



Mémoire de Master

Présenté par :

- Mr: BOUAITA Samir.
- Mr: DJERMOULI Yacine.

En vue de l'obtention du diplôme de Master

Spécialité : Chimie.

Option : Analyses Chimiques.

Thème :

*Extraction et caractérisation des huiles
essentielles du myrte vert sauvage*

Soutenu le : 22/06/2017 à 11h30min.

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
Mme : BRAHMI. Daouia	Chimie	Présidente
Mme : AIT AHMED. Nadia	Chimie	Examinatrice
Mme : BENKHODJA-GRABA. Zahra	Chimie	Encadreur



Je dédie ce modeste travail à :

A mes très chers parents, qui ont su me faire confiance et me soutenir dans toutes les circonstances au cours de mon parcours d'étude, c'est avec émotion que je leur exprime toute mon affection, mon admiration et mon profond respect.

A mes très chers oncles (HADI et AZIZ) ainsi que leurs familles qui m'ont porté beaucoup de soutien et de courage au long de mon cursus universitaire.

A mes grands parents maternels (RACHID et SALIHA) qui m'ont aidé énormément

A mon unique frère KAMEL et ma seule sœur SAMIRA

A mon cher binôme Yacine

A mes enseignants et enseignantes du primaire à l'université.

A mes très chers amis : Jaber, Islam, Aisam, Azzedine, Raid, Soso, Ramzy, Ouahib ...

A toute la promotion Master II Analyses Chimiques 2017.

A tous ceux qui me sont chers et qui m'aiment.



Samir

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

A mes parents :

Ma mère, qui a œuvré pour ma réussite, de par son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie, reçois à travers ce travail aussi modeste soit-il, l'expression de mes sentiments et de mon éternelle gratitude.

Mon père, qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans la vie. Puisse Dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit ; merci pour les valeurs nobles, l'éducation et le soutien permanent venu de toi.

A mes chers frères Mohamed et Nabil.

A mes chères sœurs : Samira, Nassima, Ounissa, Nadia, Malika, Nada et Amel.

A Mes chers amis :

Smail, Tarik, Kiko, Khaled,...

A mon cher ami Samir.

A toute la promotion 2^{ème} année Master Analyse.

A tous ceux qui mon soutenu de près ou de loin.

YACINE

Tableau 01. Les différents tanins.	[15]
Tableau 02. Les différents flavonoïdes et phloroglucinols.	[16]
Tableau 03. Principaux composants chimiques d'une huile de myrte.	[17]
Tableau 04. Caractéristiques des produits chimiques utilisés.	[31]
Tableau 05. Influence du temps d'extraction, sur les masses de la concrète et de l'absolue extraites de la matière végétale fraîche.	[46]
Tableau 06. Influence du temps d'extraction, sur les masses de la concrète et de l'absolue extraites de la matière végétale sèche.	[47]
Tableau 07. Effet de la température, sur les quantités de concrète et d'absolue récupérées. ...	[47]
Tableau 08. Influence de la masse de la matière végétale, sur les quantités de concrète et d'absolue récupérées.	[48]
Tableau 09. Influence de quelques paramètres sur le rendement en concrète et en absolue.	[50]
Tableau 10. Quelques propriétés des solvants utilisés.	[50]
Tableau 11. Résultats de l'extraction par macération.	[51]
Tableau 12. Influence du procédé d'extraction sur la couleur de l'huile.	[52]
Tableau 13. Densité des extraits obtenus par les différents procédés d'extraction.	[53]
Tableau 14. Valeurs du pouvoir rotatoire des huiles essentielles extraites en fonction du procédé d'extraction.	[53]
Tableau 15. Valeurs des indices de réfraction des huiles essentielles extraites, selon le procédé d'extraction.	[54]
Tableau 16. Valeurs de la viscosité des huiles essentielles extraites, selon le procédé d'extraction.	[54]
Tableau 17. Valeurs des absorbances à différentes longueurs d'ondes.	[55]
Tableau 18. pH des extraits obtenus par les différents procédés d'extraction.	[55]

Tableau 19. Position et identification des bandes observées par IR sur les cires obtenues avec la plante fraîche et sèche. [60]

Tableau 20. Position et identification des bandes observées sur l'huile essentielle extraite sur la plante sèche et fraîche par hydrodistillation..... [61]

Tableau 21. Position et identification des bandes observées sur l'huile essentielle extraite par le procédé soxhlet et par les trois solvants d'extraction..... [62]

Tableau 22. Position et identification des bandes observées sur l'huile essentielle extraite de la plante sèche ou fraîche par macération. [63]

Tableau 23. Position et identification des bandes observées pour la plante sèche et fraîche. [67]

LISTE DES FIGURES

Figure 1. Une unité d'isoprène.	[5]
Figure 2. Structure de quelques composés mono-terpéniques.	[6]
Figure 3. Photo du myrtus communis.	[12]
Figure 4. Feuilles du myrtus communis.	[13]
Figure 5. Les différents types de myrte.	[14]
Figure 6. « E » la cavité sécrétoire (20µm), « F » vue sur la surface d'une feuille de myrte (100µm).	[18]
Figure 7. Schéma simplifié d'un montage d'hydrodistillation.	[21]
Figure 8. Schéma simplifié d'un montage de vapodistillation.	[22]
Figure 9. Schéma d'un montage Soxhlet.	[23]
Figure 10. Schéma d'un montage de macération.	[24]
Figure 11. Densimètre électronique.	[36]
Figure 12. Polarimètre.	[37]
Figure 13. Diffraction d'un faisceau monochromatique.	[37]
Figure 14. Réfractomètre.	[38]
Figure 15. Viscosimètre d'Ostwald.	[38]
Figure 16. Schéma illustrant un faisceau monochromatique.	[43]
Figure 17. Effet de la granulométrie sur la masse de l'absolue.	[49]
Figure 18. Comparaison des rendements des trois procédés d'extraction.	[52]
Figure 19. Spectre UV-Visible de notre huile.	[58]
Figure 20. Spectres IR des cires obtenues avec la plante fraîches et sèches.	[60]
Figure 21. Spectres IR de l'huile essentielle extraite sur la plante sèche et fraîche par hydrodistillation.	[61]

LISTE DES FIGURES

- Figure 22.** Spectres IR obtenus pour l'huile essentielle extraite par le procédé soxhlet et par les trois solvants d'extraction. [62]
- Figure 23.** Spectres IR obtenus pour l'huile essentielle extraite de la plante sèche et fraîche par macération. [63]
- Figure 24.** Spectres IR obtenus pour la plante à l'état sèche et fraîche..... [66]

AFNOR : Association Française de Normalisation.

°C : Degré celsius.

mm : Millimètre.

µm : Micromètre.

µg/mL : Microgramme par millilitre.

g : Gramme.

kg : Kilogramme.

trs/min : Tours par minute.

UV-Visible : Ultraviolet-visible.

IR : Infrarouge.

ATR : Attenuated Total Reflectance (La réflectance totale atténuée).

km : Kilomètre.

h : Heure.

min : Minute.

pH : Potentiel hydrogène.

mL : Millilitre.

g/mol : Gramme par mole.

N : Normalité.

nm : Nanomètre.

cm : Centimètre.

T : Transmittance.

MV : Matière végétale.

HE : Huile essentielle.

d : Diamètre.

ANSM: Agence nationale de sécurité du médicament et des produits de santé.

ISO: Organisation Internationale de Normalisation.

méq O₂/Kg : Milliéquivalent de O₂ par kilogramme.

méq/l : Milliéquivalent par litre.

I_A : Indice d'acide.

CPG : Chromatographie en phase gazeuse.

HPLC : Chromatographie liquide a haute performance.

I_P : Indice de peroxyde.

I_E : Indice d'ester.

λ : Longueur d'onde.

$A(\%)$: Pourcentage d'acidité.

MEB : Microscope électronique à balayage.

Remerciements	
Dédicaces	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des abréviations	

SOMMAIRE

INTRODUCTION	[1]
--------------------	-----

PARTIE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : GÉNÉRALITÉS SUR LES HUILES ESSENTIELLES

I.1. Définition d'une huile végétale	[3]
I.2. Les huiles essentielles.....	[3]
I.2.1. Définition	[3]
I.2.2. Historique et origine.....	[4]
I.2.3. Composition	[4]
I.2.4. Propriétés.....	[7]
I.2.4.1. Organoleptiques.....	[7]
I.2.4.2. Physiques	[7]
I.2.4.3. Chimiques.....	[7]
I.2.5. Facteurs de variabilité	[8]
I.2.5.1. Origine botanique	[8]
I.2.5.2. Cycle végétatif.....	[8]
I.2.5.3. Nature du sol.....	[8]
I.2.5.4. Lumière et température.....	[9]
I.2.5.5. Facteurs génétiques	[9]
I.2.5.6. Influence du procédé d'obtention	[9]
I.2.5.7. Les maladies	[9]
I.2.6. Domaines d'application	[9]
I.2.6.1. Phytothérapie pharmacologique	[10]
I.2.6.2. Industrie alimentaire	[10]
I.2.6.3. Cosmétologie	[10]
I.2.7. Limites d'utilisation des huiles essentielles(Toxicité).....	[10]

CHAPITRE II : HUILE ESSENTIELLE DU MYRTE

II.1. Le myrte	[12]
II.1.1. Historique	[12]

II.1.2. Définition et description de la plante	[12]
II.1.3. Types de myrte.....	[13]
II.1.4. Conditions de la récolte du myrte	[14]
II.1.5. Nettoyage et séchage de la plante	[14]
II.1.6. Stockage et conservation	[15]
II.2. Constituants d'une feuille de myrte	[15]
II.3. Huile essentielle de myrte	[16]
II.3.1. Principaux composants chimiques.....	[16]
II.3.2. Répartition et localisation des huiles dans la plante	[17]
II.4. Utilisations du myrte et son effet thérapeutique	[18]
II.4.1. Usage traditionnel	[18]
II.4.2. Effet thérapeutique.....	[18]
II.4.2.1. Propriétés astringentes	[18]
II.4.2.2. Activité antiseptique	[19]
II.4.2.3. Activité antibiotique.....	[19]
II.4.2.3. Activité parasiticide.....	[19]

