

Mémoire de Master

Présenté par :

Mr: AIT KHELIFA HANI

Mr: SMAIL MOKHTAR

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie

Spécialité : Chimie Analytique

Thème :

*Extraction et caractérisation des huiles
essentielles du curcuma*

Soutenu le : 7/7/2019

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
Mme : BENKHODJA-GRABA. ZAHRA	Chimie	Présidente
Mme : ISSAADI HAMIDA	Chimie	Examinatrice
Mme : BOUKEHIL GHOUZALA	Chimie	Encadreur

2018-2019

Remerciements

Nous remercions en premier lieu le bon dieu le tout puissant qui nous éclaire le bon chemin et de nous avoir accordé la puissance, la volonté et la santé pour terminer ce travail.

Nos remerciements s'adressent en particulier à notre promotrice madame G.Boukehil, qui nous a encadré et dirigé ce travail Avec une grande rigueur scientifique. Sa disponibilité, ses conseils et la Confiance qu'elle nous a accordée, nous a permis de réaliser ce travail.

Nous remercions l'ensemble des membres du jury pour avoir accepté de juger ce travail, notamment : Madame Z.Benkhodja (Présidente) et Madame H.issaadi (Examinatrice).

Nous remercions tous les enseignants du département chimie De l'université de Abderrahmane mira et tous qui nous ont Aidé de près ou loin pendant toutes nos années d'études.

Nous profitons aussi de cette occasion pour adresser nos remerciements à nos parents pour leurs sacrifices, et à tous les membres de la promotion 2018/2019 Master chimie analytique d'université Abderrahmane mira Bejaia.



Hani et Mokhtar

Dédicace

Nous dédions ce mémoire

À nos chers parents Morane, Brahim et Fatiha, fatma

À nos chers frères

Tarik, Zinedine, Haroun et l'Yazid

À nos sœurs

Djohra, Hanane , wassila et nadia ,raziqa ,akila

À tous nos familles

À tous nos amis

À tous les personnes qui nos connaissons



Hani & Mokhtar



Liste des abréviations

OMS : l'Organisation Mondiale de la Santé

HE : Huile extrait

HC : Huile commercialisée

HO : Huile olive

% : Pourcentage

C° : degré Celsius

IS : Indice de saponification

IP : Indice de peroxyde

IA : Indice d'acide

D : Densité

A : Acidité

IR : Indice de réfraction

UV-V : Ultra violée visible

CCM : Chromatographie sur couche mince

HCL : Chlorure d'hydrogène

KOH : Hydroxyde de potassium

KI : Iodure de potassium

NaCl : Chlorure de sodium

LISTE DES FIGURES

Figure I.1 : les sources de curcumine d'après	3
Figure I.2 :(A) Rhizome frais de <i>Curcuma longa</i> , (B) Aspect de la partie aérienne	4
Figure I.3 : Structure chimique des principaux constituants de l'huile essentielle de curcuma. [13].	5
Figure I.4 : structure chimique de la curcumine	6
Figure I.5 : Huiles essentielles de curcuma disponibles en aromathérapie	7
Figure I.6 : Structure de l'élément, composant de l'huile essentielle de curcuma	8
Figure I.7 : Structure de l'ar-turmérone, composé présent dans l'huile essentielle de curcuma [18].	8
Figure I.8 : Une unité d'isoprène.	9
Figure I.9 : Structure de quelques composés mono-terpéniques	11
Figure II.1 :schéma simplifié d'un montage d'hydro distillation	14
Figure II.2 : Montage d'hydro distillation	15
Figure II.3 : Schéma de montage entrainement à la vapeur d'eau	16
Figure II.4 : Schéma d'un montage Soxhlet	17
Figure II.5 : Schéma d'un montage de macération :	19
Figure III.1 : Extraction liquide-liquide de l'huile du curcuma (décantation).....	24
Figure III.2 : Dispositif d'évaporation.....	24
Figure III.3 : Un réfractomètre.	33
Figure IV.1 : l'huile essentielle du curcuma extraite.	36
Figure IV.2 : spectre IR de l'huile de curcuma extrait et l'huile acheté.....	40
Figure IV.3 : Variation de l'Indice de réfraction en fonction de concentration.....	42
Figure IV.4 : Variation de l'indice de réfraction en fonction de temps.	43
Figure IV.5 : Variation de la densité en fonction de la concertation.....	44
Figure IV.6 : Variation de la densité en fonction de temps.	44
Figure IV.7 : Variation de l'indice de peroxyde en fonction de concentration.....	45
Figure IV.8 : Variation de l'indice de peroxyde en fonction du temps.	46

Figure IV.9 : Variation de l'indice de saponification en fonction de la concentration.	46
Figure IV.10 : Variation de l'indice de saponification en fonction de temps.	47
Figure IV.11 : l'indice d'acide en fonction de concentration.	48
Figure IV.12 : Variation de l'indice d'acide en fonction de temps.	48

La Liste des tableaux

Tableau I.1 : Différentes appellations de curcuma.	2
Tableau I.2 : Valeurs nutritionnelles et énergétique du <i>Curcuma Longa</i>	4
Tableau III. 1 : les pourcentages des éluant utilisés.....	26
Tableau III.2 : les différentes concentrations en pourcentage des mélanges (l'huile d'olive, poudre du curcuma).....	28
TableauIV.1 :Propriétés organoleptiques de curcumine.....	36
TableauIV.2 : Calcul des rendements obtenus lors de l'extraction de l'huile essentielle du curcuma	37
Tableau IV.3 : Les différents résultats de la CCM pour HE et HC.....	38
TableauIV.4 : La longueur d'onde et l'absorbance d'HE et HC.	39
TableauIV.5 : Bandes caractéristiques du spectre IR de HE du curcuma.	39
Tableau IV.6 : Les différentes compositions des solutions d'huile d'olive / huile de curcuma	40
Tableau IV.7 : Les valeurs des indices des mélanges HO/Curcuma	41

Chapitre I Généralité sur le curcuma et les huiles essentielles

Partie I .Généralité sur le curcuma :	2
I.1. Histoire du curcuma :	2
I.2. Etymologie :	3
I.3.Description de la plante :	4
I.4.Composition chimique :	5
I.5.Utilisation du curcuma :	7
I.5.1.Curcuma longa : huile essentielle	7
I.5.1.1.Procédé d'extraction :	7
I.5.1.2. Utilisations de l'huile essentielle	7
Partie II .Généralité sur les huiles essentielles :	9
I.6. Les huiles essentielles :	9
I.6.1. Historique et origine :	9
I.6.2. Composition :	10
I.6.2.1. Les composés terpéniques :	10
I.6.2.1.1. Les mono-terpènes :	11
I.6.2.1.2. Les sesquiterpènes :	12
I.6.3. Propriétés :	12
I.6.3.1. Organoleptiques :	13
I.6.3.2. Physiques :	13
I.6.3.3. Chimiques :	13
I.6.4.Facteurs de variabilité :	13
I.6.4.1. Origine botanique :	14
I.6.4.2. Cycle végétatif :	14
I.6.4.3. Nature du sol :	14
I.6.4.4. Lumière et température :	14

Chapitre II Méthode et techniques d'extraction

II.1. La distillation :	14
II.1.1. Extraction par hydro distillation :	15
II .1.2 . Entrainement à la vapeur d'eau (ou vapo-hydrodistillation) :	16
II .1.3. L'expression à froid :	17
II .1.4. Extraction solide-liquide :	17
II.2. Soxhlet :	18
II.3. La macération :	19
II.4. Autres techniques :	20
II.4.1. Technique de la pression :	20
II.4.2. Extraction par solvant :	20
II.4.3. Hydro-diffusion :	21
II.4.4. Extraction à l'eau surchauffée :	21
II.5. Choix du solvant d'extraction :	21
II.6. Qualité et rendement des huiles essentielles :	22

Chapitre III Matériel et méthodes

III.1. Extraction de l'huile essentielle du curcuma :	23
III.1.1. Hydrodistillation	23
III.2. Extraction liquide-liquide (décantation) :	24
III.3. Evaporation du solvant :	25
III.4. Analyse de l'huile essentielle du curcuma :	25
III.4.1. Analyse chromatographique.....	25
III.4.2.2. Analyse par spectroscopie IR.....	27
III.5. Enrichissement de l'huile d'olive par l'huile du curcuma :	28

III.5.1. Macération :	28
III.5.2. Caractérisation physico-chimiques :	28
III.5.2.1. Caractéristiques chimiques :	28
III.5.2.2. Caractéristiques physiques :	32
III.2.3. Méthodes spectrales :	33

Chapitre IV discussion et résultats

IV.1. Propriétés organoleptiques :	36
IV.2. Rendement :	37
IV.3. Analyse de l'huile essentielle du curcuma :	38
IV.3.1. Analyse par chromatographie sur couche mince (CCM) :	38
IV.3.2. Analyse spectrales :	39
IV.4 Enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de curcuma :	41
IV.4.1 Analyses physico-chimiques :	41
IV.4.1.1 Indice de réfraction :	42
IV.4.1.2 La Densité :	44
IV.4.1.3 Indice de peroxyde :	45
IV.4.1.4 Indice de saponification :	47
IV.4.1.5 Indice d'acide :	48
Conclusion générale	50

Introduction

Introduction

Depuis des milliers d'années, l'homme utilise les plantes trouvées dans la nature, pour traiter et soigner des maladies [1]. L'utilisation des plantes en phytothérapie est très ancienne et connaît actuellement une région d'intérêt auprès du public, selon l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS) (2003), environ 65-80% de la population mondiale à recours au médecine traditionnelle pour satisfaire ses besoins en soins de santé primaire, en raison de la pauvreté et du manque d'accès à la médecine moderne [2].

Le curcuma est une plante vivace appartenant à la famille *Zingiberaceae*. Le rhizome est la partie utilisée de la plante en tant qu'épice alimentaire, conservateur, et comme colorant des aliments et des textiles. Cependant, on l'utilise aussi depuis des siècles en médecine traditionnelle indienne et chinoise [3]. La couleur jaune caractéristique de la poudre de rhizome est donnée par les curcuminoïdes. Parmi ceux-ci, la curcumine est la molécule la plus abondante et la plus étudiée. Elle a été isolée pour la première fois en 1815 et obtenue sous forme cristalline en 1870.

Dans notre travail, nous avons envisagé de traiter le thème « Extraction de l'huile essentielle du Curcuma », Ce travail trouve a pour intérêt la valorisation de cette plante; et sur le plan scientifique, il servira de source d'information aux chercheurs qui voudront faire des études dans cette filière ou domaine.

- Le premier chapitre : nous avons réalisé une étude bibliographique sur la plante qui nous avons choisi qui est le curcuma et les l'huiles essentiels.
- Le deuxième chapitre : est consacré aux procédés d'extractions.
- Le troisième chapitre : représente la partie expérimentale, dans laquelle on réalise l'extraction et l'analyse de curcuma, ainsi que l'enrichissement de l'huile d'olive par cette dernière.
- Le quatrième chapitre : C'est présentation des discussions des résultats de différentes études.

A la fin on termine par une conclusion générale.

***Chapitre* I**

➤ Partie I. Généralité sur le curcuma :

I.1. Histoire du curcuma :

L'*Athavaveda* est le premier texte Hindou en rapport avec la médecine, faisant état de causes « vitales » de la maladie et non erratiques. Il relate qu'il y a 6 000 ans le curcuma était utilisé pour « chasser » la jaunisse [4]. Plus récemment, Marco Polo en 1280 retrace le transport du curcuma entre la Chine et l'Inde dans son journal de bord. Pendant ce siècle-là, les commerçants Arabes ont desservi le marché Européen depuis l'Inde. Un peu plus tard, lors du début de la colonisation de l'Inde par les Anglais (XVe siècle), le curcuma fut mélangé, entre autres, avec du cumin et de la coriandre pour former ce que l'on appelle le curry.

Le pays d'origine du Curcuma n'est pas clairement identifié aujourd'hui. On peut penser qu'il est originaire d'Inde ainsi que les autres espèces du genre *curcuma* mais les différents rapports traitant de *Curcuma longa* L. depuis 1810 ne font état que de sa culture agricole à des fins industrielles. Il existe une théorie établissant que le curcuma est originaire de Cochinchine (aujourd'hui représenté géographiquement par le sud-est du Vietnam) et qu'il aurait été exporté dans le nord-est de l'Inde par des tribus bouddhistes durant la période post- bouddha.

I.2. Etymologie :

Le terme de curcuma est d'origine irano-indienne. Il dérive du sanscrit *kartouma* qui a donné *kurkum* en persan ancien, *kourkoum* en arabe et curcuma en latin [5] C'est sous cette dernière forme qu'il est passé dans les langues européennes, le « c » se transformant parfois en « k » dans les langues germaniques, à l'exception de l'anglais qui le désigne sous le nom de *turmeric*. C'est d'ailleurs la langue anglaise qui a conservé l'origine de son appellation en latin médiéval, *terra merita* (terre mérite) par le mot "*turmeric*". Notons que sa couleur jaune intense le fait parfois nommer, bien à tort, *safran cooli* et *safran des Indes* [5].

Tableau I.1 : Différentes appellations de curcuma [5].

