30-40°C Faible	30-40°C Forte	50-70 °C Faible	50-70 °C Forte	90-100 °C Faible	90-100 °C Forte
	50%	50%	50%						
50%			50%						
		50%	50%	H	H	H	H	H	H
65%	65%	35%							
	35%	65%		H	H	H	H	H	H

	65%		35%						
	35%		65%	H	H	H	H	H	H
		65%	35%	H	H	H	H	H	H
		35%	65%	H	H	H	H	H	H
70%	70%	30%							
	30%	70%		H	H	H	H	H	H
	70%		30%						
	30%		70%	H	H	H	H	H	H
		70%	30%	H	H	H	H	H	H
		30%	70%	H	H	H	H	H	H

75%	75%	25%							
	25%	75%		H	H	H	H	H	H
	75%		25%						
	25%		75%	H	H	H	H	H	H
		75%	25%	H	H	H	H	H	H
		25%	75%	H	H	H	H	H	H
80%	80%	20%							
	20%	80%		H	H	H	H	H	H

	80%		20%						
	20%		80%	H	H	H	H	H	H
		80%	20%	H	H	H	H	H	H
		20%	80%	H	H	H	H	H	H
90%	90%	10%							
	10%	90%		H	H	H	H	H	H
	90%		10%						
	10%		90%	H	H	H	H	H	H
			90%	10%	H	H	H	H	H
			10%	90%	H	H	H	H	H
	34%33%33%	34%	33%	33%	H	H	H	H	H
40%30%30%	40%	30%	30%	H	H	H	H	H	H

45%45%10%	45%	45%	10%						
50%25%25%	50%	25%	25%						
45%45%10%	45%	45%	10%						
50%25%25%	50%	25%	25%						

Tableau 3 : Les capsules qu'est moisi.

Mélange	Seringue (5ml)	Seringue (10ml)
Alginate+Xanthane (25%+75%)		
Alginate+Xanthane (20%+80%)		
Alginate+Xanthane (50%+50%)		

<p>Alginate+Xanthane (80%+20%)</p>		
<p>Alginate+Xanthane (30%+70%)</p>		
<p>Alginate+Xanthane +Gélatine (34%+33%+33%)</p>		

Caractérisation des capsules :

Tableaux 04 : Les résultats de taux d'humidités des capsules pour chaque mélange.

Produits Mélanges	Alginate	Gélatine	Xanthane	$m_H(g)$		$m_S(g)$		T_H S de (5ml)	T_H S de (10ml)
				5 (ml)	10(ml)	5 (ml)	10(ml)		
50%	50%	50%		3.76	4.02	0.15	0.21	96.01%	94.78%
	50%		50%	5.01	5.56	0.90	1.06	82.04%	80.93%
		50%	50%	H	H	H	H	-	
65%	65%	35%		1.81	2.07	1.76	2.02	2.76%	2.41%
	35%	65%		H	H	H	H	-	-
	65%		35%	5.90	6.16	0.07	0.25	98.81%	95.94
	35%		65%	H	H	H	H	-	-
		65%	35%	H	H	H	H	-	-
		35%	65%	H	H	H	H	-	-
70%	70%	30%		3.91	4.17	0.10	0.22	97.44%	94.72%
	30%	70%		H	H	H	H	-	-
	70%		30%	4.35	4.61	0.14	0.26	96.78%	94.36%
	30%		70%	H	H	H	H	-	-
		70%	30%	H	H	H	H	-	
		30%	70%	H	H	H	H	-	-
75%	75%	25%		4.16	3.09	0.09	0.12	97.84%	96.92%
	25%	75%		H	H	H	H	-	-
	75%		25%	4.23	4.49	0.14	0.17	96.69%	96.21%
	25%		75%	H	H	H	H	-	-
		75%	25%	H	H	H	H	-	-