CHAPITRE III : LES TECHNIQUES D'EXTRACTION DES HE

III.1. La distillation	[20]
III.1.1. Hydrodistillation.....	[20]
III.1.2. Vapodistillation (entraînement à la vapeur d'eau)	[21]
III.2. Soxhlet	[22]
III.3. Macération	[23]
III.4. Autres techniques	[25]
III.5. Le choix du solvant d'extraction	[26]
III.6. Qualité et rendement des huiles essentielles.....	[26]
III.7. Facteurs influençant l'extraction	[27]
III.7.1. Matière végétale	[27]
III.7.2. Nature et état du solide et du soluté	[27]
III.7.3. Nature, concentration et volume du solvant	[28]
III.7.4. Méthode, durée, température et pression.....	[28]
III.8. Contrôle et conservation des huiles essentielles	[28]

PARTIE PRATIQUE

CHAPITRE I : METHODES D'EXTRACTION ET DE CARACTERISATION

I.1. Matériel et produits chimiques utilisés.....	[30]
I.2. Présentation de la plante utilisée	[31]
I.3. Méthodes d'extraction	[32]
I.3.1. L'Hydrodistillation.....	[32]

I.3.1.1. Effet du temps.....	[33]
I.3.1.2. Effet de la température	[33]
I.3.1.3. Effet de la masse de la matière végétale	[33]
I.3.1.4. Effet de la granulométrie	[33]
I.3.2. Extraction au Soxhlet	[33]
I.3.3. Macération	[34]
I.4. Calcul de rendement	[35]
I.5. Méthodes de caractérisation	[35]
I.5.1. Paramètres organoleptiques	[35]
I.5.2. Analyses physiques	[35]
I.5.2.1. La densité.....	[35]
I.5.2.2. Pouvoir rotatoire	[36]
I.5.2.3. Indice de réfraction	[37]
I.5.2.4. Viscosité	[38]
I.5.3. Analyses chimiques	[39]
I.5.3.1. pH (potentiel hydrogène).....	[39]
I.5.3.2. Indice d'acide.....	[39]
I.5.3.3. Pourcentage d'Acidité (%).....	[39]
I.5.3.4. Indice de peroxyde.....	[40]
I.5.3. 5. Indice de saponification.....	[41]
I.5.3.6. Fraction insaponifiable	[41]
I.5.3.7. Indice d'ester.....	[42]
I.6. Méthodes spectroscopique.....	[43]
I.6.1. Spectrophotométrie UV-visible	[43]
I.6.1.1. Absorbance spécifique au rayonnement UV	[44]
I.6.2. Spectroscopie infrarouge a transformée de Fourier	[44]
I.7. Analyses effectuées sur la plante	[45]
I.7.1. pH (potentiel hydrogène)	[45]
I.7.2. Taux d'humidité (%).....	[45]

CHAPITRE II : RESULTATS ET DISCUSSION

II.1. Techniques d'extraction.....	[46]
II.1.1. Hydrodistillation	[46]
II.1.1.1. Effet du temps et la nature de la matière végétale.....	[46]
II.1.1.2. Effet de la température	[47]
II.1.1.3. Effet de la masse.....	[48]
II.1.1.4. Effet de la granulométrie	[48]
II.1.2. Extraction par Soxhlet	[49]
II.1.3. Extraction par macération.....	[51]
II.1.4. Comparaison entre les méthodes d'extraction.....	[51]
II.2. Caractérisation	[52]
II.2.1. Paramètres organoleptiques	[52]

II.2.1.1. La couleur	[52]
II.2.1.2. Aspect	[53]
II.2.2. Paramètres physico-chimiques	[53]
II. 2.2.1. Physiques	[53]
II.2.2.1.1. Densité.....	[53]
II.2.2.1.2. Pouvoir rotatoire	[53]
II.2.2.1.3. Indice de réfraction	[54]
II.2.2.1.4. Viscosité.....	[54]
II.2.2.1.5. Indice de couleur	[55]
II.2.2.2. Analyses chimiques	[55]
II.2.2.2.1. pH (potentiel hydrogène)	[55]
II.2.2.2.2. Indice d'acide	[56]
II.2.2.2.3. Acidité (%).....	[56]
II.2.2.2.4. Indice d'ester	[56]
II.2.2.2.5. Indice de peroxyde	[56]
II.2.2.2.6. Indice de saponification	[57]
II.2.2.2.7. Fraction insaponifiable	[57]
II.3. La spectroscopie UV-Visible	[58]
II.3.1. Absorbance spécifique au rayonnement UV	[59]
II.4. La spectroscopie infrarouge	[59]
II.5. Les analyses sur la plante	[65]
II.5.1. pH.....	[65]
II.5.2. Taux d'humidité (%).....	[65]
 CONCLUSION.....	 [68]

BIBLIOGRAPHIE

INTRODUCTION

Les plantes ont toujours fait partie de la vie quotidienne de l'homme, puisqu'il s'en sert pour se nourrir, se soigner, et parfois les utilise dans des rites religieux. Elles sont exploitées dans diverses industries telles que : la parfumerie, l'agro-alimentaire, les cosmétiques et la pharmaceutique. La plupart des végétaux renferment des huiles essentielles en quantités variables, ce qui confère à la plante un pouvoir odorant et aromatique.

Les huiles essentielles, se trouvent dans diverses parties de la plante : bois, feuilles, fruits, graines et racines. Elles présentent une source immense de molécules chimiques complexes, principalement des terpènes et des composés aromatiques. Leur utilisation par l'homme remonte à fort longtemps, car selon de récentes fouilles archéologiques, les romains au X^{ème} siècle auraient déjà utilisé la distillation pour les extraire. Mais les premières traces de leurs utilisations remontent à bien longtemps avant et cela chez les perses et les égyptiens, à peu près 1000 ans avant J.C, puis cette méthode fut transmise par les arabes et enfin perfectionnée, plus récemment, par les maîtres grasseis.

Par son climat et sa situation géographique, l'Algérie possède une riche variété de plantes médicinales, pour cela, leurs usages dans la médecine traditionnelle sont très connus chez une grande partie de la population des zones rurales et par les personnes âgées.

Parmi les plantes les plus connues, on trouve le romarin, le thym, l'olivier, l'armoise blanche, la lavande et le myrte dont les huiles essentielles font l'objet de notre étude. Nous nous sommes donc intéressés à leur extraction et à leur analyse.

Nos échantillons sont récoltés au niveau de la forêt du village Cheurfa de la commune de Taourirt Ighil à 48,2 km du chef-lieu de la wilaya de Béjaïa.

Le plan de notre travail, est structuré sous forme de deux parties :

- La première est consacrée à une étude critique de la bibliographie portant sur trois chapitres :

Nous définirons dans le chapitre I, les huiles essentielles, leur composition et leurs différents domaines d'utilisation. Dans le chapitre II, seront données, les généralités sur la plante utilisée (le myrte), pour l'extraction des huiles essentielles ainsi que les principaux constituants de ces dernières. Le chapitre III, sera consacré aux différents procédés d'extraction (hydrodistillation, soxhlet, macération.....) des huiles essentielles ainsi que les facteurs l'influençant.

- La deuxième partie est composée de deux chapitres :

Dans le chapitre I, seront présentés le matériel et méthodes de caractérisation, on y décrira les protocoles expérimentaux utilisés pour les analyses : Physiques (densité, viscosité, pouvoir rotatoire, indice de réfraction), Chimiques (le pH, les indices, d'acide, de peroxyde, de saponification et d'ester) et Spectroscopiques (Spectrophotométrie UV-Visible et la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)).

Dans le deuxième chapitre, nous présenterons et discuterons les résultats obtenus au cours de notre étude. Nous nous intéresserons d'abord à l'effet de certains paramètres (durée d'extraction, nature, masse et granulométrie de la matière végétale et la température d'extraction) ainsi que le mode d'extraction (hydrodistillation, soxhlet et macération), la nature du solvant (éthanol, acétone et hexane) sur le rendement en huile essentielle. Nous donnerons par la suite la caractérisation physico-chimique et spectrale de notre huile et de la plante utilisée (le myrte).

- Nous terminerons par une conclusion générale qui regroupe l'ensemble des résultats obtenus au cours de cette étude et quelques perspectives.

PARTIE I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I

GENERALITES SUR LES HUILES ESSENTIELLES

I.1. Définition d'une huile végétale

Les huiles sont des liquides gras, visqueux, d'origine animale, végétale, minérale ou synthétique. Le nom huile vient du latin « oléum ». Les huiles végétales sont constituées à 100% de lipides (environ 95 % de triglycérides), elles sont donc très caloriques.

Elles sont essentiellement constituées d'acides gras et se répartissent en différents types:

- **Huiles alimentaires:** D'origine animale ou végétale. Les huiles végétales sont fabriquées le plus souvent par pressage des graines d'oléagineux.
- **Huiles essentielles:** Obtenues par divers procédés d'extraction, dont la distillation, en raison de leur très faible concentration dans le produit de base.
- **Huiles minérales:** Sont un mélange d'hydrocarbures. Elles sont traditionnellement utilisées pour la lubrification mécanique.
- **Huiles de synthèse:** Largement utilisées pour la lubrification des moteurs mais aussi pour de nombreuses autres applications, appartiennent à des familles chimiques très diverses : esters phosphoriques, silicones... [1].

I.2. Les huiles essentielles

I.2.1. 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 [2]. 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 [3].

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 [4].