Langue	Appellations
Arabe	Kourkom, كركم
Latin	Curcuma
Anglais	Turmeric
Chine	Jianghuang

I.3. Description de la plante :

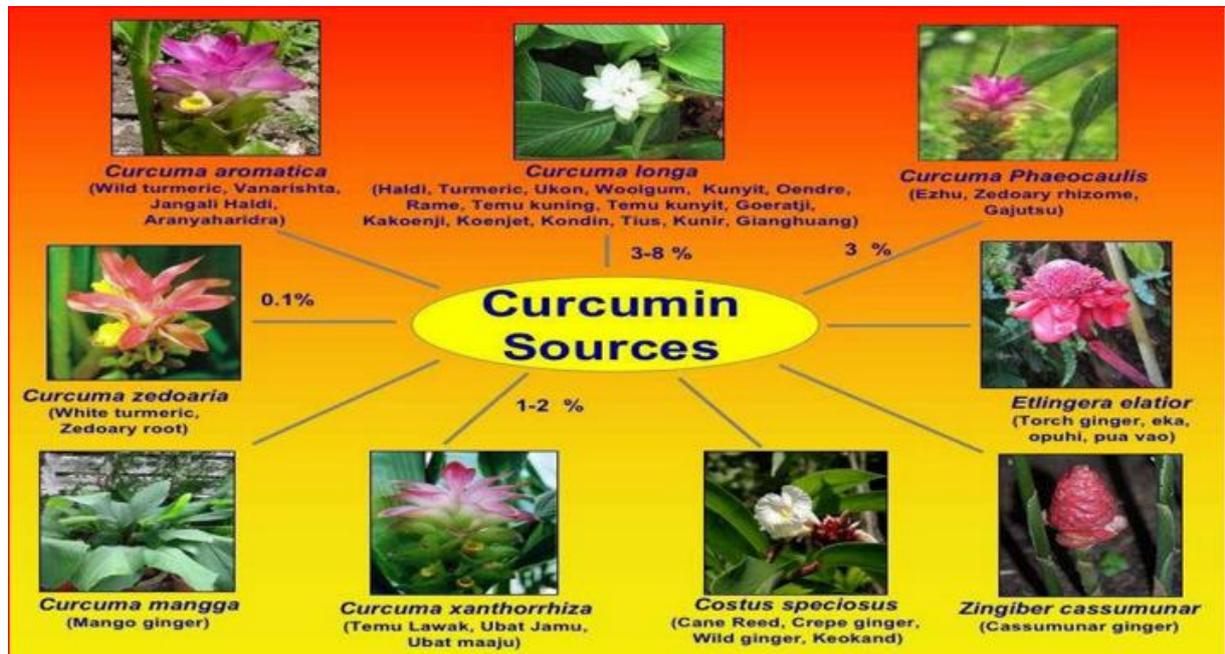


Figure I.1 : les sources de curcumine d'après [6].

Curcuma longa est une plante vivace atteignant un mètre, pérenne par son rhizome [7].

Les rhizomes représentent la partie consommée comme épice. Une odeur aromatique se dégage après section du rhizome [7]. Ses feuilles, très longues, oblongues à elliptiques, engainantes, possèdent une puissante nervure axiale et des nervures secondaires parallèles. À l'aisselle des quelles, naissent les fleurs de couleur blanche ou jaunâtre [8].

Les fleurs possèdent :

- un calice tubulaire, court, présentant 3 dents inégales.
- une corolle tubulaire à sa base, puis divisée en 3 lobes jaunes inégaux.
- des étamines dont une seule fertile, bifide, l'anthere présentant un large éperon courbé à la base.
- un ovaire infère, triloculaire, surmonté d'un style terminé par un stigmate simple et en Crochet [7].

Le fruit, rarement produit, est une capsule à trois loges, contenant de nombreuses graines arillées [5].

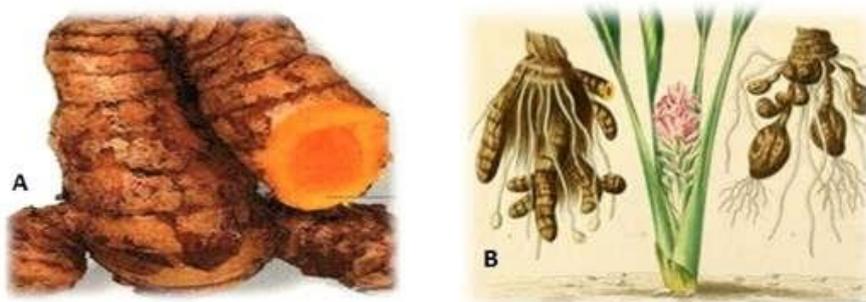


Figure I.2 :(A) Rhizome frais de *Curcuma longa* [9], (B) Aspect de la partie aérienne [8].

I.4.Composition chimique :

Le tableau suivant résume la valeur nutritionnelle et énergétique calculée pour 100 g de poudre de rhizome de *Curcuma longa L.*

Tableau I.2 : Valeurs nutritionnelles et énergétique du *Curcuma Longa L* [10,11].

composés	Quantité	Minéraux		Vitamines	
		L'eau	11,4 g	Calcium	183 mg
Protéine	7,8 g	Magnésium	193 mg	Vit B2	0,23 mg
Lipide	9,9 g	Phosphore	268 mg	Vit B3	5,14 mg
Glucide	64,9 g	fer	41,4 mg	Vit B6	1,80 mg
Fibre	21,1 g	zinc	44 mg	Vit B9	39 mg
Omega 9	3,12 g	Potassium	2525 mg	Vit C	26 mg
Omega 3	0,48 g	Manganèse	7,8 mg	Vit E	3,1 mg
Omega 6	1,69 g	Cuivre	603 mg	Vit K	13 ,4mg

Pour 100 g de partie comestible, la poudre de curcuma contient approximativement : Par distillation à la vapeur d'eau, les rhizomes produisent 2 à 7% d'huile essentielle, qui est rouge orangé et légèrement fluorescente. Ses constituants principaux sont un sesquiterpène, zingiberène (25%) et ses dérivés cétoniques : la turmérone (35%) et l'arturmérone (dehydroturmérone) (12%) (Figure I.4).

L'huile essentielle de curcuma se compose également en petites quantités de monoterpènes Oxygénés, associés à de petites quantités de sesquiterpènes hydrocarbonés et de monoterpènes hydrocarbonés. La contribution relative de chaque composant à l'arôme et à la saveur est mal

connue. L'arôme de l'huile essentielle distillée à la vapeur est différent de celui de l'épice, ce qui serait dû à la formation d'artefacts lors de la distillation [11,12].

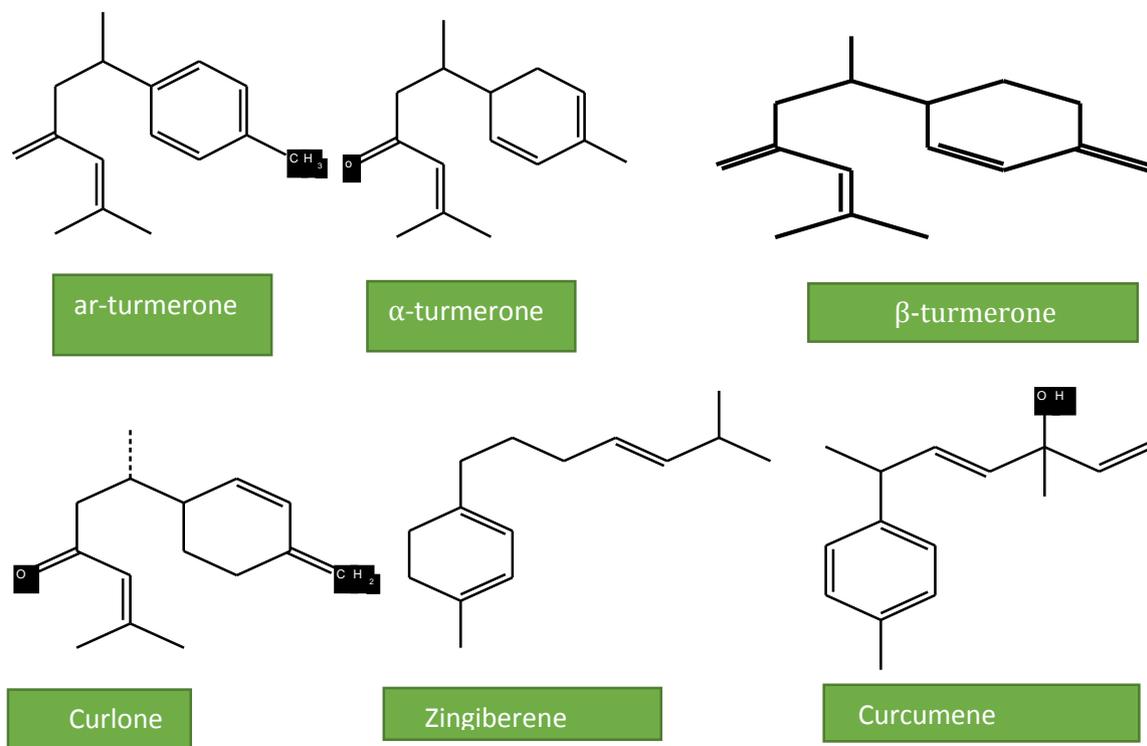


Figure I.3 : Structure chimique des principaux constituants de l'huile essentielle de curcuma. [13].

L'extraction du rhizome à l'alcool éthylique, à l'acétone ou au chlorure de méthylène donne 6 à 10% d'oléorésine, qui contient 35 à 45% de curcumine et de ses dérivés, la déméthoxy curcumine et la bisdéméthoxy curcumine, connues sous le nom collectif de curcuminoïdes. Ces composés donnent au curcuma sa couleur jaune orangé, alors que l'huile essentielle lui confère son arôme et sa saveur typiques [11].

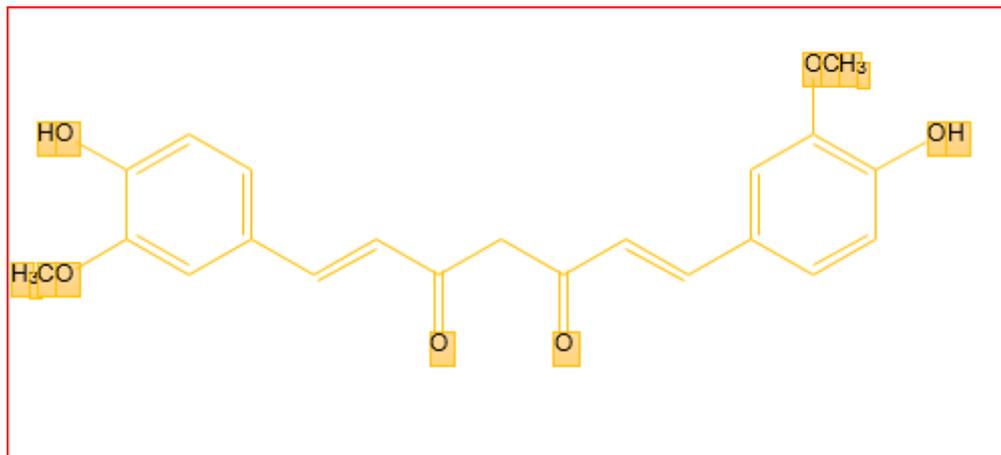


Figure I.4 : structure chimique de la curcumine [14].

I.5. Utilisation du curcuma :

Le curcuma est utilisé sous différentes formes brutes ou produits d'extraction. Seront abordées dans ce chapitre les procédures standards de production de l'huile essentielle et de la poudre de curcuma. Ces deux formes sont les plus utilisées dans le commerce, de nos cuisines aux études agroalimentaires.

I.5.1. Curcuma longa : huile essentielle

I.5.1.1. Procédé d'extraction :

L'huile essentielle de curcuma est obtenue par extraction à partir des rhizomes fraîchement récoltés. Le protocole d'extraction est classiquement le suivant : les rhizomes sont lavés avec de l'eau, coupés en morceaux et séchés une semaine au soleil puis 6 heures dans une étuve à 50°C. Ils sont ensuite coupés en morceaux plus fins puis placés au contact de l'éthanol absolu (solvant d'extraction), mélangés et stockés à l'abri de la lumière à température ambiante. L'extrait est alors filtré sur filtre Wattman No et le filtrat est évaporé sous pression réduite [15].

I.5.1.2. Utilisations de l'huile essentielle

Il suffit de taper les mots clés « huile essentielle de curcuma » dans un moteur de recherche sur internet pour avoir un aperçu du nombre incalculable de qualités prêtées à tort ou à raison à cette plante. Sur de nombreux sites d'aromathérapie et autres soins naturels, on peut trouver des applications à cette huile aussi bien en cas de problèmes gastriques que de cas émotionnellement difficile à franchir, en passant par les affections bronchiques, cutanées,

urinaires, etc... Il nous est possible de trouver des publications scientifiques sur certaines vertus plus clairement élucidées.



Figure I.5: Huiles essentielles de curcuma disponibles en aromathérapie [16.17].

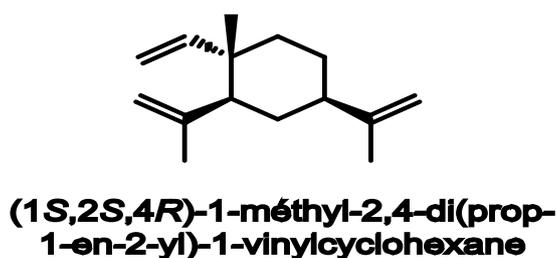
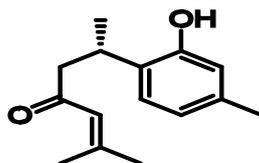


Figure I. 6 : Structure de l'élément, composant de l'huile essentielle de curcuma [18].