		25%	75%	H	H	H	H	-	-
80%	80%	20%		3.35	3.62	0.10	0.16	97.01%	95.59%
	20%	80%		H	H	H	H	-	-
	80%		20%	4.73	5.01	0.17	0.19	96.40%	96.20%
	20%		80%	H	H	H	H	-	-
		80%	20%	H	H	H	H	-	-
		20%	80%	H	H	H	H	-	-
90%	90%	10%		4.12	4.38	0.12	0.15	97.09%	96.58%
	10%	90%		H	H	H	H	-	-
	90%		10%	4.06	4.32	0.14	0.18	96.55%	95.83%
	10%		90%	H	H	H	H	-	-
		90%	10%	H	H	H	H	-	-
		10%	90%	H	H	H	H	-	-
34%33%33%	34%	33%	33%	H	H	H	H	-	-
40%30%30%	40%	30%	30%	2.06	2.32	0.08	0.11	96.12%	95.26
45%45%10%	45%	45%	10%	4.14	4.41	0.10	0.12	97.58%	97.28%
50%25%25%	50%	25%	25%	3.40	3.66	0.15	0.19	95.58%	94.81%

- **L'immergement de L'huile essentielle (Myrtes communis L) dans les capsules :**

Phase intérieures :

Les résultats de phase intérieurs sont présentés dans les tableaux suivants :

Tableaux 05 : Résultats (masse des tube + masse des capsules et masse d'huile pour les zone El affroune et Tipaza).

La zone	El Affroune								Tipaza							
Numéro de tube	1	3	5	6	10	12	13	15	2	4	7	8	9	11	16	18
Masse de tube vide(g)	3.87	3.74	3.84	3.61	3.66	3.83	3.79	3.65	3.94	3.86	3.84	3.81	3.74	3.83	3.87	3.78
Masse d'huile de Myrtus communis L	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.3	0.03	0.03
Masse de capsule	4.2	3.3	2.2	2.0	3.0	3.2	2.0	1.4	3.2	2.0	2.9	4.1	2.0	2.3	2.8	1.6
Type des capsules	A+ X (70%)	A+X (75%)	A+X (90%)	A+G (75%)	A+G (80%)	A+G (70%)	A+G (90%)	A (100%)	A+X (70%)	A+X (75%)	A+ X (90%)	A+G (75%)	A+G (80%)	A+G (70%)	A+G (70%)	A+G (90%)

Tableaux 06 : Résultats des capsules rempliées par l'HE pour différentes zones (El-Affroune et Tipaza).

jours/Milieu		Jour1		Jour2		Jour3		Jour4		Jour5		Jour6		Jour7		Jour8		Jour9	
		T_C (g)	C_R (mg)																
Zone/tubes																			
	T_1	22.51	4.6	22.50	4.7	22.47	5.0	22.45	5.2	22.49	4.8	22.45	5.1	22.49	4.8	22.47	5.0	22.49	4.8
Blida	T_3	22.36	3.5	22.34	3.7	22.31	4.0	22.30	4.1	22.34	3.6	22.30	4.8	22.34	4.4	22.32	4.6	22.34	4.4
	T_5	22.46	2.4	22.45	2.5	22.43	2.7	22.41	2.9	22.44	2.7	22.42	3.0	22.44	2.7	22.43	2.8	22.45	2.6
	T_6	22.23	2.2	22.23	2.2	22.20	2.5	22.19	2.6	22.21	2.6	22.19	2.3	22.21	2.5	22.20	2.6	22.21	2.5
	T_{10}	22.30	3.2	22.23	3.9	22.23	3.9	22.23	3.9	22.27	3.0	22.25	4.0	22.27	3.9	22.28	3.8	22.28	3.8
	T_{12}	22.27	3.4	22.25	3.6	22.25	3.6	22.21	3.8	22.25	3.2	22.22	3.3	22.25	3.3	22.21	3.7	22.25	3.3
	T_{13}	22.42	2.0	22.41	2.1	22.39	2.2	22.37	2.4	22.40	2.1	22.38	2.2	22.41	2.1	22.37	2.3	22.40	2.0
	T_{15}	22.30	1.6	22.23	2.3	22.26	2.0	22.24	2.2	22.26	2.0	22.24	2.2	22.26	2.0	22.26	2.0	22.28	2.2
Tipaza	T_2	22.57	3.3	22.53	3.7	22.50	4.0	22.51	3.9	22.50	3.9	22.48	4.1	22.50	4.0	22.48	3.8	22.52	4.1
	T_4	22.50	2.7	22.44	3.3	22.43	3.4	22.45	3.2	22.44	3.1	22.43	3.2	22.44	3.1	22.43	3.2	22.45	3.0
	T_7	22.46	3.0	22.43	3.1	22.39	3.3	22.41	3.1	22.41	3.0	22.38	3.2	22.41	3.0	22.39	3.2	22.42	3.0
	T_8	22.46	4.6	22.42	5.0	22.41	5.1	22.40	5.2	22.39	5.1	22.37	5.2	22.39	5.1	22.37	5.2	22.39	5.1
	T_9	22.39	2.2	22.34	2.7	22.38	2.3	22.32	2.9	22.34	2.5	22.31	2.8	22.34	2.4	22.32	2.6	22.34	2.4
	T_{11}	22.48	2.5	22.44	2.9	22.40	3.3	22.41	3.2	22.42	3.1	22.39	3.3	22.42	3.2	22.40	3.4	22.42	3.2
	T_{16}	22.50	2.9	22.47	2.9	22.43	3.3	22.45	3.0	22.44	3.0	22.42	3.2	22.44	3.0	22.43	3.1	22.45	3.0
	T_{18}	22.42	1.6	22.37	2.1	22.34	2.4	22.35	2.3	22.35	2.5	22.32	2.8	22.35	2.3	22.33	2.5	22.35	2.3