I.2.2. 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 XX^{ème} siècle, des chercheurs (Chamberland, Cadéac, Martindale) démontrent, par leurs expérimentations, le pouvoir antiseptique des huiles essentielles. Mais les véritables pères de l'aromathérapie sont, Gattefossé puis Valnet et ses disciples. R.M. Gattefossé, 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 [5].

I.2.3. 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 [6]. Les composés contenus dans une huile essentielle sont:

I.2.3.1. 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 [7]. Nous donnons sur la figure 1, une unité d'isoprène.

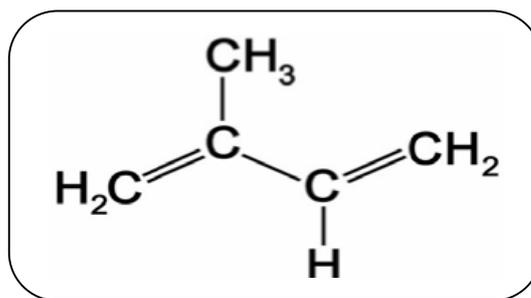


Figure 1. Une unité d'isoprène [8].

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

I.2.3.1.1. 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 -terpinène, p-cymène), ou bicycliques (pinène, camphène, sabinène). Ils constituent parfois plus de 90% de l'huile essentielle (citrus, térébenthies...) [9].

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 [10]. Les structures sont soit acycliques (géraniol, linalol, kcitronello), monocycliques (menthol, α -terpinèol, terpène-1-én-4-ol), bicycliques (bornéol, feuchol) [9].
- **Aldéhydes:** Les aldéhydes contenus dans les essences naturelles sont assez nombreux et jouent un rôle de première importance du point de vue parfum [10]. Sont les plus souvent acycliques (géraniol, néral, citronellal) [9].
- **Cétones :** On rencontre un assez grand nombre de cétones accompagnant souvent les alcools secondaires dont elles dérivent d'ailleurs par oxydation [9]. Sont soit acycliques (tagétone), monocycliques (menthone, isomenthone, carvone, pulégone), bicycliques (camphre, feuchone, thuyones).
- **Esters:** Sont soit acycliques (acétate ou propionate de linalyle, acétate de citronilyle), monocycliques (acétate de menthyle, acétate de α -terpinyle), bicycliques (acétate d'isobornyle) [10].
- **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 1,8-cinéole ou dits aussi eucalyptol, di-éther, mais aussi les éthers cycliques.

- **Peroxydes**: ascaridole.
- **Phénols** : Ils dérivent des hydrocarbures aromatiques en substituant à un hydrogène du noyau, un groupement (OH) ce sont des substances avec une odeur forte caractéristique, liquides ou solides très stables, très solubles dans l'alcool et l'éther [11].

La figure 2 englobe quelques structures des composés mono-terpéniques :

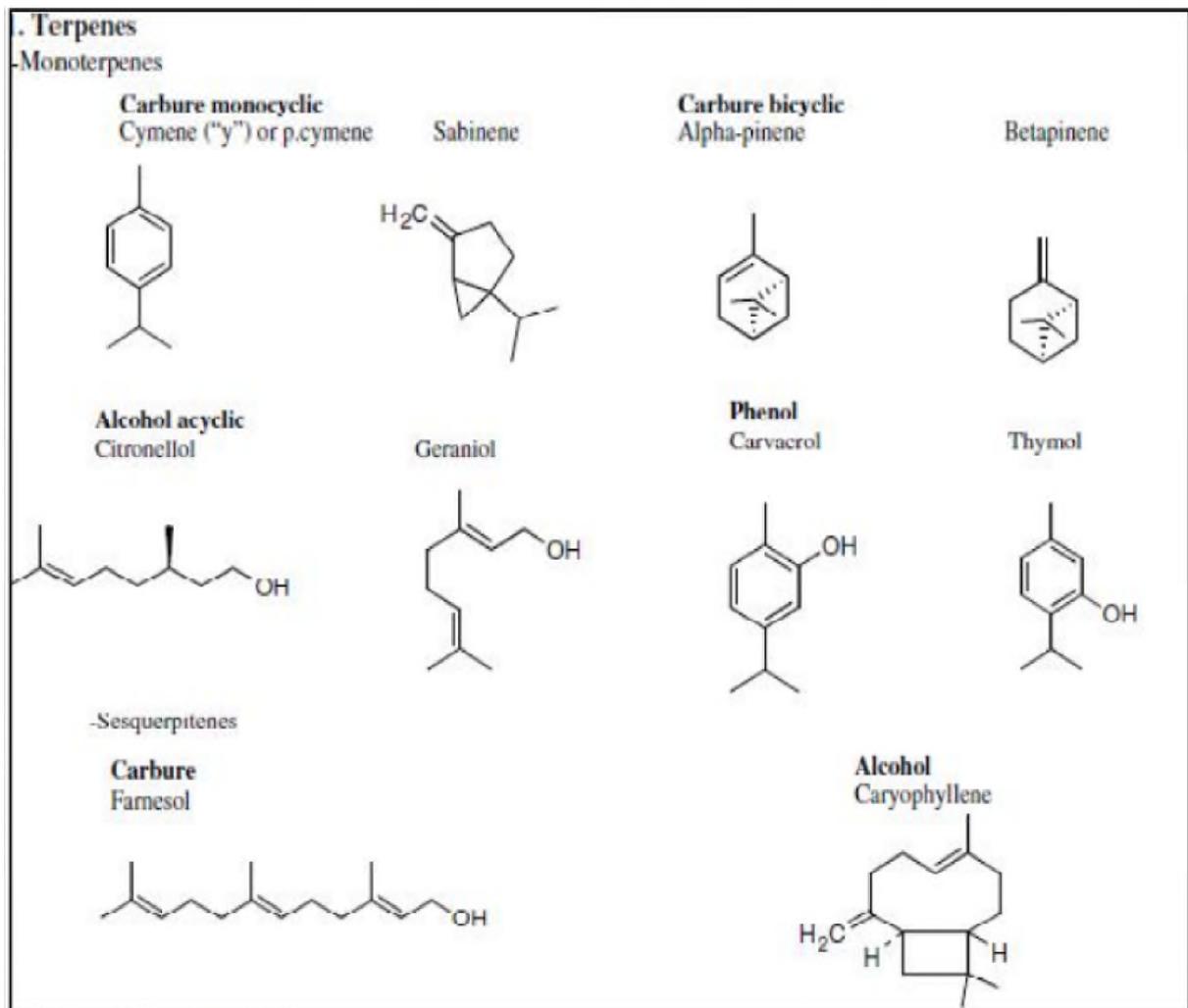


Figure 2. Structure de quelques composés mono-terpéniques [12].

I.2.3.1.2. 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) [9].

I.2.3.2. Les composés aromatiques

Les dérivés du phényl-propane (C_6-C_3) sont beaucoup moins abondants que les précédents (les sesquiterpènes). Ce sont très souvent des allyles et des propényl-phénols, parfois des aldéhydes. On peut également rencontrer dans les huiles essentielles des composés en (C_6-C_1) comme la vanilline ou comme l'anthranilate de méthyle [9].

I.2.4. 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.2.4.1. Organoleptiques

Ce sont des substances de consistance huileuse, plus ou moins fluides, sont très odorantes (odeur aromatique), sont rarement colorées quand elles sont fraîches [13]. 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 [14].

I.2.4.2. 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, saffras, la plus dense étant l'huile essentielle de wintergreen [15]. 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 [16].

I.2.4.3. 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 [15]. 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 [17].

I.2.5. 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.2.5.1. Origine botanique

La composition d'une huile essentielle varie selon l'espèce productrice [18].

I.2.5.2. 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 [9].

I.2.5.3. 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 [19].

I.2.5.4. 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 [18].

I.2.5.5. Facteurs génétiques

Les chimiotypes ou races chimiques sont très fréquents chez les plantes à huiles essentielles, et ceci pour une même espèce botanique. Ces races chimiques peuvent fournir de part leur composition, différentes huiles essentielles [19].

I.2.5.6. Influence du procédé d'obtention

La labilité des constituants des huiles essentielles explique que la composition du produit obtenu par hydrodistillation soit, le plus souvent, différente de celle du mélange initialement présent dans les sécréteurs du végétal. En effet, au cours de l'hydrodistillation l'eau et la température peuvent induire l'hydrolyse des esters, mais aussi des réarrangements, des isomérisations, des racémisations et des oxydations [9].

I.2.5.7. Les maladies

Les plantes malades sont caractérisées par une déformation, une chute prématurée des feuilles ainsi que des tâches brunes sur les rameaux. La récolte est alors compromise, la qualité de l'essence dépréciée.

I.2.6. Domaines d'application

La composition chimique des huiles essentielles confère à ces extraits des propriétés odorantes et aromatiques. Ces caractéristiques offrent des débouchés importants dans de nombreux domaines industriels, que ce soit dans l'industrie cosmétique, le secteur de la santé ou l'agro-alimentaire [20].

I.2.6.1. Phytothérapie pharmacologique

C'est un mot d'origine grecque (phyto) qui veut dire plante, et le mot (therapeuein), qui signifie soigner [21]. L'activité thérapeutique d'une huile essentielle est liée à sa structure biochimique, aux groupes fonctionnels de ces principaux composés et à leur action synergétique [22]. Les huiles essentielles ont des usages thérapeutiques en médecine humaine en raison de leurs propriétés, anticancéreuse, anti-inflammatoire, antivirale, antibactérienne et anti oxydante [23].

I.2.6.2. Industrie alimentaire

Dans le domaine agro-alimentaire, les huiles essentielles ou leurs composés actifs pourraient être employés comme agents de protection contre les micro-organismes comme les champignons phyto-pathogènes envahissant les denrées alimentaires [24]. On note aussi leur intégration dans les boissons non alcoolisées, les confiseries, les produits laitiers ou carnés, les soupes [25].