Dans un domaine de santé différent : la prévention de la piqûre de moustique, l'huile essentielle de curcuma est utilisée, en association avec l'huile de citronnelle, pour augmenter l'effet répulsif de lotions anti-moustiques. Cet effet dure environ 5 h pour ces associations de produits naturels contre 7,5 h pour un réappellent de synthèse [16].

Dans le domaine agricole, l'huile essentielle de curcuma est utilisée pour lutter contre les proliférations fongiques des denrées. Son activité antifongique a effectivement été prouvée *in-vitro* sur 7 souches de micromycètes connues pour détériorer les denrées alimentaires et lieux de stockage tels que les silos à grains. Les chercheurs ont identifié la turmérone comme étant le composé de l'huile essentielle le plus actif concernant cette activité [17].



(S)-6-(2-hydroxy-4-méthylphényl)-2-méthylhept-2-en-4-one

Figure I.7: Structure de l'ar-turmérone, composé présent dans l'huile essentielle de curcuma [18].

➤ Partie II .Généralité sur les huiles essentielles :

I.6. Les huiles essentielles :

▪ 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, les branches, le bois. Elles sont présentes en petite quantité par rapport à la masse du végétal [19]. Ce sont des substances d'aspect huileux, volatiles à température ordinaire, ininflammables, insolubles dans l'eau, solubles dans les alcools et les éthers. Leur densité est en général inférieure à celle de l'eau. Ce sont des produits souvent liquides plus ou moins épais, ayant une odeur souvent forte et très caractéristique. Le terme « huile » soulignant le caractère visqueux et hydrophobe de ces substances. Le terme « essentielle » se comprenant comme la caractéristique principale de la plante [20]. Selon la pharmacopée européenne, l'huile essentielle est un produit odorant, généralement complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par distillation, ou par un procédé mécanique approprié sans chauffage. Une huile essentielle est le plus souvent séparée de la phase aqueuse par un procédé physique n'entraînant pas de changement significatif de sa composition. Selon la norme AFNOR, ce sont des produits généralement odorants, obtenus soit par entraînement à la vapeur d'eau de végétaux ou d'une partie de végétaux [21].

I.6.1. Historique et origine :

Utilisées depuis des millénaires en Chine (cannelle, anis, gingembre), en Inde, au moyen orient (pin, fenouil...), en Egypte, en Grèce, en Amérique et en Afrique, les huiles essentielles

tombent dans l'oubli au moyen âge. A ce moment, l'Europe connaît un retour à la barbarie avec un déclin général du savoir. Il faudra attendre l'arrivée des arabes pour assister à un nouvel essor de la médecine par les plantes qui retrouvent alors une place de choix dans l'arsenal thérapeutique de l'époque.

Au début du XXème siècle, des chercheurs (Chamberland, Cadéac, Martingale) démontrent, par leurs expérimentations, le pouvoir antiseptique des huiles essentielles. Mais les véritables pères de l'aromathérapie sont, Gatte fossé puis Valnet et ses disciples. R.M. Gatte fossé, pionnier de la parfumerie moderne se brûlant les mains lors d'une explosion dans son laboratoire, a eu le réflexe génial de plonger ses mains dans un récipient rempli d'huile essentielle de lavande. Soulagé instantanément, sa plaie se guérit avec une rapidité déconcertante. Etonné par ce résultat, il décide d'étudier les huiles essentielles et leurs propriétés. Aujourd'hui, des médecins (Valnet, Duraffourd, Lapraz, d'Hervincourt, Belaiche) et des chercheurs de haut niveau (P. Franchomme), des pharmaciens (D.Baudoux) ont définitivement assis la réputation, l'efficacité et l'extraordinaire richesse des huiles essentielles [22].

I.6.2. Composition :

Les essences sont des substances très complexes. Au sein d'une huile essentielle, on trouve un grand nombre de molécules en proportions variables, mais un seul constituant est caractéristique [23]. Les composés contenus dans une huile essentielle sont:

I.6.2.1. Les composés terpéniques :

Les terpéniques, est un nom générique donné aux hydrocarbures cycliques et ou acycliques de formule générale $(C_5H_8)_n$. Ils sont classés selon le nombre « n » d'unités isopréniques (C_5H_8) entrant dans leur composition [24]. Nous donnons sur la figure I.8 , une unité d'isoprène.

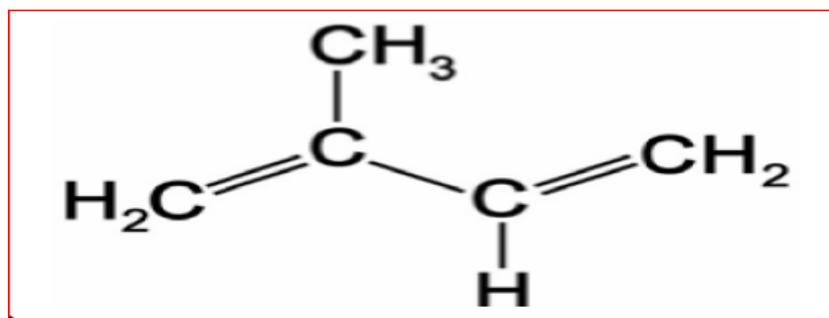


Figure I.8 : Une unité d'isoprène [25].

Dans le cas des huiles essentielles, seuls seront rencontrés les terpènes les plus volatils : mono-terpènes et sesquiterpènes

I.6.2.1.1. Les mono-terpènes :

Les mono-terpènes sont issus du couplage de deux unités « isopréniques ». Ils peuvent être acycliques (myrcène, ocimène « $C_{10}H_{16}$ »), monocycliques (α et γ -terminée, p-cymène), ou bicycliques (pinène, camphène, sabinène). Ils constituent parfois plus de 90% de l'huile essentielle (citrus, térébenthies...) [26].

Les variations structurales justifient l'existence de nombreuses molécules fonctionnelles :

- **Alcools:** Les composés alcooliques jouent un rôle très important dans les principes odorants des végétaux [27]. Les structures sont soit acycliques (géraniol, linalol, kcitronellol),

monocycliques (menthol, α -terpinèol, terpine-1-én-4-ol), bicycliques (bornéol, feuchol) [26].

- **Aldéhydes:** Les aldéhydes contenus dans les essences naturelles sont assez nombreux et jouent un rôle de première importance du point de vue parfum [27]. Sont les plus souvent acycliques

(géraniol, néral, citronellal) [26].

- **Cétones :** On rencontre un assez grand nombre de cétones accompagnant souvent les alcools secondaires dont elles dérivent d'ailleurs par oxydation [26]. Sont soit acycliques (tagétone), monocycliques (menthone, isomenthone, carvone, pulégone), bicycliques (camphre, feuchone, thuyones).

- **Esters:** Sont soit acycliques (acétate ou propionate de linalyle, acétate de citronillyle), monocycliques (acétate de menthyle, acétate de α -terpinyle), bicycliques (acétate d'isobornyle) [27]. **Ethers:** Ce sont des constituants très importants des essences. Grâce à leurs parfums, ils donnent une grande valeur à la plante qui les contient. Leur identification est généralement difficile, mais leur présence ou leur absence s'établit par une simple saponification. Sont des 1,8cinéole ou dits aussi eucalyptol, di-éther, mais < aussi les éthers cycliques.

- **Peroxydes:** ascaridole

- **Phénols** : ils dérivent des hydrocarbures aromatique en substituent à un hydrogène du noyau, un groupement(OH) ce sont des substances avec une odeur forte caractéristique liquide ou solide très stable, très soluble dans l'alcool et l'éther [28].

La figure englobe quelques structures des composés mono-terpéniques.

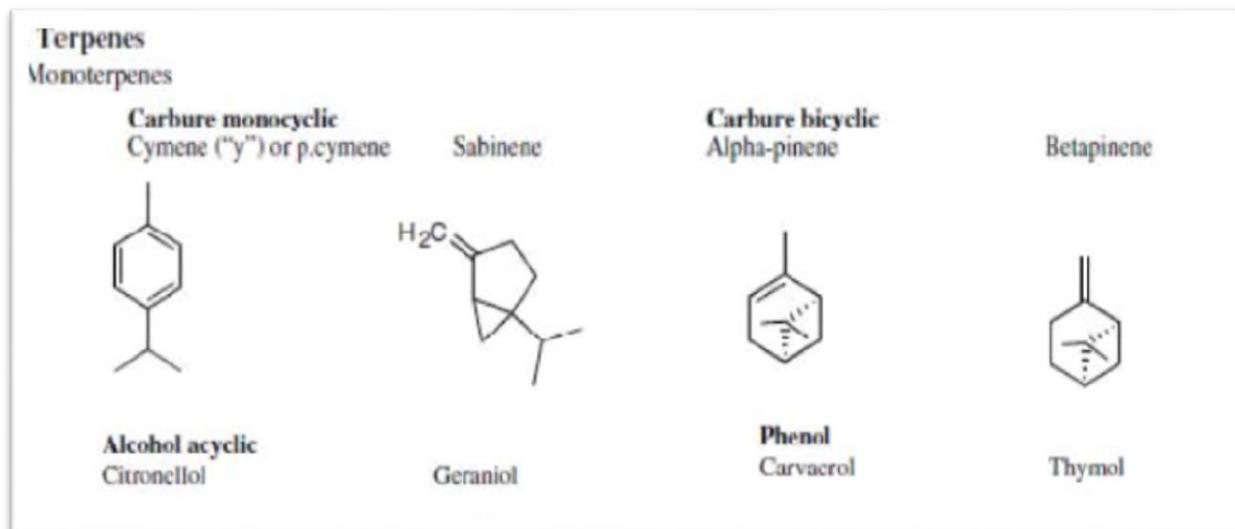


Figure I.9 : Structure de quelques composés mono-terpéniques [29].

I.6.2.1.2. Les sesquiterpènes :

Un grand nombre de sesquiterpènes sont des constituants habituels des huiles essentielles des végétaux supérieurs, ils peuvent intervenir dans les propriétés pharmacologiques attribuées à ces fractions volatiles. On trouve quelques exemples des sesquiterpènes caractéristiques des huiles essentielles : carbures mono- ou polycycliques (β -bisabolène, β -caryophyllène, longifolène), alcools (farnésol, carotol, β -santalol, patchoulol), cétones (β vétinone), esters (acétate de cédryle), aldéhydes (sinensals) [26].

I.6.3. Propriétés :

D'une façon générale, les caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles sont variables selon plusieurs facteurs (lieu de provenance, climat, époque et moyens de récolte, les procédés d'extraction et la nature du sol).

I.6.3.1. Organoleptiques :

Ce sont des substances de consistance huileuse, plus ou moins fluides, sont très odorantes (odeur aromatique), sont rarement colorées quand elles sont fraîches [30]. A température ambiante, ce sont généralement des liquides incolores ou jaune pâle, il existe cependant quelques exceptions exemple, l'huile essentielle à azulène qui est de coloration bleue [31].

I.6.3.2. Physiques :

Ce sont des liquides assez mobiles à quelques exceptions près, volatils, leur point d'ébullition varie de 160 à 240°C, leur densité est comprise entre 0.75 et 1.096, elle est en général inférieure à celle de l'eau sauf pour les huiles essentielles de cannelle, girofle, sassafras, la plus dense étant l'huile essentielle de wintergreen [32]. Les huiles essentielles sont solubles dans les graisses et les solvants apolaires, leur solubilité est plus au moins grande dans les alcools. Elles sont actives sur la lumière polarisée (indice de réfraction souvent élevé, soit il est dextrogyre ou lévogyre et rarement inactif [33]).

I.6.3.3. Chimiques :

Les huiles essentielles s'oxydent à la lumière et se résinifient en absorbant de l'oxygène en même temps que leur odeur se modifie, leur point d'ébullition augmente et leur solubilité diminue [32]. Elles absorbent le chlore, le brome et l'iode avec un dégagement de chaleur. Elles peuvent se combiner à l'eau pour former des hydrates. Elles sont constituées de molécules à squelette carboné, le nombre de carbone étant compris entre 5 et 22 (le plus souvent 10 ou 15), Comme tous les produits végétaux, elles sont biodégradables et renouvelables dans la nature[34].

I.6.4.Facteurs de variabilité :

La qualité des huiles essentielles varie selon le moment de la cueillette, le type de terrain, le procédé d'extraction et la conservation. Les facteurs de variabilité sont:

I.6.4.1. Origine botanique :

La composition d'une huile essentielle varie selon l'espèce productrice [35].

I.6.4.2. Cycle végétatif :

Pour une espèce donnée, la proportion des différents constituants d'une huile essentielle peut varier tout au long du développement. Des variations parfois très importantes sont couramment observées dans certaines espèces, par exemple, pour la coriandre, la teneur en linalol est de 50% plus élevée dans les fruits mûrs que dans le fruit vert. De ce fait, le choix d'une date de récolte s'impose [26].