Tableaux 07 : Résultat de taux de gonflement de les capsules remplié par Myrtes communis L pour zone (Blida et Tipaza)

Jours		Jour1	Jour2	Jour3	Jour4	Jour5	Jour6	Jour7	Jour8	Jour9
Zones										
Blida	T_1	8.70%	10.64%	16.00%	19.23%	12.5%	17.65%	12.50	16.00%	12.50%
	T_3	5.71%	10.81%	17.50%	19.51%	8.33	31.25%	25.00%	28.26%	25.00%
	T_5	8.33%	12.00%	18.52%	24.14%	18.52%	26.67%	18.52%	21.43%	15.38%
	T_6	9.09%	9.09%	20.00%	23.08%	23.08%	13.04%	20.00%	23.08%	20.00%
	T_{10}	6.67%	23.08%	23.08%	23.08%	0.00%	25.00%	23.08%	21.05%	21.05%
	T_{12}	5.88%	11.11%	11.11%	15.79%	0.00%	3.03%	3.03%	10.81%	3.03%
	T_{13}	0.00%	5.00%	9.09%	16.67%	5.00%	9.09%	5.00%	13.04%	0.00%
	T_{15}	12.50%	3.91%	20.00%	36.36%	20.00%	36.36%	20.00%	20.00%	36.36%
Tipaza	T_2	3.03	13.51%	20.00%	17.95%	17.95%	21.95%	20.00%	15.79%	21.95%
	T_4	25.92%	39.39%	41.18%	37.50%	35.48%	37.50%	35.48%	37.50%	33.33%
	T_7	3.33%	6.45%	12.12%	6.45%	3.33%	9.38%	3.33%	9.38%	3.33%
	T_8	10.87%	18.00%	19.61%	26.83%	19.61%	26.83%	19.61%	26.83%	19.61%
	T_9	9.09%	25.93%	13.04%	31.03%	20.00%	28.57%	16.67%	23.08%	16.67%
	T_{11}	8.00%	20.69%	30.30%	28.13%	25.81%	30.30%	28.13%	32.35%	28.13%
	T_{16}	3.45%	3.45%	15.15%	6.66%	6.66%	12.50%	3.45%	9.68%	3.45%
	T_{18}	0.00%	23.81%	33.33%	30.43%	36.00%	42.86%	30.43%	36.00%	30.43%