I.2.6.3. Cosmétologie

L'industrie des cosmétiques et le secteur des produits d'hygiène sont également des consommateurs, même si le coût souvent élevé des produits naturels conduit parfois à privilégier, pour les formulations de grande diffusion, les produits synthétiques [9]. Puisque la majorité des cosmétiques contiennent une certaine quantité d'huile essentielle comme élément parfumant, il serait probable que ces essences servent aussi à préserver ces cosmétiques tout en leur assurant une odeur agréable [26]. A la limite de la pharmacie et des produits d'hygiène, on notera la présence des huiles essentielles dans les préparations pour bains. Il y'a là une possibilité d'absorption percutanée des constituants terpéniques [9].

I.2.7. Limites d'utilisation (Toxicité)

La médecine par les fleurs, attachée à ses essences a beaucoup contribué dans la guérison des maladies reconnues dangereuses et mortelles, mais le fait que beaucoup de ces essences, sont délivrées au public en dehors du secteur pharmaceutique a causé pas mal de maladies au même titre que celles qu'elles ont guéries. Ainsi des cétones mono-terpéniques par exemple sont des psychoanaleptiques qui ingérées à trop forte dose déclenchent des crises épileptiques et tétaniformes, des troubles psychiques et sensoriels. L'essence d'hysope a été la cause ces dernières années d'hospitalisation consécutive à des automédications abusives [27].

Les huiles essentielles sont très concentrées en principes actifs, pour un certain nombre d'entre elles, on a pu cerner les propriétés de leurs constituants majoritaires. Les progrès et la recherche chimique se sont alors attachés à renforcer leurs activités dominantes tout en s'efforçant de réduire ou de supprimer leurs actions secondaires. Quelques constituants tels que les alcaloïdes et les hétérosides engendrent souvent des effets violents et parfois difficiles à maîtriser. La phyto-aromathérapie ne saurait être synonyme de « médecine douce » surtout si elle est pratiquée de manière anarchique. Comme le disait Paracelse « Tout est poison, rien n'est poison, seule la dose compte ». Certaines essences peuvent présenter un risque de toxicité si elles sont utilisées en quantité élevée [18].

CHAPITRE II
HUILE ESSENTIELLE DU MYRTE

II.1. Le myrte

II.1.1. Historique

Dans la Grèce antique, le myrte était consacré à Aphrodite, déesse de l'amour, et l'on avait continué de parer les jeunes mariées d'une couronne de feuilles de myrte [28]. De même chez les Romains, il était consacré à Vénus, le myrte était le symbole de victoire, que ce soit au stade ou au sénat, le vainqueur apparaissait coiffé d'une couronne de myrte [29]. Chez les Juifs, cette plante est très importante, ils l'utilisent pour constituer le loulav (ensemble de 4 plantes liées ensemble). Dès le 1^{er} siècle, Dioscoride (médecin grec) indiquait de nombreuses applications médicinales et avait qualifié le myrte d'ami de l'estomac [28]. Aujourd'hui, les feuilles et l'huile essentielle sont utilisées notamment en cas d'affection respiratoire [30].

II.1.2. Définition et description de la plante

Le *Myrtus communis* ou myrte est un arbrisseau à tige ligneuse, sa croissance est lente, ces arbrisseaux peuvent atteindre une longévité de 300 ans [31]. C'est un arbuste toujours vert, de 2 à 3 mètres de hauteur, répandu sur tout le littoral méditerranéen, dans les maquis et les garrigues. Les tiges du myrte sont recouvertes d'une écorce rousse. Ses feuilles ovales opposées deux à deux, sont coriaces et persistantes. Les fleurs blanches, fortement odorantes sont disposées à l'aisselle des feuilles. Le fruit noir bleuâtre à maturité, est ovoïde et charnu. Toutes les parties de la plante contiennent des poches schizogénèses à huile essentielle, responsables de son odeur suave [29]. Nous donnons sur la figure 3, une photo du fruit du myrte.



Figure 3. Photo du *Myrtus Communis* [32].

Les feuilles de *myrtus communis* sont persistantes, opposées deux à deux, très rarement verticillées par trois, oblongues aiguës sans dents ni poils coriaces, luisantes, brièvement pétiolées. Elles sont vert foncé, aromatiques et l'on peut remarquer des poches sécrétrices,

visibles par transparence, elles mesurent généralement 1 à 3 cm de long pour environ 0.5 à 1 cm de large. Les feuilles de myrte sont représentées sur la figure 4.

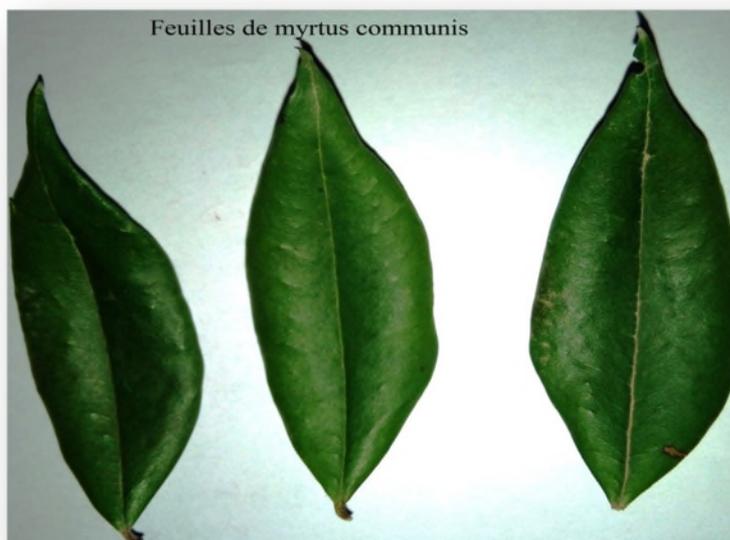


Figure 4. Feuilles du myrtus communis.

II.1.3. Types de myrte

Il existe quatre types de myrte:

- a) **Myrte vert:** C'est la seule espèce endémique de la famille des myrtacées, le myrte vert est un arbuste de 2 à 3 mètres de haut, ses feuilles sont de couleur vert, persistantes et aromatiques [32].
- b) **Myrte rouge:** C'est un petit arbre dont les feuilles sont de couleur rouge, avec un fruit d'une couleur différente de celle du myrte vert, il se trouve généralement en Tunisie, Maroc, Espagne...
- c) **Myrte citronné:** Originaire des forêts côtières de l'est de l'Australie, ses feuilles sont effectivement très odorantes et sentent le citron.
- d) **Myrte commun à pinènes :** C'est une plante très aromatique qui contient des composés mono-terpéniques (α -pinène 55%), ce qui lui confère un très grand pouvoir aromatique [33]. La figure 5 illustre les différents types de myrte.



Figure 5. Les différents types du myrte [34].

II.1.4. Conditions de la récolte

Les plantes médicinales portent à la fois sur les plantes spontanées dites « sauvages » ou de « cueillette » et sur les plantes cultivées. Naturellement la culture doit s'effectuer dans les meilleures conditions possibles, elle varie suivant l'origine, le terrain et les conditions de croissance, et des races chimiques [35]. L'efficacité d'une plante dépend nécessairement de sa récolte (au moment opportun et en place saine) et de sa conservation (dans un lieu sec, à l'abri de la lumière) [36]. Ainsi le choix du moment de la cueillette dépend du rythme naturel de la vie végétale. Ce moment optimal varie, évidemment, selon les espèces de plantes, mais il dépend aussi de la partie de la plante à récolter. En plus, il est toujours préférable de procéder à la récolte par un temps sec et chaud : les plantes mouillées de pluie ou de rosée s'altèrent, moisissent, fermentent, et perdent de toute façon, toute valeur thérapeutique. Le matin est le moment le plus favorable, mais toutefois cueillir aussi le soir, avant la fraîcheur [37].

II.1.5. Nettoyage et séchage de la plante

Les conditions de récolte, de séchage et de stockage ont une action déterminante sur la qualité des drogues végétales, ainsi il vaut mieux cueillir les plantes dans un lieu peu fréquenté car celles destinées à être séchées, ne doivent en aucun cas être lavées. Donc, elles doivent être exemptes d'impuretés telles que terre, poussières, souillure, ainsi que d'infections ou de contamination animale, et ne présenter aucun signe de pourriture ou d'endommagement. L'opération de séchage a pour but d'enlever aux plantes l'eau qu'elles renferment, pour assurer une bonne conservation, afin de favoriser l'inhibition de toute activité enzymatique, éviter la dégradation de certains constituants ainsi que la prolifération bactérienne [38]. L'idéal serait de faire sécher les plantes à l'ombre par temps chaud, dans un endroit vaste et bien ventilé [37].

II.1.6. Stockage et conservation

Il est préférable d'imposer une protection vis-à-vis de la lumière à toutes les plantes, car les feuilles, fleurs ..., se décolorent rapidement à la lumière, d'où une détérioration de leur aspect. En effet, la luminosité peut accélérer de nombreux processus chimiques, et entraîner une dégradation ou une modification des constituants présents. La température constitue un autre paramètre important et il est admis qu'une élévation de la température de 10°C double la vitesse de dégradation. Donc, il est préférable de stocker les plantes dans un endroit bénéficiant d'une température et d'une humidité relative constantes [38].

II.2. Constituants d'une feuille de myrte

Nous donnons dans les tableaux 1 et 2, la composition chimique des feuilles de myrte [32].

Tableau 1. Les différents tanins.