I.6.4.3. Nature du sol :

Les pratiques culturales sont également déterminantes sur le rendement et la qualité du produit final. L'apport d'engrais et l'influence des variations (N, P, K) ont été étudiés pour diverses espèces. Les résultats des expériences concernant les recherches sur les fumures azotées de la menthe faites en Bulgarie au cours des années 1953 à 1955 représentent une très bonne illustration sur l'influence de la nature du sol sur le rendement en huile essentielle :

- L'azote augmente le rendement d'essence de menthe.
- L'azote en combinaison avec d'autres éléments nutritifs, ainsi qu'avec le fumier de mouton influe sur le pourcentage en huile essentielle des plantes.
- Le potassium employé seul, au contraire, diminue sensiblement la teneur en huile essentielle et n'a aucune influence sur le rendement en masse verte [36].

I.6.4.4. Lumière et température :

Ce sont les paramètres les plus influents sur la composition des huiles essentielles, d'ailleurs, ils agissent sur celles-ci simultanément. Certains auteurs admettent que la quantité d'essence augmente dans la journée, atteint un maximum dans l'après-midi ou le soir et diminue dans la nuit. D'autres disent, que les plantes destinées à l'extraction des essences doivent être cueillies avant l'aube, lorsque la rosée du matin est encore présente et avant que la chaleur n'en libère la substance aromatique. Cependant, sur d'autres espèces, on signale que le rendement en essence des plantes cueillies le matin est de 20% supérieur à celui du jour [3

***Chapitre* II**

- Il existe différentes techniques d'extraction : La distillation, le soxhlet et la macération.

II.1. La distillation :

La distillation convient aux huiles ayant une forte composante volatile et elle se fonde sur la caractéristique que possèdent ces composantes qui peuvent être facilement transportées par des particules de vapeur d'eau en mouvement [35]. La plupart des huiles essentielles sont Obtenues par distillation, à l'exception des huiles essentielles d'hespéridés (citron, orange,...) Il existe trois modes de distillation (hydro distillation, vapodistillation, distillation à vapeur directe) [26]. Les techniques d'extraction des huiles essentielles par hydro distillation se sont avérées efficaces pour l'isolement d'huiles essentielles [37].

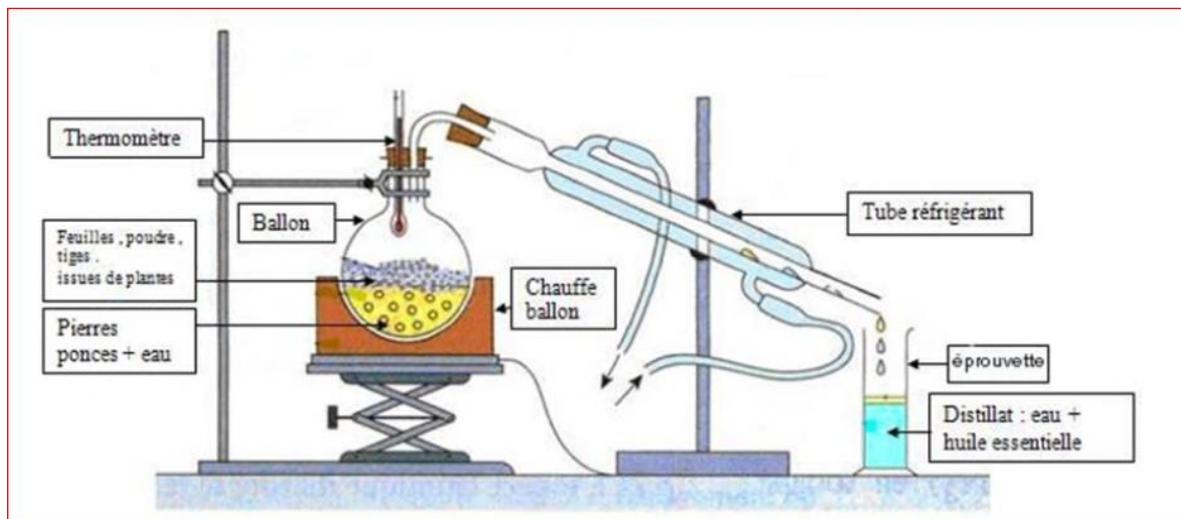


Figure II.1 : Schéma simplifié d'un montage d'hydro distillation

II.1.1. Extraction par hydro distillation :

Le procédé consiste à immerger la matière première végétale dans un bain d'eau. L'ensemble est ensuite porté à ébullition généralement à pression atmosphérique, et comme les HE sont insolubles dans l'eau mais soluble dans la vapeur, lorsqu'on envoie de la vapeur d'eau sur la plante, elle se charge au passage des huiles [38]. La chaleur permet l'éclatement et la libération des molécules odorantes contenues dans les cellules végétales. Ces molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau, un mélange azéotrope. Sachant que la température d'ébullition d'un mélange est atteinte lorsque la somme des tensions de vapeur de chacun des constituants est égale à la pression d'évaporation, elle est donc inférieure à chacun

des points d'ébullition des substances pures. Ainsi le mélange azéotropique « eau + huile essentielle » distille à une température égale 100°C à pression atmosphérique alors que les températures d'ébullition des composés aromatiques sont pour la plupart très élevées, la vapeur d'eau ainsi restée de ces essences est envoyée dans un compartiment pour refroidir. La vapeur redevint donc liquide et les huiles s'en désolidarisent (elles flottent à la surface). On les récupère alors par décantation [39]

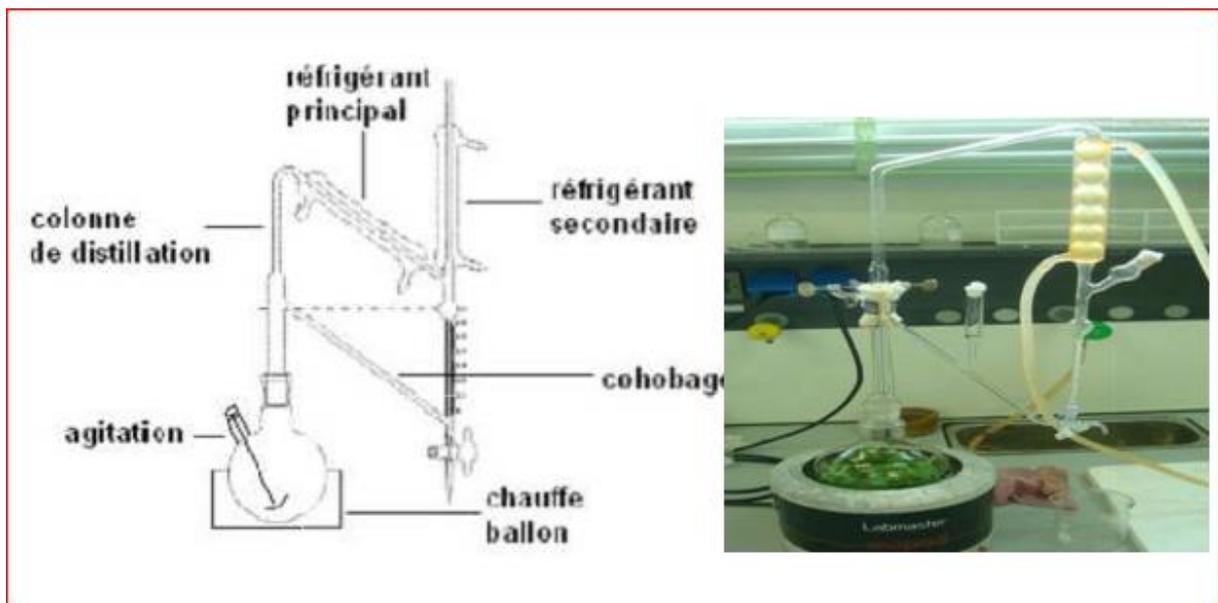


Figure II .2 : Montage d'hydro distillation [40 ; 41].

II .1.2 . Entrainement à la vapeur d'eau (ou vapo-hydrodistillation) :

Le matériel végétal, dans ce cas se trouve supporté par une grille ou une plaque perforée placée à une distance adéquate du fond de l'alambic. La partie inférieure de celui-ci est remplie d'eau. Le niveau de cette dernière doit permettre d'éviter tout contact entre l'eau et la plante. Les particules de vapeur d'eau, se dirigeant vers le haut, font éclater les cellules contenant l'essence et entraînent avec elles les molécules odorantes. La vapeur passe ensuite à travers un récipient réfrigérant ou la température diminue, provoquant le détachement des molécules huileuses des particules de vapeur, qui se condense en eau. L'huile et l'eau se séparent du fait de leur poids spécifique différent : l'huile flottera sur l'eau car elle est plus légère. A travers un robinet, on fait couler le distillat qui contiendra les composants hydrosolubles de l'essence (eau aromatique) et l'on obtient ainsi l'huile essentielle pure [42].

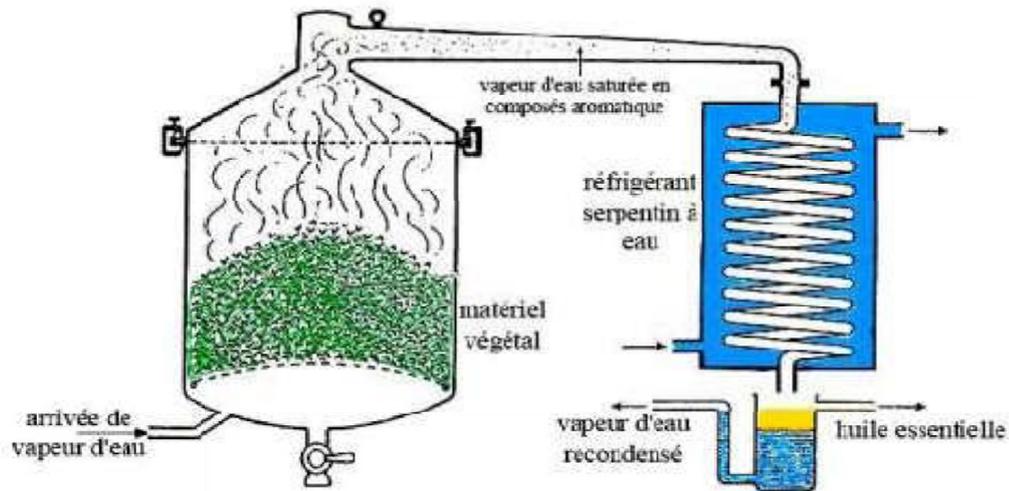


Figure II.3 : Schéma de montage entraînement à la vapeur d'eau [41].

Parfois, les huiles obtenues sont soumises à une distillation supplémentaire, appelée rectification, pour éliminer certaines substances particulièrement irritantes, comme c'est le cas pour le thym, ou bien elles sont redistillées à des températures différentes afin d'obtenir des constituants comme le camphre blanc. Il est à noter qu'il est possible de travailler en surpression modérée afin de raccourcir le temps de traitement, limiter l'altération des constituants de l'huile essentielle et d'économiser l'énergie. La distillation exerce une action non négligeable sur les caractéristiques des huiles essentielles, et les réactions d'hydrolyse sont parmi les plus importantes. C'est ainsi que qualitativement et quantitativement les huiles extraites par petites quantités au laboratoire sont différentes de celles obtenues industriellement [42].

II .1.3. L'expression à froid :

L'extraction par expression à froid, est souvent utilisée pour extraire les huiles essentielles des agrumes comme le citron, l'orange, la mandarine, etc. son principe consiste à rompre mécaniquement les poches à essences. L'huile essentielle est séparée par décantation ou centrifugation. D'autres machines rompent les poches par dépression et recueillent directement l'huile essentielle, ce qui évite les dégradations liées à l'action de l'eau [43].

II .1.4. Extraction solide-liquide :

L'extraction solide-liquide est une opération physique de transfert de matière entre une phase solide, qui contient la substance à extraire et une phase liquide, le solvant d'extraction

[44]. Suite au contact entre le solvant et le solide hétérogène, les substances ayant une affinité pour le solvant sont solubilisées et passent de la phase solide dans la phase liquide. Au cours de l'extraction, leurs teneurs (fractions) dans la phase solide diminuent et leurs concentrations dans la phase liquide augmentent. Le transfert de matière se réalise par diffusion moléculaire et par convection. L'extraction est un processus non stationnaire qui s'arrête au moment où s'établit un équilibre entre les deux phases [45].

II.2. Soxhlet :

A. Description et principe de la méthode :

L'extraction par soxhlet est une technique générale bien établie, qui dépasse les performances des autres techniques conventionnelles d'extraction, excepté dans le cas de l'extraction des composés thermolabiles [46]. Dans un système conventionnel de soxhlet, la matière végétale est placée dans une cartouche, et remplie de solvant frais condensé à partir d'un ballon à distiller. Quand le liquide atteint le niveau de débordement, un siphon aspire la solution de la cartouche et la décharge de nouveau dans le ballon à distiller, portant les corps dissous extraits dans le liquide en bloc. Dans le ballon, le corps dissous (soluté) est séparé du solvant par distillation. Le soluté reste dans le flacon et le solvant frais passe de nouveau dans le lit du solide. L'opération est répétée jusqu'à ce que l'extraction complète soit réalisée. L'extraction par soxhlet dépend fortement des caractéristiques de la matrice solide et de la dimension des particules vu que la diffusion interne est souvent l'étape limitant pendant l'extraction. Le schéma du montage soxhlet est représenté sur la figure II.4.



Figure II.4 : Schéma d'un montage Soxhlet [47].