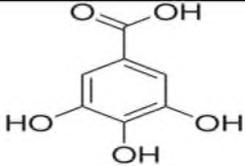
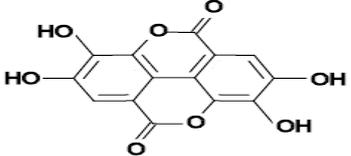
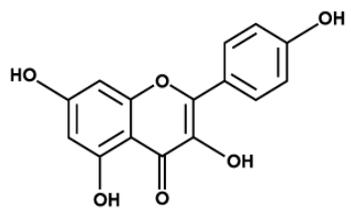
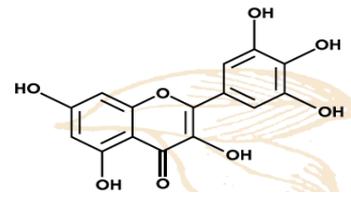
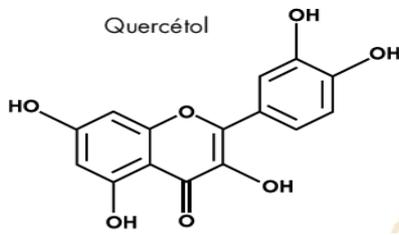
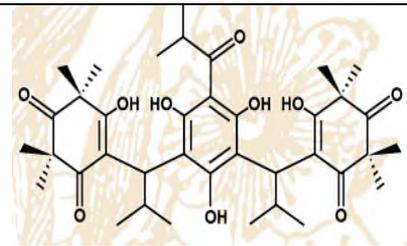
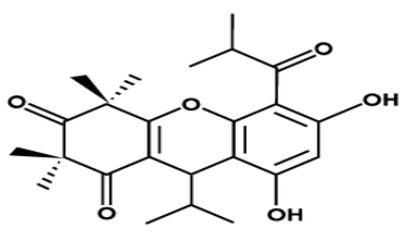
Nom	Description	Formule Brute	Formule développée
Acide gallique	Composé organique aromatique, largement répandu dans les plantes.	$C_7H_6O_5$	
Acide ellagique	Un polyphénol antioxydant présent dans de nombreux fruits et légumes	$C_{14}H_6O_8$	

Tableau 2. Les différents flavonoïdes et phloroglucinol.

Nom	Description	Formule brute	Formule développée
Kaempférol	Est un flavonoïde, c'est un pigment jaune	$C_{15}H_{10}O_6$	
Myricétol	Composé organique de la famille flavonols.	$C_{15}H_{10}O_8$	
Quercétine	C'est un flavonoïde présent dans les plantes comme métabolite secondaire.	$C_{15}H_{10}O_7$	Quercétol 
Myrtucommulone A	C'est un phloroglucinol	$C_{38}H_{52}O_{10}$	
Myrtucommulone B	C'est un phloroglucinol	$C_{24}H_{30}O_6$	

1. Les mono-terpènes : 1-8 cénole, linalol,...
2. Les sesquiterpènes : beta-caryophyllène,...
3. Une faible quantité d'huile essentielle (0.5%).

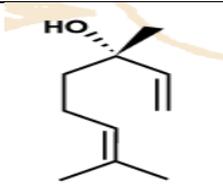
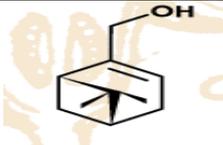
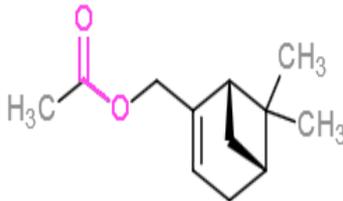
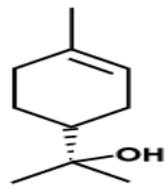
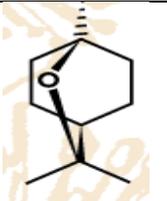
II.3. Huile essentielle du myrte

II.3.1. Principaux composants chimiques

L'huile essentielle de myrte produite tout autour de la méditerranée possède une odeur caractéristique malgré la grande variabilité chimique observée [39].

Ses principaux composants sont regroupés dans le tableau 3:

Tableau 3. Principaux composants chimiques de l'huile de myrte.

Nom	Description	Formule brute	Formule développée
Linalol	Alcool mono-terpénique, insaturé possédant une odeur florale et fraîche	$C_{10}H_{18}O$	 linalol
(+)Myrténol	Alcool mono-terpénique	$C_{10}H_{16}O$	 (+)-myrténol
Acétate de myrtényle	Acétate terpénique	$C_{10}H_{18}O_2$	
α -terpinéol	Alcool mono-terpénique monocyclique insaturé	$C_{10}H_{18}O$	 α -terpinéol
Eucalyptol (1,8-cinéole)	Ester mono-terpénique	$C_{10}H_{18}O$	
(-)- α -pinène	Mono-terpène bi-cyclique	$C_{10}H_{16}$	

II.3.2. Répartition et localisation des huiles dans la plante

Les huiles essentielles peuvent être stockées dans tous les organes végétaux : fleurs, feuilles, fruits. Si tous les organes d'une même espèce peuvent renfermer une huile essentielle, la composition de cette dernière peut varier selon la localisation [9]. Le myrte commun possède des feuilles persistantes, opposées deux à deux, coriaces, de forme ovale, elles mesurent entre 20 à

24 mm de long et de 4 à 11mm de large. Chaque feuille possède un grand nombre de cavités sécrétoires, 400 à 1700 par feuille, sont situées sur l'épiderme des feuilles de myrtus communis. L'huile essentielle est recueillie dans ces cavités sécrétoires. Lorsque la feuille a été observée par le Microscopie Electronique à Balayage (MEB), des gouttelettes de la substance sécrétée ont été observées sur la surface de la feuille.

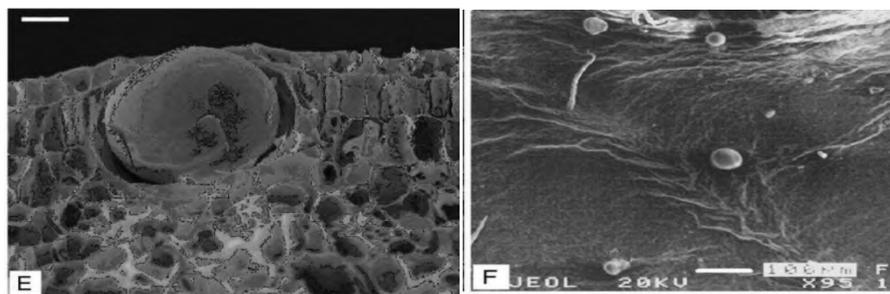


Figure 6. « E » la cavité sécrétoire (20 μ m), « F » vue sur la surface d'une feuille de myrte (100 μ m) [40].

II.4. Utilisations du myrte et son effet thérapeutique

II.4.1. Usage traditionnel

Dès le 1^{er} siècle, Dioscoride et Pline décrivaient de nombreuses applications médicinales basées sur l'action antiseptique du myrte. Le myrte, par ses qualités d'expectorant, était indiqué contre les affections du système respiratoire telles que l'emphysème ou la bronchite. Diverses décoctions de myrte étaient prescrites dans le traitement d'ulcères et de douleurs gastriques. Les diarrhées étaient aussi traitées par l'utilisation de décoctions de fleurs de myrte. Le myrte est indiqué en tant qu'antiseptique **urinaire**. La médecine populaire l'emploie aussi contre la leucorrhée, les troubles du système nerveux, l'épilepsie et les maladies du foie. Les propriétés astringentes du myrte sont utilisées contre diverses affections cutanées et notamment le psoriasis [41].

II.4.2. Effet thérapeutique

II.4.2.1. Propriétés astringentes

Le myrte est riche en tanins; il leur doit ses propriétés astringentes. Ce type d'extrait est utilisé dans le traitement de diverses affections cutanées, notamment le psoriasis.

II.4.2.2. Activité antiseptique

L'huile essentielle, par l'intermédiaire de l'eucalyptol et du myrténol, a une action spécifique sur les voies respiratoires. Les tanins participent également à cette action antiseptique.

II.4.2.3. Activité antibiotique

Les terpènes de l'huile essentielle que sont l'eucalyptol et le myrténol, ainsi que les myrtucommulones A et B ont une action antibiotique sur les bactéries Gram (+) et Gram (-). La myrtucommulone A est active à de très faibles doses (01µg/mL). Elle a une action sur les germes Gram (+) aussi efficace que la pénicilline et la streptomycine. Les tanins dérivés des acides galliques et ellagique joueraient un rôle dans l'activité antibactérienne.

II.4.2.3. Activité parasiticide

L'huile essentielle de myrte est active sur le pou de tête (*pediculus humanus capitis*) et sur sa larve (lente). L'effet toxique est principalement dû au cinéole, à l'α-pinène et au linalol [42].

CHAPITRE III

TECHNIQUES D'EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES

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

III.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 [18]. La distillation reste la méthode la plus utilisée pour l'obtention des composés d'arôme [43]. La plupart des huiles essentielles sont obtenues par distillation, à l'exception des huiles essentielles d'hespéridés (citron, orange, ...).

La vapeur pénètre les tissus de la plante et vaporise toutes les substances volatiles, une quantité suffisante de vapeur permet largement l'isolement des essences de la plante. Il existe trois modes de distillation (hydrodistillation, vapodistillation, distillation à vapeur directe) [9]. Les techniques d'extraction des huiles essentielles par hydrodistillation se sont avérées efficaces pour l'isolement d'huiles essentielles [44].

III.1.1. Hydrodistillation

A. Description de la méthode

L'hydrodistillation est une méthode d'extraction dont le rôle est d'entraîner les composés volatils des produits naturels avec la vapeur d'eau. Ce procédé est aussi appelé « entraînement à la vapeur ». Selon l'étymologie du mot, composé de hydro en grec « eau » et de distillation qui vient du latin stilla, « goutte » et de distillare (latin savant), « tomber goutte à goutte », il semble donc que cette technique soit très ancienne. On a en effet retrouvé des traces de son existence dès l'antiquité, car on pense que les perses l'auraient découverte pour fabriquer l'eau de rose.

B. Principe

Le principe de l'hydrodistillation correspond à une distillation hétérogène. Le procédé consiste à immerger la matière première (végétale) dans un bain d'eau ensuite la porter à ébullition généralement à pression atmosphérique. 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 azéotropique. La distillation peut s'effectuer avec ou sans recyclage (cohobage) de la phase aqueuse obtenue lors de la décantation. La durée d'une hydrodistillation peut considérablement varier, peut atteindre plusieurs heures selon le matériel utilisé et la matière végétale à traiter. Nous représentons sur la figure 7, le schéma de l'hydrodistillation.