B. Utilités et avantages :

- Le maintien d'une température relativement élevée d'extraction avec la chaleur du ballon à distiller ;
- Le déplacement de l'équilibre de transfert en mettant à plusieurs reprises le solvant frais en contact avec la matrice solide ;
- La méthode de Soxhlet est très simple et bon marché [48] ;
- Son utilisation permet d'utiliser de petites quantités de solvant ce qui est avantageux ;
- Le chauffage fait que le solvant qui se condense est toujours pur ;
- Comme le solvant qui retombe sur l'échantillon est toujours pur, alors la solubilisation de la substance est favorisée grâce à de meilleurs coefficients de partage ;
- Il présente le plus grand taux de rendement de toutes les méthodes d'extraction qui existent [49].

II.3. La macération :

C'est une méthode traditionnelle, a été couramment employée. Elle consiste en la mise en contact du matériel végétal avec le solvant avec ou sans agitation, à température ambiante ou à température élevée pour une durée déterminée. Elle est basée sur la solubilité des composés bioactifs dans un solvant d'extraction et elle est influencée par une série de facteurs incluant la nature du matériel végétal, la concentration en solutés de l'échantillon, la nature du solvant, la durée d'extraction...etc. [50,51]. La macération est relativement peu coûteuse et aussi la plus simple, elle est utilisable dans le cas de l'extraction d'un ensemble de molécules fragiles et se déroule à température ambiante ce qui est très positif pour conserver l'intégrité des molécules bioactifs qui sont sensibles aux changements de température. En outre, une matrice peut subir plusieurs extractions successives en utilisant des solvants de plus en plus polaires afin d'obtenir des mélanges enrichis en molécules d'intérêt [52,53]. Cette technique a été optimisée, notamment, pour l'analyse des composés non volatils (poly phénols, sucres) avec l'utilisation d'une quantité considérable de solvant. Pour être efficace, une macération a des temps d'extraction très longs (environ 4 à 10 jours), ceci peut présenter quelques inconvénients, en termes de fermentation, ou de contamination bactérienne notamment si le solvant utilisé est l'eau[54-55].

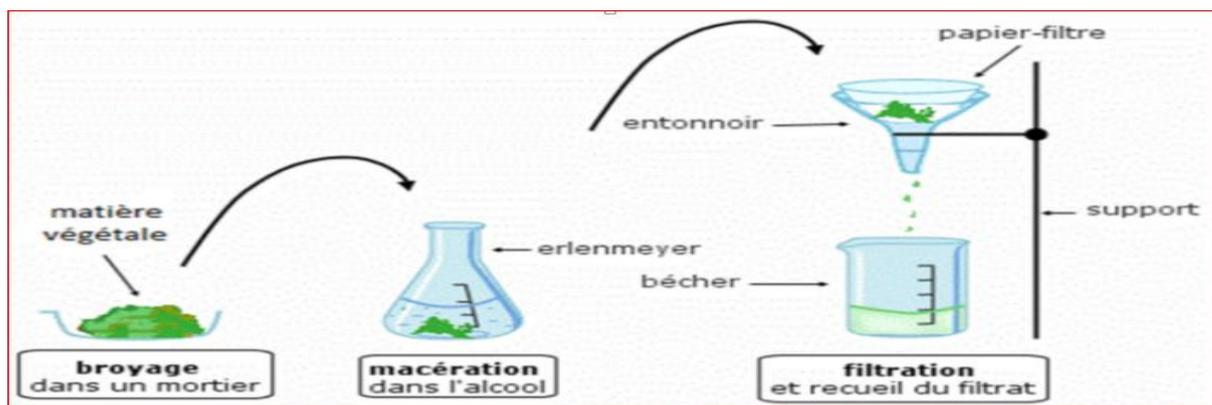


Figure II.5 : Schéma d'un montage de macération [56].

II.4. Autres techniques :

II.4.1. Technique de la pression :

Peut-être est-ce la plus ancienne : les Egyptiens utilisaient la pression à l'aide d'un sac pour extraire l'essence des pétales de fleurs. Cette méthode consistait à écraser les parties odorantes d'une plante fraîchement coupée puis à les enfermer dans un sac en lin que l'on tordait à l'aide de deux bâtons enfilés dans deux anneaux placés à l'extrémité du sac. L'essence filtrait à travers la toile et était recueillie dans un récipient placé en dessous [35]. Pour ce faire, on emploie des machines qui extraient l'huile essentielle en créant des zones de compression et de dépression suffisantes pour que l'huile puisse être libérée [57].

II.4.2. Extraction par solvant :

La technique d'extraction « classique » par solvant, consiste à placer dans un extracteur un solvant volatil et la matière végétale à traiter. Grâce à des lavages successifs, le solvant va se charger en molécules aromatiques, avant d'être envoyé au concentrateur pour y être distillé à pression atmosphérique. Le produit ainsi obtenu est appelé « concrète ». Cette dernière pourra être par la suite brassée avec de l'alcool absolu, filtrée et glacée pour en extraire les cires végétales. Après une dernière concentration, on obtient une « absolue ». Les rendements sont généralement plus importants par rapport à la distillation et cette technique évite l'action hydrolysant de l'eau ou de la vapeur d'eau. En effet, l'intervention de solvants organiques peut entraîner des possibilités de contamination de l'échantillon par des impuretés parfois difficiles à éliminer. Le solvant choisi, en plus d'être autorisé devra posséder une certaine stabilité face à la chaleur, la lumière ou l'oxygène, sa température d'ébullition sera de préférence basse afin

de faciliter son élimination, et il ne devra pas réagir chimiquement avec l'extrait. Parmi les solvants les plus utilisés, on recense: le méthanol, l'éthanol, l'éther de pétrole [58].

II.4.3.Hydro-diffusion :

Le principe de ce nouveau procédé consiste à pulser de la vapeur d'eau à très faible pression à travers la masse végétale, du haut vers le bas à travers le végétal déposé sur une grille à l'intérieur d'un parallélépipède métallique, ce qui permet une meilleure répartition de la charge. L'huile essentielle s'écoule vers un collecteur permettant un équilibrage de pressions [57]. La composition des produits obtenus est qualitativement sensiblement différente de celle des produits obtenus par les méthodes classiques. Le procédé permet un gain de temps et d'énergie [59].

II.4.4.Extraction à l'eau surchauffée :

Ce procédé utilise les propriétés de l'eau, qui dans sa phase supercritique voit ses propriétés de solvant modifiées et peut solubiliser des composés faiblement polaires. Deux types de dispositifs sont généralement utilisés :

- **Mode statique (dans un autoclave fermé éventuellement agité) :** l'eau et le composé à traiter sont mis en contact, l'ensemble est alors porté sous pression et température, suivi par un prélèvement en continu de la phase liquide qui contient les molécules d'intérêt.
- **Mode dynamique (dans un autoclave semi-continu type tubulaire) :** le composé à traiter est introduit dans un autoclave d'extraction sous pression. L'eau préalablement chauffée percole à travers ce lit fixe, dissolvant et entraînant avec elle l'extrait [60].

II.5.Choix du solvant d'extraction :

Lors de l'extraction par solvant le solvant extracteur est choisi de telle sorte que :

- L'espèce chimique à extraire y soit la plus soluble possible dans notre solvant ;
- L'extraction se fait par solvant, alors on doit l'évaporer à la fin et pour faciliter la tâche, on prend des solvants moyennement volatils ou volatils (température d'ébullition faible) ; Comme les solvants sont souvent inflammables et nocifs, on respectera aussi les critères de sécurité dans leur choix.

II.6. Qualité et rendement des huiles essentielles :

La qualité de l'huile dépend de plusieurs facteurs dont le procédé d'obtention, l'état de maturation, de conservation et sa provenance. En effet, pour être pleinement efficace, les plantes doivent provenir de lieux de culture favorables et avoir été cueillies, préparées et conservées avec soin. Tel n'est pourtant pas toujours le cas et l'on trouve donc souvent, dans le commerce, des huiles essentielles qui n'ont d'essentiel que le nom [35].

Les teneurs en huiles essentielles sont généralement très faibles. Ainsi, le rendement peut varier de 1 à 10%, c'est-à-dire que la quantité des huiles essentielles comme en toutes choses, doit obligatoirement se payer [60]. En effet, pour obtenir quelques grammes d'essence, il faut une grande quantité de végétaux. Par exemple pour 100 kg de plantes, on obtient :

- Eucalyptus : 3 kg d'essence.
- Genièvre : de 0.5 à 1.2 kg.
- Hysope : 400 g.
- Ylang-ylang : 1.5 kg.

Pour des essences plus prisées, telles que celles de rose, de jasmin ou de fleur d'oranger, le rendement est encore plus faible. Il faut au moins trente roses pour extraire une seule goutte d'essence et 1000 kg de fleurs de jasmin pour en obtenir un litre [35].

***Chapitre* III**

Notre étude a deux objectifs. Le premier c'est l'extraction d'une huile la plus antioxydante qui est l'huile du curcuma par la méthode d'hydro distillation et l'identification de cette huile par les analyses chromatographiques (chromatographie CCM) et analyses spectrales (IR). Le 2^{ème} objectif c'est l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile du curcuma et déterminer des caractéristiques physico-chimique de ces mélanges.

III.1. Extraction de l'huile essentielle du curcuma :

III.1.1. Hydrodistillation

- **Définition**

L'hydrodistillation est une méthode d'extraction dont le rôle est d'entraîner les composés volatils des produits naturels avec la vapeur d'eau.

- **Principe**

Le principe de l'hydrodistillation correspond à une distillation hétérogène.

- **Mode opératoire**

- On introduit une quantité de 50g du curcuma (poudre) dans un ballon de 500 ml, contenant 400 ml de l'eau distillée et quelques pierres poncees.
- On chauffe le mélange à l'ébullition pendant environ 3 heures.
- On répète l'opération plusieurs fois pour obtenir une quantité suffisante de l'huile essentielle.
- On recueille le distillat dans un erlenmeyer.

III.2. Extraction liquide-liquide (décantation) :

- **Définition**

La décantation est opération de séparation mécanique, par différence de gravité de phases non miscibles. Dont l'une au moins est liquide, une phase solide en suspension dans une phase liquide.

- **Principe**

La décantation consiste uniquement à séparer la phase solide (matières en suspension)

de la phase liquide par différence de masse volumique. Cette étape implique de laisser reposer les phases en contact et à attendre un temps suffisant pour qu'elles se séparent sous l'action de la pesanteur. Les boues sont éliminées de manière continue par le fond du décanteur.

▪ **Mode opératoire**

- On introduit le distillat obtenu dans une ampoule à décanter en ajoutant 10ml du cyclohexane.
- Ensuite, On agite le mélange et on laisse reposer 5mn.
- On décante pour éliminer la phase aqueuse
- On décante pour éliminer la phase aqueuse et on récupère la phase organique dans un ballon de 100 ml.

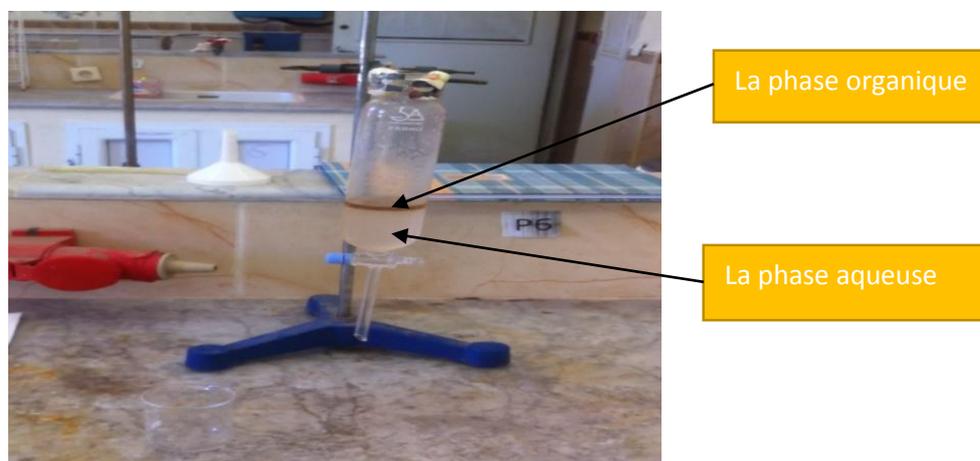


Figure III.1 : Extraction liquide-liquide de l'huile du curcuma (décantation).

III.3. Evaporation du solvant :

L'huile essentielle du curcuma est obtenue par évaporation au rota –vapeur du cyclohexane de la phase organique.



Figure III.2 : Dispositif d'évaporation.

➤ **Méthode de calcul**

Le rendement de l'extraction est calculé selon la formule suivante :

$$R\% = \frac{\text{La masse d'extraits}}{\text{La masse de poudre initiale}} \cdot 100$$

III.4. Analyse de l'huile essentielle du curcuma :

III.4.1. Analyse chromatographique

➤ **Chromatographie sur couche mince (CCM)**

La chromatographie sur couche mince est une méthode analytique. Elle permet l'identification et la séparation d'un grand nombre de constituants d'un mélange. Elle repose essentiellement sur des phénomènes d'adsorption. La phase mobile (éluant) est un solvant ou un mélange de solvant, qui progresse par capillarité le long d'une phase stationnaire pulvérisée sur une couche de verre ou d'aluminium sur laquelle est déposée une goutte de la solution du mélange à analyser.

▪ **Mode opératoire**

➤ Sur une plaque de gel de silice de 6cm sur 4cm, on trace légèrement à l'aide d'un crayon une ligne horizontale à une distance de 0,5 cm de l'extrémité.

➤ On met l'huile essentielle dans le cyclohexane et on dépose une goutte de l'huile essentielle du curcuma sur la ligne de dépôt à l'aide d'une micropipette.

➤ La plaque est alors introduite dans une cuve étanche contenant l'éluant (cyclohexane / chloroforme) et (cyclohexane / acétone) à une hauteur de 0,5cm.

➤ Lorsque l'éluant atteint la ligne de front, la plaque est retirée de la cuve puis elle est séchée.

➤ Les taches qui apparaissent sont détectées à l'aide d'un révélateur (lampe UV) en exposant la plaque à une source de radiation UV certains composés (systèmes conjugués ou aromatiques) apparaissent sous forme des taches colorés.

➤ Chaque tâche qui apparaît sur la plaque est caractérisée par un facteur de rétention R_f .

Qui est défini comme étant le rapport entre la distance parcourue par la substance et celle parcourue par le solvant.

$$R_f = \frac{D_1}{D_0}$$

D_1 : Distance parcourue par la substance.

D_0 : Distance parcourue par la substance.

Le tableau III.3 regroupe les pourcentages des éluant utilisés.

Tableau III. 1: les pourcentages des éluant utilisés.

cyclohexane/acétone (ml)	10/10	18/2	2/18
cyclohexane/chloroforme	10/10	18/2	2/18
Huile enrichi, huile d'olive, huile de Crm	7/3 ,5/5, 3/7	7/3 ,5/5, 3/7	7/3, ,5/5, 3/7

III.4.2. Analyse Spectrales

III.4.2.1. Analyse par spectroscopie UV-Visible

➤ Définition

La spectrophotométrie UV- visible est une technique analytique fondée sur l'étude du changement de l'intensité de la lumière traversant une solution colorée, dans un domaine d'application comprise entre 200 et 800 nm.

➤ Principe

Le spectrophotomètre est un appareil permettant de mesurer l'absorbance d'une solution, pour différentes longueurs d'ondes. Pour cela, on fait passer un rayon d'une longueur d'onde choisie à travers une cuve contenant la solution à étudier. Les molécules de la solution absorbent plus ou moins les rayons lumineux, on définit alors l'absorbance pour cette longueur d'onde.

▪ Mode opératoire

- Les spectres UV ont été enregistrés sur un spectromètre UV qui fonctionne sur une plage de longueurs d'onde allant de 200 à 800 nm en utilisant des cellules de mesures en quartz pour des échantillons liquides.
- Les échantillons sont préparés à partir d'une solution dilués de l'huile essentielle dans le hexane.

III.4.2.2. Analyse par spectroscopie IR

➤ Définition

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse précisée, et couramment utilisée par les chimistes, elle permet de déterminer les groupements fonctionnels. Dans cette méthode,

une molécule est composée d'atomes reliés entre eux par des liaisons covalentes qui sont comparées à un ressort, lorsqu'un faisceau de lumière atteint une molécule, celle-ci absorbe cette radiation, ce qui cause la variation de cet assemblage, entraînant ainsi la modification des distances interatomiques et des angles normaux des liaisons. Le but de cette méthode est l'identification d'un produit inconnu, le suivi d'une purification ou de l'évolution d'une réaction.

- **Principe**

Le faisceau infrarouge est dirigé vers un cristal transparent en IR et avec un indice de réfraction élevé (diamant, Ge,...). Le faisceau IR est réfléchi à l'interface échantillon-cristal puis dirigé vers le détecteur. Afin que le détecteur reçoive un signal, il faut que l'échantillon soit en contact intime avec le cristal. A chaque réflexion, le faisceau pénètre de quelques micromètres dans l'échantillon, ce qui provoque des absorptions partielles : c'est la réflexion totale atténuée. Les ondes évanescentes se désintègrent rapidement lorsqu'elles se déplacent à travers l'échantillon.

Cette technique présente beaucoup d'avantage : préparation minimale de l'échantillon, nettoyage simple et rapide de l'accessoire.

- **Mode opératoire**

- Le spectre IR a été enregistré sur un spectromètre IR- ATR. Les fréquences d'absorptions sont exprimées en cm^{-1} .
- L'échantillon à analyser a été réalisé sur des pastilles de bromure de potassium KBr.

III.5. Enrichissement de l'huile d'olive par l'huile du curcuma :

III.5.1. Macération :

- **Définition**

Est un procédé qui consiste à laisser séjourner un solide dans un liquide ou dans un milieu humide, pour en extraire certains principes actifs ou nutritifs de ce corps ou pour obtenir une modification de celui-ci ; état d'un corps soumis à cette action.

➤ **Mode opératoire**

On prépare dans des erlenmeyer de 100 ml des mélanges d'huile d'olive et poudre de curcuma à différentes concentrations pendant 21 et 30 jours

Le tableau IV.1 regroupe les différentes concentrations en pourcentage des mélanges (l'huile d'olive, poudre du curcuma).

Tableau III.2 : les différentes concentrations en pourcentage des mélanges (l'huile d'olive, poudre du curcuma).

Huile d'olive(g)	20	18	16	14	12
La poudre de curcuma(g)	0	2	4	6	8

III.5.2. Caractérisation physico-chimiques :

III.5.2.1. Caractéristiques chimiques :

❖ **Indice d'acide**

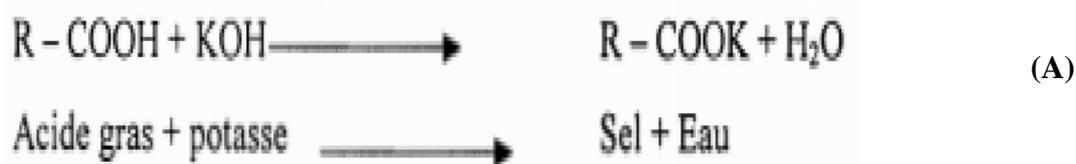
▪ **Définition**

L'indice d'acide d'une huile végétale est le nombre de mg d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres (AGL) contenus dans 1 g de corps gras. Il mesure la quantité d'AGL présents dans un corps gras.

▪ **Principe**

Il s'agit de dissoudre la matière grasse dans de l'éthanol chaud neutralisé, puis titrer les (AGL) présents au moyen d'une solution titrée de KOH en présence de phénolphaléine comme indicateur.

L'équation de la réaction est la suivante:



▪ Mode opératoire

- On pèse 1g de corps gras (mélange d'huile) et on l'introduit dans un erlenmeyer.
- On Ajoute 25 ml d'éthanol à 95% et 5 gouttes de phénolphthaléine (PP) à 0,2%.

On neutralise en ajoutant grâce avec une solution éthanoïque de KOH (0,1mole /l) jusqu'à obtention d'une couleur rose persistante.

▪ Méthode de calcul

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

$$I_a = \frac{V \times 56,1 \times N}{P} \quad (\text{en mg de KOH / g d'huile})$$

56,1 g = Masse moléculaire relative de KOH

V : Volume de KOH (0 ,1mole /l) en ml

N : Normalité de la solution de KOH (0 ,1mole /l)

P : Poids de la prise d'essai en g.

❖ Indice de saponification**▪ Définition**

C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et saponifier les acides gras combinés (esters) présents dans un gramme de corps gras.

▪ Principe

Il s'agit de traiter l'ester par de la potasse suffisamment concentrée et chaude, ce qui régénère suivant une réaction totale de l'alcool et le sel de potassium de l'acide en donnant naissance à l'ester.

- **Mode opératoire**

- On pèse 1g de corps gras dans un ballon puis on ajoute 25ml de potasse alcoolique de concentration 0,5 mol /l.
- On place le ballon dans un bain marie bouillant pendant 45 à 60 minutes.
- On ajoute 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine à 2%.
- On dose l'excès de potasse par d'acide chlorhydrique de concentration 0,5 mol /L tout en agitant constamment jusqu'au virage à l'incolore de la phénolphtaléine.
- On effectue dans les mêmes conditions un essai à blanc.

- **Méthode de calcul**

L'indice de saponification est calculé la formule suivante :

$$IS = \frac{V_0 - V}{P} \times N \times 56,11$$

V_0 : Volume en ml de HCL utilisé pour l'essai à blanc.

V : Volume en ml de HCL utilisé pour l'échantillon à analyser.

P : prise d'essai en grammes.

- ❖ **Indice de peroxyde**

- **Définition**

L'indice de peroxyde mesure le degré de rancidité des matières grasses due à l'exposition à l'air, ce qui entraîne la formation de peroxydes à partir des acides gras non saturés.

- **Principe**

Il correspond à la quantité d'oxygène actif du peroxyde contenu dans une certaine masse de produit capable d'être libéré dans les conditions de l'expérience. Il est exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par Kg de matière grasse pouvant oxyder l'iodure de potassium en présence d'acide acétique et de chloroforme. L'iode libéré est titré en retour par une solution de thiosulfate de sodium, suivant la réaction :



▪ Mode opératoire

- Peser dans un erlenmeyer de 250 ml, 1 g de matière grasse.
- Ajouter 10 ml chloroforme et dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant.
- Ajouter 15 ml d'acide acétique puis 1 ml d'une solution d'iodure de potassium(KI).
- Boucher l'erlenmeyer, bien mélanger et placer dans l'obscurité pendant 5 mn exactement à l'abri de la lumière et à une température comprise entre 15 et 25 °C.
- Ajouter 75 ml d'eau distillée et bien agiter.
- Titrer l'iode libéré par le thiosulfate de sodium en présence d'amidon comme indicateur.
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

▪ Méthode de calcul

$$IP = \frac{(V - V_0) \times C}{P} \times 100$$

V_0 : est le volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour l'essai à blanc

V : est le volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour la détermination

C : est la concentration exacte, en mole par litre, de la solution titrée de thiosulfate de sodium utilisée.

III.5.2.2. Caractéristiques physiques :**❖ Densité relative****▪ Définition**

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température [70].

▪ Principe

A l'aide d'une balance analytique, on effectue des pesées successives de volume égal d'huile et d'eau à la température de 20°C.

▪ Mode opératoire

- Nettoyer soigneusement le pycnomètre au moyen d'éthanol puis d'acétone et le sécher en faisant passer un courant d'air sec, si nécessaire.

- Déterminer la masse m_1 du pycnomètre rempli d'eau distillée.
- Nettoyer et sécher le pycnomètre.
- Peser 2g d'huile et laisser 30min dans un bain marie à 20°C.
- Déterminer la masse m_1 de pycnomètre contenant d'huile d'olive.

▪ **Méthode de calcul**

La densité relative est donnée par la formule si –dissous.

$$d = \frac{m_2 - m_g}{m_1 - m_g}$$

m_g : Masse (g) de pycnomètre vide.

m_1 : Masse (g) de pycnomètre rempli d'eau.

m_2 : Masse (g) de pycnomètre rempli d'huile d'olive.

❖ **Indice de réfraction**

▪ **Définition**

L'indice de réfraction d'une huile est le rapport du sinus de l'angle d'incidence et du sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée passant de l'air dans l'huile à température constante. Cet indice croit avec le degré d'insaturation des acides gras contenus dans les matières grasses [71].

▪ **Principe**

A l'aide d'un réfractomètre, on mesure directement l'angle de réfraction que l'on observe à la limite de réfraction totale, l'huile étant maintenue dans des conditions d'isotropisme et de transparence.

▪ **Mode opératoire**

- Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant de papier de joseph.
- Etalonner l'appareil avec de l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égale à 1,33.
- Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant de papier de joseph.

- Déposer quelque goutte de l'huile d'olive dans la lame de réfractomètre et régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié. Effectuer la lecture en tenant compte de la température.



Figure III.3 : Un réfractomètre.

III.2.3. Méthodes spectrales

❖ Spectroscopie UV-visible

▪ principe

Cette analyse consiste à déterminer les coefficients d'extinction K_{232} et K_{270} calculés à partir de l'absorption à 232 et 270 nm qui correspondent au maximum d'absorbance des hydro peroxydés et des produits secondaires d'oxydation respectivement.

▪ Mode opératoire

Le coefficient d'extinction spécifique est déterminé selon la méthode officielle décrite par le COI (1996). Après avoir filtré les échantillons d'huiles via le sulfate de sodium anhydre, une solution à 1% d'huile dans le cyclohexane a été préparée. La lecture s'est faite dans des cuves en quartz de parcours optique de 1 centimètre aux longueurs d'onde de 232 et 270 nm. En employant comme blanc le solvant employé.

Les extinctions spécifiques rapportées aux différentes longueurs d'onde sont calculées comme suit :

$$E = A_{\lambda} / C * l$$

E : extinction spécifique à la longueur d'onde λ .

A_{λ} : absorbance mesurée à la longueur d'onde λ .

C : concentration de la solution en gramme par 100 millilitres.

I : épaisseur de la cuve en centimètre (1 cm).

❖ Spectroscopie Infra-rouge

❖ définition

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse précisée, et couramment utilisée par les chimistes, elle permet de déterminer les groupements fonctionnels. Dans cette méthode, une molécule est composée d'atomes reliés entre eux par des liaisons covalentes qui sont comparées à un ressort, lorsqu'un faisceau de lumière atteint une molécule, celle-ci absorbe cette radiation, ce qui cause la variation de cet assemblage, entraînant ainsi la modification des distances interatomiques et des angles normaux des liaisons.