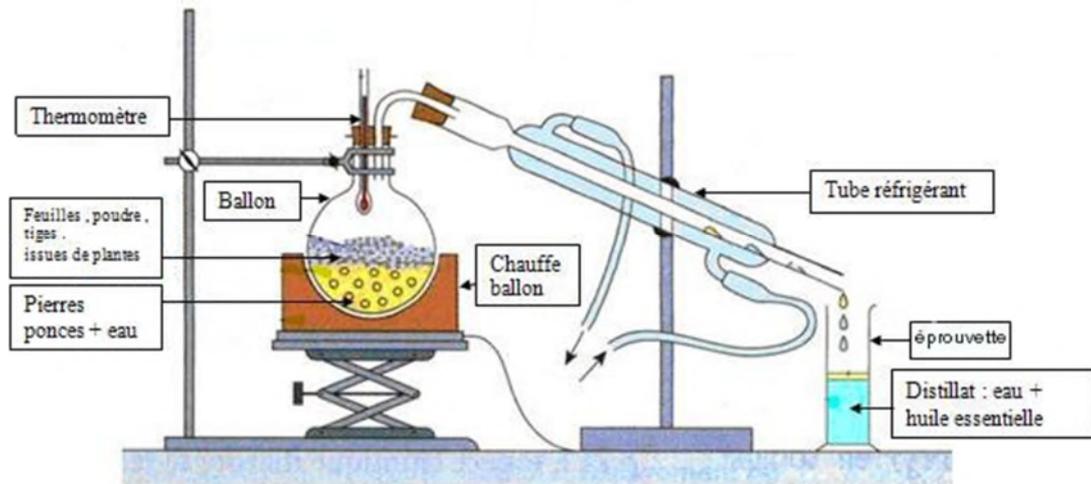


Figure 7. Schéma simplifié d'un montage d'hydrodistillation [45].

C. Avantages et inconvénients de la méthode

L'hydrodistillation permet à certains composés de s'hydrolyser facilement, le cas des esters et des d'alcools tertiaires [46]. Cette technique présente plusieurs avantages :

- Le solvant utilisé est l'eau (technique économique) ;
- Les températures nécessaires à la mise en œuvre de cette technique se situent autour de 100 °C, de quoi protéger notre huile de la destruction par voie thermique;
- Le temps de manipulation est minimal par rapport aux autres méthodes d'extraction;
- L'alambic utilisé permet un mouvement suffisamment libre de la plante dans l'eau, ceci contribue à augmenter la surface de contact entre l'eau et la plante;
- La simplicité de l'alambic utilisé et le faible coût et aussi la facilité de l'installation.

Les inconvénients de cette méthode sont les suivants :

- La quantité d'énergie importante qu'elle nécessite ;
- L'impossibilité d'automatisation et sa nature non quantitative.
- Le risque de pertes des composés thermolabiles [47].

III.1.2. Vapo-distillation (entraînement à la vapeur d'eau)

La matière végétale, dans ce cas se trouve supportée 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 [43]. Les particules de la 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 où la température diminue, provoquant le détachement des molécules huileuses des particules de vapeur, qui se condensent 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 aromatique et l'on obtient ainsi l'huile essentielle pure [13]. Nous représentons sur la figure 8, le schéma d'une vapo-distillation

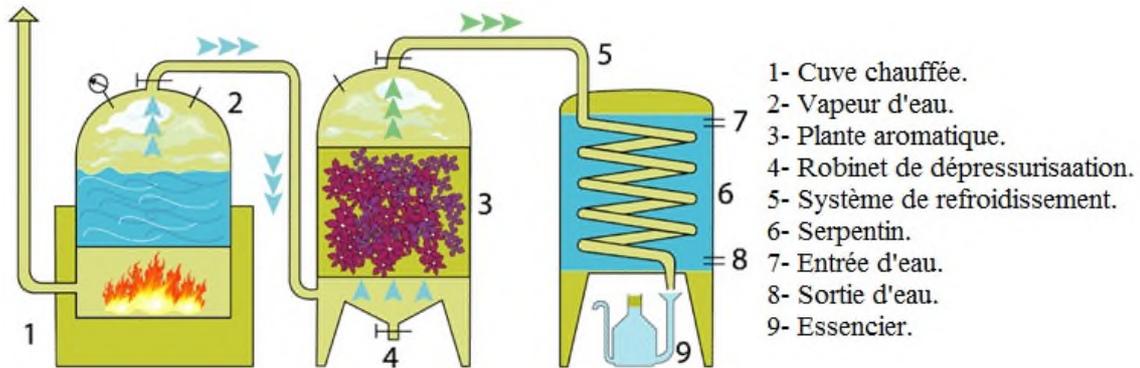


Figure 8. Schéma simplifié d'un montage de vapo-distillation.

III.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 [48]. 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 limitante pendant l'extraction. Le schéma du montage soxhlet est représenté sur la figure 9.

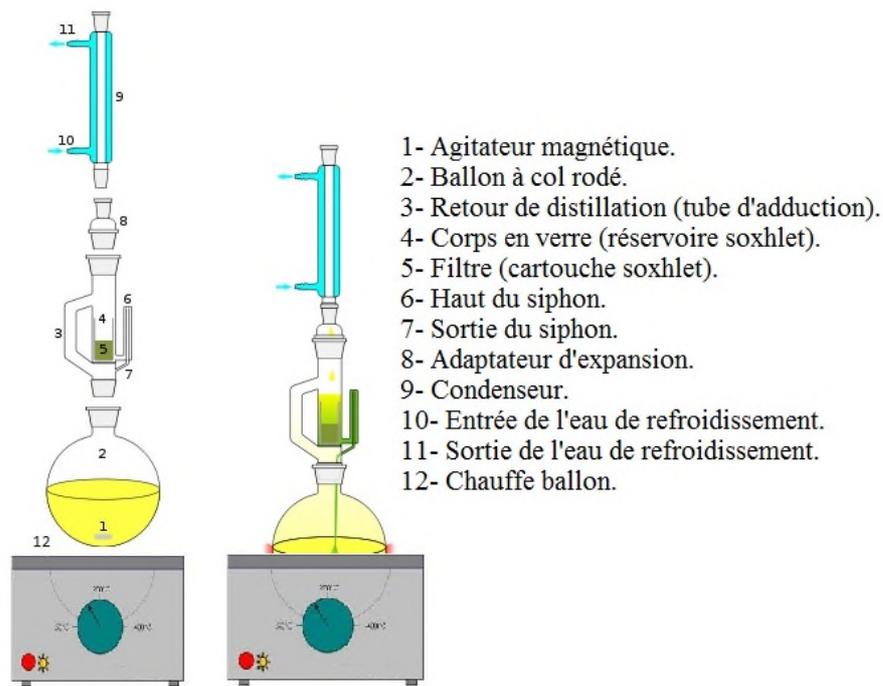


Figure 9. Schéma d'un montage Soxhlet [49].

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 [50] ;
- 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 [51].

III.3. Macération

A. Description de la méthode

La macération est un procédé qui consiste à laisser séjourner un solide dans un liquide froid pour en extraire les composés solubles, ou bien pour qu'il absorbe ce liquide afin d'en obtenir le parfum ou la saveur, pour le conserver ou pour qu'il s'y décompose [52].

La macération peut se faire dans une solution alcoolique (macération alcoolique), de l'eau, de l'huile...

B. Principe :

La macération est un procédé d'extraction solide-liquide discontinu qui consiste à laisser tremper le solide dans un solvant à température ambiante, à chaud ou à l'ébullition pour en extraire les constituants solubles. La matière végétale est mise dans un bécher, rempli d'un solvant organique, où l'eau est sous agitation pendant 3 heures, pour bien macérer. Après filtration, le résidu peut être remis dans le récipient d'extraction avec une nouvelle portion de solvant, le processus est répété plusieurs fois au besoin. Lorsque la macération est effectuée dans l'eau, l'isolement du composé nécessite l'extraction de la phase aqueuse par un solvant organique. Le schéma du montage de macération est représenté sur la figure 10.

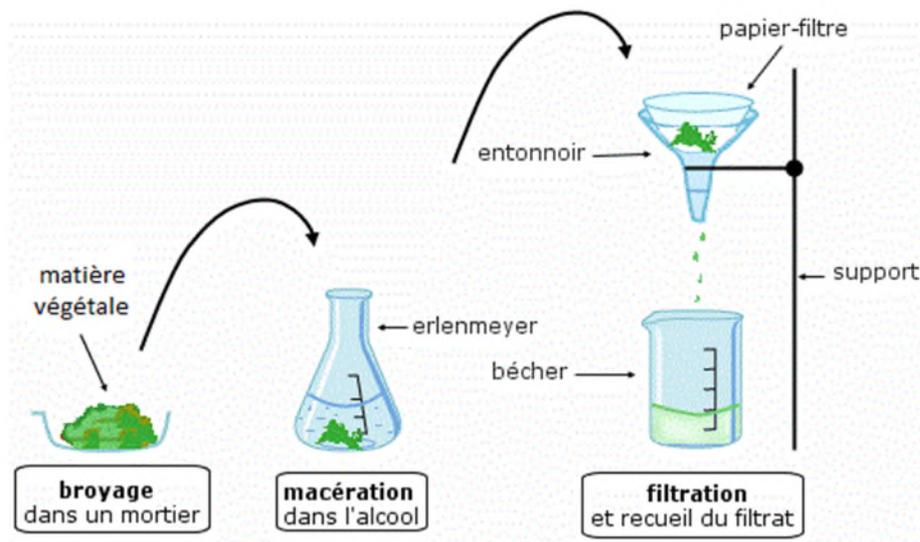


Figure 10. Schéma d'un montage de macération [53].