Le but de cette méthode est l'identification d'un produit inconnu, le suivi d'une purification ou de l'évolution d'une réaction.

❖ Principe de l'ATR

Dans la méthode ATR, le faisceau infrarouge est dirigé vers un cristal transparent en IR et avec un indice de réfraction élevé (diamant, Ge,...). Le faisceau IR est réfléchi à l'interface

échantillon-cristal puis dirigé vers le détecteur. Afin que le détecteur reçoive un signal, il faut que l'échantillon soit en contact intime avec le cristal. A chaque réflexion, le faisceau pénètre de quelques micromètres dans l'échantillon, ce qui provoque des absorptions partielles : c'est la réflexion totale atténuée. Les ondes évanescentes se désintègrent rapidement lorsqu'elles se déplacent à travers l'échantillon.

Cette technique présente beaucoup d'avantages : Préparation minimale de l'échantillon, nettoyage simple et rapide de l'accessoire, large gamme d'échantillons mesurables (sans préparation préalable).

❖ Mode opératoire

Dans cette étude nous avons utilisé un spectrophotomètre IR-ATR. Pour cette analyse, nous avons d'abord nettoyé la zone du dépôt avec de l'acétone, puis avons déposé notre échantillon sur le cristal et enregistré le spectre ainsi obtenu.

Chapitre IV

Dans cette partie nous allons extraire l'huile essentielle du curcuma par la méthode d'hydro distillation. Et dans le but d'identifier des principaux constituants de cette huile extraite et d'établir son identité, nous avons eu recours à la chromatographie sur couche mince (CCM) ainsi qu'à la spectroscopie IR et UV-Visible. Ensuite on fait une petite comparaison avec une huile commercialisée suivie d'une analyse physico-chimique de l'huile d'olive enrichie par le curcuma.

IV.1. Propriétés organoleptiques :

On regroupe les différentes propriétés organoleptiques déterminées visuellement (Odeur, aspect et couleur) de notre huile de curcuma extrait.

Tableau IV.1: Propriétés organoleptiques de curcumine.

Les propriétés	Odeur	Aspect	couleur
Huile extraite	Odeur du curcuma	liquide	Marron orange
Huile commercialisée	Odeur du curcuma	liquide	Jaune



Figure IV.1 : l'huile essentielle du curcuma extraite.

IV.2. Rendement :

L'analyse physico-chimique et spectrale de l'huile essentielle du curcuma nécessite une quantité élevée d'huile. Ceci nous a amené à faire plusieurs extractions pour arriver à la quantité voulue.

Les résultats de calcul des rendements obtenus lors de l'extraction de l'huile essentielle du curcuma par hydro distillation pendant 4 heures sont regroupés dans le tableau IV.4

$$R\% = \frac{\text{La masse d'extraits}}{\text{La masse de poudre initiale}} \cdot 100$$

TableauIV.2 : Calcul des rendements obtenus lors de l'extraction de l'huile essentielle du curcuma

Solvants	Quantité de la Plante (g)	Temps (h)	Quantité Récupérée (g)	Rendement (%)
Eau distillée	25g	4 h	0.205 g	0 ,82
Hexane	25 g	1h	0 g	Aucun rendement

Nous avons obtenus un rendement de 0,898 sur les différentes opérations d'extraction qu'on a réalisée. Ce faible rendement est due à la méthode d'extraction utilisé (hydro distillation) pour avoir un bon rendement il faut faire plusieurs extraction ou bien utilisé d'autre méthodes d'extraction (soxlet par exemple).

IV.3.Analyse de l'huile essentielle du curcuma :

IV.3.1.Analyse par chromatographie sur couche mince (CCM) :

Le profils chromatographique de huile de curcuma extrais respectivement (l'huile du curcuma commercialisée, l'huile de curcuma extraite) a permis de montrer la présence de plusieurs fractions de Rf.

On a utilisée deux système d'élution solvant apolaire/polaire qui sont (cyclohexane/ acétone ; cyclohexane/chloroforme).

Les résultats de Rf pour les différents extraits sont obtenus dans le tableau ci-dessus

Tableau IV.3 : Les différents résultats de la CCM pour HE et HC.

Eluant (cyclohexane/acétone) ml	Xi (cm)	Rf	Eluant (cyclohexane/chloroforme) ml	Xi (cm)	Rf
10/10	2,8 ; 2,9 2,5 3,4	0,62 ; 0,64 0,55 0,76	10/10	0	0
18/2	0,3	0,066	18/2	0	0
2/18	3,9 2,95	0,87 0,65	2/18	0	0
10/10	2,7	0,6	10/10	0	0
18/2	0,5	0,11	18/2	0	0
2/18	2,9	0,64	2/18	0	0

❖ **D'après les résultats de tableau :**

On conclue que :

- Pour l'utilisation de l'éluant (cyclohexane/chloroforme), Ya pas de séparation pour l'huile extrait (aucune tache détecté sur la plaque CCM).
- Pour l'utilisation de l'éluant (cyclohexane /acétone) on observer des taches sur la plaque CCM et détecteur de quatre composé, d'après les résultats de différent concentration de l'éluantapolaire/polaire on distingue que il y'a trois composé polaire et un composé apolaire.
- Notre huile contient beaucoup plus des produits polaire que apolaire, donc c'est huile purement polaire.

IV.3.2. Analyse spectrales :

▪ **Analyse par UV-Visible**

Le spectre électronique d'HE (figure) des échantillons préparés à partir d'une solution diluée d'HE du curcuma dans l'éthanol. Le huile de curcuma extraite absorbe dans l'UV-Visible-Visible avec une longueur d'onde $\lambda=301\text{cm}^{-1}$ et une absorbance $A=3,308$. Cette absorption est due à la présence du curcumine molécule responsable de la coloration. Alors

que, la comparaison avec le spectre UV-visible de l'huile commercialisée du curcuma donne une absorbance à $\lambda=403\text{cm}^{-1}$.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau IV.4

TableauIV.4: La longueur d'onde et l'absorbance d'HE et HC.

Les huiles utilisées	λ (nm)	A
HE du curcuma dans éthanol	301	3,308
Huile commercialisée du curcuma dans éthanol	432	0.791

▪ Analyse par IR

L'huile essentielle à analyser a été réalisée sur les pastilles de bromure de potassium (KBr). Les bandes les plus significatives révélées sur le spectre IR de l'huile étudiée sont reportées sur le tableau IV.5.

TableauIV.5 : Bandes caractéristiques du spectre IR de HE du curcuma.

Fréquences (cm^{-1})	Groupe ment correspondant	intensité
3000	Liaison C-H aromatique	faible
2923-2969	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lié	Intense
1619-1687	Liaison C=C conjugué avec Liaison C=O	Intense
1744	Liaison C=O cétone insaturée,	Faible Intense
1448-1464	Formation de δ CH ₂ alcane	Moyenne
542	Formation d'un alcane (R-CH=CH-R) conjugué	Bande faible
1160	Liaison C-O éther alkyl Liaison C-O alcool secondaire	Faible Intense
1037	Liaison C-O alcool première	Bande faible
722-815	Liaison C-H et C-H aromatique	Bande faible

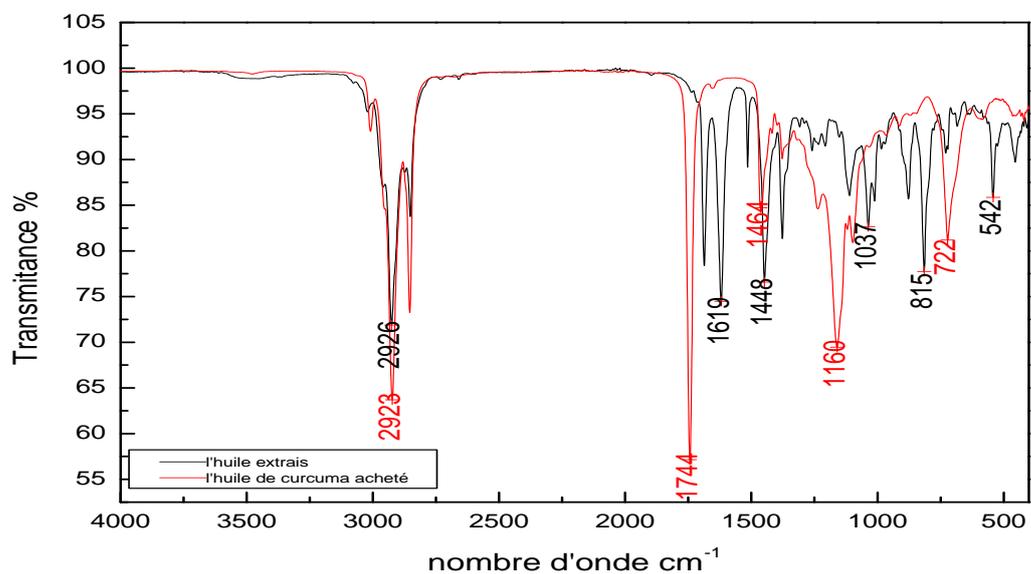


Figure IV.2 : spectre IR de l'huile de curcuma extrait et l'huile acheté.

- **Comparaison entre huile extraite du curcuma et l'huile commercialisée**

Les bandes d'absorption du spectre IR de l'huile extraite presque sont les même que celles de l'huile commercialisée, sauf pour la bande 542cm^{-1} .

Conclusion

Conclusion générale

Ce travail a été mené dans le cadre de l'étude du curcuma (l'huile essentielle de curcuma) et de son activité antioxydante sur l'huile d'olive.

Ainsi, dans une première étape, nous avons réalisé l'extraction de l'huile essentielle de curcuma ainsi que l'identification de ses composés. Dans l'étape suivante une étude des propriétés physicochimiques de l'huile d'olive enrichie par le curcuma est effectuée. Il s'est avéré que :

- La quantité d'huile essentielle extraite est faible. Le rendement de l'extraction est de l'ordre

de 0.82. L'eau comme solvant a donné ce rendement en huile. En effet, ce qui peut être attribué à la faible solubilité du curcuma dans l'eau.

- Les propriétés organoleptiques : couleur, aspect et odeur sont compris dans la gamme de couleur des huiles essentielles de curcuma.
- L'analyse infrarouge des spectres a révélé qu'il n'y a pas de grande différence entre les spectres des huiles essentielles extraites et commercialisées. Les huiles contiennent presque les mêmes groupements fonctionnels.
- L'ensemble des analyses physico-chimiques confirme l'effet favorable du curcuma sur la stabilité oxydative d'huile d'olive. Ce qui dit-il serait donc intéressant de poursuivre cette étude en considérant un nombre d'autres techniques plus performantes.

Aussi, l'étude que nous avons entreprise a montré que d'autres procédés peuvent être utilisés pour améliorer le rendement de l'extraction de l'huile essentielle.

Référence bibliographique

- [1] L'huile d'olive, de la gastronomie à la santé .*Editions Artulen*, 224p.
- [2] **C hristopoulou E., Lazarki M. et Alexiou F.** 1995. La qualité de l'huile d'olive vierge grecque: critères chimiques et organoleptiques. *Olivae*, 56:54-59.
- [3] **C.O.I. 2015.** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. Madrid. Espagne. Conseil Oléicole International/T.15/NC n°3/rév.8
- [4] **Newsletter-Marché oléicole N° 119-Septembre 2017.** Evolution de la campagne huile d'olive 2016/17 et estimation de la campagne huile d'olive et olive de table 2017/18
- [5] **Chambre agricole de la wilaya de Bejaia 2017.** Statistique de la production de l'huile d'olive de la wilaya de Bejaia.
- [6] **Dugo G., Lo Turco V., Pollicino D., Movrogeni E. et Pipitone F. 2004.** Caractérisation d'huiles d'olive vierges siciliennes. Variation quantitative des huiles des fruits des cultivars « techniques et de l'époque de récolte des olives» *Olivae*, 101: 44-52.
- [7] **Inglese P. 1994.** L'influence de la variété sur les caractéristiques qualitatives de l'huile d'olive. *Olivae*, 54 : 42-44.
- [8] **Karleskind A. 1992.** Généralités. In :Manuel des corps gras.Ed:Lavoisier, Tec.et Doc, paris, p.1-46
- [9] **Owen R.W., Haubner R., WurteleG., Hull W.E., Spiegelhader. et Bartsch H. 2004.** Olives and olive oil in cancer prevention. *European Journal of Cancer Prevention*, 13(4): 319-326.
- [10] **Psomiadou E, Tsimidou M. et Boskou D. 2000.** α -tocopherol content of Greek virgin olive oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48 (5):1770-1775.
- [11] **Visioli F. et Galli C. 1994.** Oleuropein protects low density lipoprotein from oxidation. *Life Sciences*, 55(24): 1965-1971.
- [13] **Tuck K.L. et Hayball P.J. 2002.** Major phenolic compounds in olive oil: metabolism and health effects. *Journal of Nutritional Biochemistry*, 13:636-644.
- [14] **Brenes M., Garcia A., Garcia P., Rios J.J. et Garrido A. 1999.** Phenolic Compounds in Spanish Olive Oils. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 47: 3535-3539.