C. Avantages

- Son avantage est d'utiliser de petites quantités de solvant, ce qui est avantageux ;
- Le procédé d'extraction se fait à froid ce qui évite toute dégradation de l'huile essentielle sous effet de la température ;
- Il ne nécessite pas de montage bien précis ou bien compliqué ;
- Les solvants utilisés sont disponibles ;
- Il vient en seconde position en ce qui concerne le taux de rendement [54].

III.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 [18]. 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 [55].

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 hydrolysante 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 [46].

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 [55]. 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 [56].

II.4.4. Extraction à l'eau surchauffée

Ce procédé utilise les propriétés de l'eau, qui dans sa phase subcritique 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 [57].

III.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.

III.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 [18].

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 [57]. 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 [18].

III.7. Facteurs influençant l'extraction

III.7.1. Matière végétale

- **Choix des plantes**

Seules les plantes saines de l'espèce recherchée doivent être récoltées.

- **Mode de cueillette**

On peut cueillir les fleurs, feuilles, bourgeons et petites baies en les arrachant simplement de la plante à la main, puis on récolte les tiges, les racines et écorces de préférence avec un petit couteau ou un sécateur. Cette méthode est plus écologique et permet d'obtenir des huiles essentielles de meilleure qualité.

- **Provenance (région d'origine)**

Le sol dans lequel pousse la plante et le climat qui règne dans une région donnée déterminent et différencient en grande partie la qualité de l'essence que produit cette région par rapport à l'essence de la même plante provenant d'une autre région.

- **Stade végétatif**

La récolte doit avoir lieu pendant le stade végétatif, quand la plante est plus riche en essence. Ce moment varie d'une plante à une autre.

- **Période de la journée**

La qualité de l'essence d'une plante varie en fonction de la période de la journée où elle est récoltée. C'est dès l'aube, lorsque la rosée s'évapore, que la concentration des huiles essentielles est la plus élevée dans les plantes, car les gouttelettes de rosée empêchent encore l'évaporation des huiles. A défaut, on peut récolter en fin d'après-midi ou en début de soirée, au moment où les plantes exhalent le moins leur parfum.

- **Partie de la plante distillée**

Les diverses parties d'une même plante (fleur, feuille, tige, écorce, racine, etc.) peuvent produire des essences différentes [58].

III.7.2. Nature et état du solide et du soluté

La nature et l'état physique du soluté ont une importance primordiale et déterminent le mécanisme de transfert de matière. Le soluté contenu dans ces corps est soit un solide, soit un liquide, stable ou non à la chaleur ou à l'atmosphère. Il est réparti uniformément en des teneurs

variables dans le solide. Si le soluté est dispersé uniformément dans le solide, les parties superficielles sont dissoutes en laissant derrière elles un solide poreux. Le solvant doit ensuite pénétrer cette couche extérieure avant d'atteindre le soluté situé en profondeur. Le chemin du solvant est rendu de plus en plus difficile, traduisant ainsi une diminution de la vitesse superficielle. Lorsque la teneur en soluté est importante dans le solide, la structure poreuse peut être détruite par broyage. La dissolution ultérieure du soluté devient plus facile [59].

III.7.3. Nature, concentration et volume du solvant

Le choix du ou des solvants est très important. Il doit être d'une grande pureté et avoir un faible point d'ébullition pour pouvoir être éliminé facilement en limitant la perte de composés volatils. Il ne doit pas interférer avec la méthode d'analyse utilisée. Il doit pouvoir extraire les composés polaires et apolaires ou bien être sélectif. Le choix est fonction de la matrice et des composés à étudier. Il faut tenir compte de la polarité des composés, de leurs températures d'ébullition et de la miscibilité avec les autres solvants [60].

III.7.4. Méthode, durée, température et pression

La réduction de la pression de marche provoque un abaissement des températures d'ébullition et de condensation. Inversement, toute augmentation de pression entraîne une élévation de ces températures, ce qui permet l'accroissement de la solubilité et de la diffusivité du soluté et la diminution de la viscosité. Elle doit être limitée pour éviter les risques d'extraction des composés nuisibles et la dégradation thermique du soluté [61].

La durée de l'extraction (longue ou prolongée) permet de recueillir l'ensemble des fractions «de tête» et «de queue» dans le cas de la distillation. Elle dépend du procédé d'extraction utilisé et de l'objectif de l'extraction.

III.8. Contrôle et conservation des huiles essentielles

III.8.1. Conservation

Les huiles essentielles sont des substances très délicates, qui s'altèrent facilement, ce qui rend leur conservation difficile. Les risques de dégradation sont multiples : photo-isomérisation, photo-cyclisation, coupure oxydative des propényl-phénols, peroxydation des carbures et décomposition en cétones et alcools (limonène) [13]. Ces dégradations peuvent modifier leurs propriétés si elles ne sont pas enfermées dans des flacons propres et secs en aluminium, en acier inoxydable ou en verre teinté ou ombré et à l'abri de la lumière et de la chaleur [62].

III.8.2. Contrôle

Les huiles essentielles, objets de transactions commerciales souvent importantes en valeur monétaire, doivent répondre à des normes déterminant des critères chimiques, physiques et des variations tolérées. La pharmacopée française énonce, pour les huiles essentielles qui y figurent, un certain nombre de contrôle à effectuer. Les examens pratiqués portent sur :

- Les caractères organoleptiques : aspect, odeur, couleur et gout ;
- Les caractères physiques : densité, indice de réfraction, déviation polarimétrique, solubilité dans l'éthanol, point de congélation ;
- Certaines caractéristiques chimiques: indice d'acide, indice d'ester ...

La connaissance de la composition d'un seul lot d'huile essentielle ne saurait définir celle-ci. En effet, leur qualité varie selon le moment de la cueillette, le type de terrain, le procédé d'extraction et les conditions de conservation,...

PARTIE II
PARTIE PRATIQUE

CHAPITRE I

METHODES D'EXTRACTION ET DE

CARACTERISATION DES HUILES ESSENTIELLES

Dans ce chapitre, nous proposons d'aborder les différents aspects pratiques de notre étude, à savoir la méthodologie employée pour l'extraction et la caractérisation des huiles essentielles extraites du myrte.

I.1. Matériel et produits chimiques utilisés

L'extraction des huiles essentielles du myrte en vue d'une caractérisation a nécessité l'utilisation du matériel et produits chimiques suivants:

- **Tamiseuse** : L'opération de tamisage a été réalisée à l'aide d'une tamiseuse de marque RETSCH équipée d'une série de tamis de différentes dimensions. La durée du tamisage est de dix minutes.
- **Centrifugeuse** : La séparation du mélange (adsorbat - adsorbant) a été réalisée à l'aide d'une centrifugeuse de marque HETTICH ZENTRIFUGEN EBA20. La vitesse de centrifugation a été fixée à 6000 trs/min pendant 5 minutes.
- **Balance** : Toutes les pesées ont été réalisées sur une balance analytique de marque SCALTEC SBC32, de précision égale à ± 0.0001 g.
- **Plaque chauffante** : La température et la vitesse d'agitation ont été contrôlées à l'aide d'une plaque chauffante de marque SI Analytics GmbH.
- **Chauffe ballon** : Il a été utilisé dans le procédé d'hydrodistillation, il permet le chauffage d'eau, il est de marque Electromantle MV.
- **Spectrophotomètre UV-Visible** : Les absorbances des solutions d'huile essentielle, ont été mesurées par un spectrophotomètre UV-Visible à double-faisceau de marque SHIMADZU équipé d'un écran pour la lecture directe de la densité optique A ou de la transmittance T.
- **Etuve** : permet le séchage de notre plante, elle est de marque Memmert.
- **Spectrophotomètre infrarouge** : Les spectres IR de nos échantillons ont été enregistrés par un spectrophotomètre IR à technique ATR de marque Agilent Technologie Cary 630.
- **pH-mètre** : La mesure du pH et la lecture de la température, ont été effectuées à l'aide d'un pH mètre à affichage numérique de marque HANNA instruments, muni d'une électrode combinée, l'une en verre pour la mesure du pH et l'autre en acier pour la lecture de la température. L'appareil est préalablement étalonné avant chaque utilisation avec des solutions tampons de pH 4,7 et 9.
- **Rotavapor** : Utilisé afin de distiller rapidement les solvants et éviter les contaminations, il est de marque Rotavapor R II.

Nous donnons dans le tableau 04 quelques caractéristiques des produits chimiques utilisés.

Tableau 04: Caractéristiques des produits chimiques utilisés.

Produit chimique	Formule chimique	Masse molaire (g/mol)	Pureté (%)	Marque
Amidon	$(C_6H_{10}O_5)_n$	Si n=1 M=162	-	BIOCHEM
Iodure de potassium	KI	166,0028	99%	SIGMA-ALDRICH
Phénolphthaléine	$C_{20}H_{14}O_4$	318.3228	-	BIOCHEM
Hydroxyde de potassium	KOH	56.11	-	BIOCHEM
Ethanol	C_2H_5OH	46.068	96	SIGMA-ALDRICH
Cyclohexane	C_6H_{12}	84,16	99,8	SIGMA-ALDRICH
Chloroforme	$CHCl_3$	119,38	99-99,4	SIGMA-ALDRICH
Acide acétique	CH_3COOH	60,05	99-100	SIGMA-ALDRICH
Thiosulfate de sodium	$Na_2S_2O_3$	158,11	99	LABOSI
Ether di-éthylique	$(C_2H_5)_2O$	74,12	99,5	SIGMA-ALDRICH
Hexane	C_6H_{14}	86,18	-	BIOCHEM
Acide Chlorhydrique	HCl	36,460	36,5-38	SIGMA-ALDRICH
Di-chlorure de calcium	$CaCl_2$	110,98	-	SIGMA-ALDRICH

I.2. Présentation de la plante utilisée

Dans le cadre de notre étude, nous nous sommes intéressés à l'extraction et à la caractérisation des huiles essentielles extraites du myrte vert sauvage (*Myrtus Communis*), vu leurs effets thérapeutiques et leur efficacité prouvée dans les divers domaines d'utilisation (pharmacologie, cosmétologie, agro-alimentaire,...). Nos échantillons ont été récoltés au niveau de la forêt du village Cheurfa, commune Taourirt Ighil à 48,2 km du chef-lieu de la wilaya de Béjaïa. La forêt se trouve à une altitude de 750 mètres, ce qui donne un climat favorable pour la croissance de cette plante qui peut atteindre 02 mètres de hauteur. Elle est sempervirente, ses feuilles sont opposées deux à deux, d'une taille moyenne et fortement odorantes. Nos échantillons ont été cueillis le 14/03/2017 à 18h15min. Nous avons récolté la plante avec les tiges, avons enlevé soigneusement les feuilles, les quelles ont été nettoyées à l'aide d'un chiffon, afin d'éliminer toute trace de contamination. Nous avons également préparé des échantillons secs de myrte par exposition de la matière végétale fraîche, soit au soleil pendant 2 à 3 jours, ou par étuvage pendant 4 à 5 heures, à une température qui ne dépasse pas 55°C.