- [15] **Bendini A., Cerretani L., Carrasco-Pancorbo A., Gomez-Caravaca A.M., Segura Carretero A., Fernandez-Gutiérrez A. et Lercker G. 2007.** Phenolic Molecules in Virgin Olive Oils: a Survey of Their Sensory Properties, Health Effects, Antioxidant Activity and Analytical Methods. An Overview of the Last Decade, *Molecules*, 12: 1679-1719.
- [16] **Haddam M., Chimi H. et Amine A. 2014.** Formulation d'une huile d'olive de bonne qualité. *OCL*, 21(5): 507.
- [17] **Gandul_Rojas B. et Minguez_Mosquera M.I. 1996.** Chlorophyll and carotenoid composition in virgin olive oils from various Spanish olive varieties. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 72(1): 31-39.
- [18] **Manai-Djebali H., Krichène D., Ouni Y., Gallardo L., Sánchez J., Osorio E. et Zarrouk M. 2012.** Chemical profiles of five minor olive oil varieties grown in central Tunisia. *Journal of Food Composition and Analysis*, 27(2): 109-119.
- [19] **Kataja-Tuomola M., Sundell J.R., Männistö S., Virtanen M.J., Kontto J., Albanes D. et Virtamo J. 2008.** Effect of α -tocopherol and β -carotene supplementation on the incidence of type 2 diabetes. *Diabetologia*, 51(1) : 47-53.
- [20] **Nieves Criado M., Paz Romero M., Casanovas M. et Motilva M. J. 2008.** Pigment profile and Color of monovarietal virgin olive oils from Arbequina cultivar obtained during two consecutive crop seasons. *Food Chemistry*, 110: 873–880.
- [21] **C.E.E. 2568/91.** Communauté Economique Européenne. Règlement (CEE) N°2568/91 de la commission du 11 juillet 1991. Relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyse y afférentes : 27630.
- [22] **BLEKAS G., PSOMIADOU E., TSIMIDOU M., BOSKOU D. (2002).** The importance of total polar phenols to monitor the stability of greek virgin olive oil. *European Journal of lipid Science and technology*. 104 (6) : 340-346.
- [23] **BENABID H., (2009).** CARACTERISATION DE L'HUILE D'OLIVE ALGERIENNE Apports des méthodes chimiométriques.(INSTITUT DE LA NUTRITION, DE L'ALIMENTATION ET DES TECHNOLOGIES AGRO-ALIMENTAIRES, INATAA).
- [24] **CODEX ALIMENTARIUS. (1981).** Norme codex pour les huiles d'olive vierges et raffinées et pour l'huile de grignons d'olive raffinée. Codex STAN 33-1981 (Rév.

1989,2003, 2015).

- [25] **KEYS A., MENOTTI A., KARYONEM M.J., BLACKBURN H., BUZINA R., DIODORDEVIC B.S., DONTAS A.S., FIDANZA F., KeysEYS M.H., KROMHOUT D., NEDUKOVIC S., PUNSAR S., SECCARECCIA F., TOSHIMA H. (1986).** The diet and 15 year death rate in seven countries study. *Am. J. Epidemiol.* 124, 903-915
- [26] **JACOTOT B. (1997).** Intérêt nutritionnel de la consommation de l'huile d'olive. *OCL* 4(5), 373-374.
- [27] Study on the effects of trans fatty acids from ruminants on blood lipids and other risk factors for cardiovascular disease. *American Journal of Clinical Nutrition.* 87 (3) pp 593-599.
- [28] **BERRA G., De GASPERI R. (1980).** Qualità nutrizionale dell'olio di oliva. In: III Congresso internazionale sul valore biologico dell'olio d'oliva - la Conea, Creta (Grecia), 8-12 settembre, p. 427.
- [29] **BEUCHAMP G., KEST R., MOREL D., LIN J., PIKA J., HAN Q., SMITH A.B., BRESLIN P.A.S., (2005).** Ibuprofen like activity in extra-virgin olive oil. *Revue Nature* 437, 45-46.
- [30] **TRICHOPOULOU A., LAGIOU P., KUPER H., TRICHOPOULOS D., (2000).** Cancer and Mediterranean dietary traditions. Department of Hygiene and Epidemiology, University of Athens Medical School, Greece. *Cancer Epidemiol Biomarkers, Sep; 9(9):869-873.*
- [31] **ROSA M., LAMUELA-RAVENTOS E., GIMENO E., MONTSE F., CASTELLOTE A.I., COVAS M., DE LA TORRE-BORONAT M.C., LOPEZ-SABATER M.C., (2004).** Interaction of Olive Oil Phenol Antioxidant Components with Low-density Lipoprotein .*Biol Res* 37: 247-252.
- [32] **TERDAZI W., Ait YACINE Z., OUSSMA A., (2010).** Etude comparative de la stabilité de

l'huile d'olive de la Picholine marocaine et de l'Arbéquine. *Olivae*, 113 : 22- 26.

[33] PERONA J.S., CANIZARES J., MONTEROU E., SANCHEZ- DOMINUEZ J.M.,

CATALA A., RUIZ-GUTIEREZ V., (2004). Virgin olive oil reduces blood pressure in hypertensive elderly subjects. *Clinical Nutrition*, 2, 191- 200.

[34] Clodoveo M.L. 2012. Malaxation: Influence on virgin olive oil quality. Past, present and future – An overview. *Trends in Food Science & Technology*, 25: 13-23.

[37] Sanchez V., Priego-Capote F., Jimenez-Ot C. et Luque de Castro M.D. 2011.

Quality and stability of edible oils enriched with hydrophilic antioxidants from the olive tree: the role of enrichment extracts and lipid composition. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*: 59, 11432-11441

[38] Vaisey-Genser, M. A., Morris, D. (2003) Introduction History of the cultivation and uses of flaxseed. *dans: Flax, The genus Linum*. Eds Muir, A. D., Wescott, N. D., CRC Press, 34, pp 1-22

[39] Knörr, W., Daute, P., Grützmacher, R., Höfer, R. (1995) Development of new fields of application for linseed oil. *Lipid / Fett*, 97, pp 165-169

[40] Labalette, F., Landé, N., Wagner, D., Roux-Duparque, M., Sallet, E., Onidol (2011) La filière lin oléagineux française : panorama et perspectives. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 8, pp 113-122

[41] CETIOM (2011) Plaquette technique : l'avenir du lin oléagineux en France (Centre Technique Interprofessionnel des Oléagineux et du Chanvre). pp 6

[42]]Tzang BS, Yang SF, Fu SG, Yang HC, Sun HL, Chen YC (2009). Effects of dietary flaxseed oil on cholesterol metabolism of hamsters. *Food Chemistry*. 114: 1450-1455.

[43] Morris DH (2007). Flax Primer, A Health and Nutrition Primer. Flax Council of Canada. 9-19.

[44] Lorente-Cebrián S, Costa AG, Navas-Carretero S, Zabala M, Martínez JA, MorenoAliaga MJ (2013). Role of omega-3 fatty acids in obesity, metabolic syndrome, and cardiovascular diseases: a review of the evidence. *J Physiol Biochem*. 69(3):633-51.

[45] Cassani RS, Fassini PG, Silvah JH, Lima CM, Marchini JS (2015). Impact of weight loss diet associated with flaxseed on inflammatory markers in men with cardiovascular risk factors: a clinical study. *Nutr J*. 10;14:5.

[46] Badawy EA, Rasheed WI, Elias TR, Hussein J, Harvi M, Morsy S, Mahmoud Yel-L (2015). Flaxseed oil reduces oxidative stress and enhances brain monoamines release in streptozotocin-induced diabetic rats. *Hum Exp Toxicol.* 34(11):1133-8.

[47] Ayad A, Merzouk H, Baba Hamed Y, Merzouk SA, Gresti J, Narce M (2013a).

Beneficial effects of dietary olive and linseed oils on serum and tissue lipids and redox status in the aging obese rat. *J. Nat. Prod. Plant Resour*; 3(2):61-71.

[48] Firestone D. 1999. Physical and chemical characteristics of oils, fats and waxes. AOCS Press: Champaign Il.

[49] Daun, J., Barthet, V., Chornick, T., Duguid, S. (2003) Structure, composition, and variety development of flaxseed. *dans: Flaxseed in Human Nutrition, Second Edition.* Eds Thompson, L. U. and Cunnane, S. C., AOCS Press, Champaign, Illinois, USA, pp 1-40

[50] GEVES (2012) Centre d'Etudes et de Contrôle des Variétés et des Semences. site consulté le 13 mars 2012, <http://cat.geves.info/page/ListeNationale>

[51] Freeman, T. P. (1995) Structure of flaxseed. *dans: Flaxseed in human nutrition.* Eds Cunnane, S. C., Thompson, L. U., AOCS Press, Champaign, Illinois, USA, pp 11–21

[52] FAO (2012) Guide pratique - Stockage et conservation des grains à la ferme. site consulté le 13 mars 2012, www.fao.org/Wairdocs/X5163F/X5163f02.htm

[53] Dybing, C. D., Lay, C. (1981) Flax *Linum usitatissimum*. *dans: CRC handbook of biosolar resources.* Eds McClure, T. A., Lipinsky, E.S., CRC Press, Inc., Boca Raton, USA, II. Resource materials, pp 71-85

[53] Oomah, B. D. (2003) Processing of flaxseed fiber, oil, protein, and lignan. *dans: Flaxseed in Human Nutrition, Second Edition.* Eds Thompson, L. U., Cunnane S. C., AOCS Press, Champaign, Illinois, USA, 20, pp 363-387

[54] Ratnayake WM, Galli C (2009) Fat and fatty acid terminology, methods of analysis and fat digestion and metabolism: a background review paper. *Ann Nutr Metab* 55:8–43.

[55] Garcia A. Ruiz-Mandez V. Romero C et Brenes M.(2006). Effect of refining of the phenolic composition of crude olive oils. *JAOCS*.83 :159-164

[56] Ricardo M. Casal S.Hugo L, Bento A. Pereira J.A. 2012 . Can tea extracts protect extra virgin olive oil from oxidation during microwave heating. *Food Research International*.48,148-154

- [57] Knupp G. Rucker G. Ramos-Cormenzana A. Garrido Hoyos S. Neugebauer M. Ossenkop T. (1996).**problems of identifying phenolic compounds during the microbial degradation of olive mill wast water . International Biodeterioration and Biodegradation.38.277-282.
- [58] Hamdi M. Garcia J.L et Ellouz R. (1992).** Integrated biological process for olive mill wastewaters treatment.Bioprocess.Eng.8,79.10.
- [59]** Salta F.N. Mylona A. Chiou A. Boskou G and Andrikopoulos N.K. 2007. Oxidative.
- [60]** Wolff J. P., 1968. Manuel d'analyses des corps gras. Ed. Aznulay, Paris.
- [61]** Salgarolo, 2003. Pratique des manipulations de chimie-à l'usage des biologistes techniques et documentation-Lavoisier : P229-237.
- [62]** Lion Ph., 1955. Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris.
- [63]** Ollé M., 2002. Analyse des corps gras. Bases document : technique d'analyse ; référence P3325 ; Ed. Techniques de l'ingénieur. [Http://www.techniques-ingenieur.fr](http://www.techniques-ingenieur.fr).
- [64]** Adrian et *al*, 1998. Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Techniques et documentation- Lavoisier : P47-53.
- [65]** Alais C., Linden G. et Miclo L. 1999. Lipides. In : Biochimie alimentaire. Ed Dunod, 51-71.
- [66]** Nicholson R. Vermerris w.(2006).Phénolic compound biochemistry. Edition :Springer.New York.01-48.
- [67] Ames B.N.Shigenaga M.K. Hagent.M.(1993).**oxydants,antioyidant,and the degenative diseases of aging Review ;product Natural Acadimic Science of USA.90,7915-7922.
- [68] Boublenza I, 2009.** Contribution à l'étude de l'analyse de l'huile de citrulluscolocyn this (coloquinte) et de son pouvoir antimicrobien. Mémoire de magister de biologie ; Université abou-bekrbelkaid, Tlemcen.P. 2-3
- [69]** mémoire de MOUSSENI ILYES contribution à l'étude physico-chimiques des échantillons d'huile d'olive et leur mélange,2016.
- [70]** lion ph ; 1955.traveaux pratique de chimie organique. Ed Dunod,paris .

[71] Olle M ;2002 l'analyse de corps gras .bases document :technique d'analyse référence p
3325 :Ed.technique de l'inginieure .[Http://www.technique-inginieure.fr](http://www.technique-inginieure.fr).

Résumé

L'objectif de notre travail est l'extraction d'une huile essentielle à partir de curcuma longa L de la famille *Zingibéracée*, par la méthode d'extraction par hydrodistillation. Le huile essentielle de curcuma est soumise à une analyse par la CCM, IR et UV. D'autre part, une autre étude théorique basée sur l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de curcuma commercialisée. Le rendement de cette technique est faible.

Mot clés : Curcuma, Extraction, Macération.

summary

The objective of our work is the extraction of an essential oil from turmeric longa L of the Zingiberaceae family, by the method of extraction by hydrodistillation. The essential oil of turmeric is subjected to an analysis by TLC, IR and UV. On the other hand, another theoretical study based on the enrichment of olive oil by commercialized turmeric oil. The yield of this technique is low.

Key words: Curcuma, Extraction, Maceration.