I.3. Méthodes d'extraction

La diversité et la complexité des huiles essentielles rendent le choix des processus d'obtention délicat. La méthode choisie ne doit pas conduire à la discrimination entre les composés polaires et apolaires, ni induire des réactions biochimiques, dégradation thermique, changement de pH... [62].

Dans cette étude nous avons utilisé trois différentes techniques d'extraction (l'hydrodistillation, le soxhlet et la macération). Nous nous sommes intéressés à l'influence de plusieurs paramètres (durée de l'extraction, température du milieu réactionnel, la masse et la granulométrie de la matière végétale), sur le rendement en concrète et en huile essentielle.

I.3.1. L'Hydrodistillation

C'est l'une des méthodes les plus utilisées, elle permet d'isoler les huiles essentielles à l'état pur.

a) Mode opératoire

Pour une extraction par hydrodistillation, nous avons adopté le mode opératoire suivant :

- Nous avons introduit dans un ballon bi-col à fond rond de 500 mL, muni d'un réfrigérant, une masse de matière végétale (fraîche ou sèche), nous avons ajouté 400 mL d'eau de source (Bir Essalam, Kendira Béjaïa), deux à trois pierres ponce pour homogénéiser la température. L'ensemble est placé dans un chauffe ballon à 100°C pendant deux heures. Le distillat obtenu est introduit dans une ampoule à décanter afin de subir les traitements suivants:

A) Relargage : Nous avons ajouté 5g de NaCl et soumis le distillat à une agitation pendant deux minutes.

B) Extraction liquide-liquide (par solvant): Nous rajoutons 05 mL de cyclohexane. Après agitation pendant deux minutes, Ensuite l'huile essentielle et le cyclohexane sont introduits dans un bécher après séparation des deux phases (phase organique et phase aqueuse (une décantation)). Le solvant est éliminé par une simple distillation, ou par une distillation sous vide (rotavapor) pour éviter les pertes.

C) Séchage: Le séchage se fait par ajout d'un gramme d'un desséchant (CaCl_2). On laisse le mélange sécher pendant 24 heures, puis l'huile est récupérée dans des flacons en verre ambré. de 30 mL.

I.3.1.1. Effet du temps

Dans cette étude, nous avons fait varié, le temps d'extraction et la nature de la matière végétale (sèche ou fraîche), afin de voir l'influence de ces paramètres sur le rendement en

concrète et en huile essentielle. Pour cela nous avons travaillé avec des temps allant de 60 à 180 minutes, avec une incrémentation de 30 minutes et une masse de matière végétale de 60g.

I.3.1.2. Effet de la température

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés à l'influence de la température sur le temps d'extraction. Pour cela, nous avons fait varier la température de 100 à 250°C avec un pas de 50°C. Le temps d'extraction est de deux heures et la matière végétale utilisée est sèche avec une masse de 60g.

I.3.1.3. Effet de la masse de la matière végétale

Nous avons étudié dans cette partie l'influence de la masse de la matière végétale sèche sur le rendement en huile essentielle. Nous avons donc fait varier la masse du myrte de 20 à 60g avec un pas de 10g. Le temps d'extraction et la température du milieu réactionnel, ont été fixés respectivement à 2 heures et 150°C.

I.3.1.4. Effet de la granulométrie

Le but de cette étude est de déterminer l'effet de la granulométrie du myrte sur le rendement en huile essentielle. Nous avons d'abord séché à l'étuve à 45°C, et broyé les feuilles de myrte à l'aide d'un pilon et un mortier, puis nous avons procédé au tamisage en utilisant une série de tamis de différentes dimensions (3,15, 2, 1,4, 1 et 0.5) mm, puis nous avons réalisé une hydrodistillation pendant 2 heures pour chaque fraction à la température de 150°C et une masse de matière végétale de 60g en variant à chaque fois la granulométrie.

I.3.2. Extraction au Soxhlet

L'extraction par l'appareil soxhlet, est une méthode simple qui permet d'effectuer une extraction solide-liquide avec une grande efficacité.

Dans le cadre de notre travail, nous avons étudié, l'effet de l'état de la plante (sèche ou fraîche et de la nature du solvant (éthanol, acétone ou hexane) sur le rendement en huile essentielle et pour cela nous avons adopté le mode opératoire suivant :

I.3.2.1.Extraction

Nous avons introduit dans un ballon de 500ml à fond plat, 200mL de solvant d'extraction. D'autre part, nous avons pesé 15g de matière végétale, que nous avons enveloppé

dans des cartouches en cellulose (papier filtre endurci sous forme d'une cartouche), que l'on a mis dans l'extracteur. Une fois le système de réfrigération et de chauffage sont mis en marche, nous observons des vapeurs de solvant qui se condensent au niveau de réfrigèrent puis tombent goutte à goutte sur la cartouche. Au bout d'un certain temps, le solvant entame son extraction et forme un cycle fermé d'extraction que nous pouvons décomposer en plusieurs étapes: [ébullition, vaporisation, condensation, extraction]. Lorsque le solvant d'extraction atteint le niveau supérieur du siphon, le siphon s'amorce et la solution retombe dans le ballon à travers le tube de siphonage et se concentre. Pour cela, nous avons réalisé plusieurs siphonages (six).

Après refroidissement, nous avons enlevé la cartouche et récupéré la concrète que nous avons mis dans le rotavapor pour la séparation du solvant de la concrète laquelle a été pesée.

I.3.2.1. Traitement de la concrète

La concrète ainsi obtenue contient des cires végétales qui sont éliminées par traitement à l'éthanol. Pour cela, nous l'avons pesée, puis nous lui avons rajouté 04 fois sa masse d'alcool et avons laissé le mélange reposer pendant 10 minutes et filtré sous vide. Le filtrat est ensuite mis dans de l'eau glacée à 0°C pendant 3 heures, puis remis encore une autre fois dans le rotavapor pour éliminer complètement le solvant utilisé. L'échantillon obtenu est centrifugé à une vitesse de 6000 tours/min pendant 05 minutes, le distillat est pesé afin de déterminer le rendement en absolue.

I.3.3. Macération

Dans notre étude, nous avons réalisé des macérations à froid avec de l'éthanol en changeant la nature du myrte (sec ou frais).

a) Mode opératoire

Nous avons mélangé dans un bécher de 500 mL, 30g de matière végétale sèche et 400 mL d'éthanol. L'ensemble est soumis à une agitation pendant 20 minutes à température ambiante 20°C, puis nous avons laissé macérer pendant 24h. Ensuite nous avons filtré la solution à l'aide d'un papier filtre, puis nous l'avons distillée par le rotavapor pour obtenir la concrète qui est traitée par la suite de la même manière que celle par extraction au soxhlet.

I.4. Calcul du rendement

Le rendement est calculé en appliquant les formules 1 et 2.

• Pour la concrète

$$RD(\%) = \frac{\text{Masse de la concrète (g)}}{\text{Masse de la matière végétale (g)}} \times 100 \quad (1)$$

• **Pour l'absolue**

$$RD(\%) = \frac{\text{Masse de l'absolue(g)}}{\text{Masse de la matière végétale (g)}} \times 100 \quad (2)$$

I.5. Méthodes de caractérisation

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés à la caractérisation physico-chimique et spectrale de notre huile et de la plante, dans le but de contrôler la qualité de notre huile.

I.5.1. Paramètres organoleptiques

L'évaluation des propriétés organoleptiques constitue généralement une partie des études visant à analyser les facteurs qui affectent la qualité de l'huile essentielle. Dans cette étude, nous nous sommes basés sur deux paramètres essentiels qui sont l'aspect et l'odeur.

I.5.2. Analyses physiques

Les paramètres physico-chimiques étudiés sont :

I.5.2.1. La densité

La densité est une constante physique intrinsèque des corps liquides, gaz, ou solides. Pour les huiles essentielles, sa mesure représente un paramètre principal permettant de mieux la caractériser. Elle est mesurée à l'aide d'un pycnomètre, la relation de la densité pour les liquides purs est exprimée à 20°C dans l'équation 3 :

$$d_{20} = \frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0} \quad (3)$$

d_{20} : Densité à 20°C ;

M_0 : Masse du pycnomètre vide (g);

M_1 : Masse du pycnomètre rempli avec de l'eau distillée (g) ;

M_2 : Masse du pycnomètre rempli d'huile (g).

a) Mode opératoire

Après avoir nettoyé le tube du densimètre avec de l'eau distillée, nous l'avons plongé dans la solution d'huile essentielle. Les valeurs de la densité et de la température sont affichées sur

l'écran du densimètre. La photo du densimètre électronique utilisé est représentée sur la figure 11.



Figure 11. Densimètre électronique.

I.5.2.2. Pouvoir rotatoire

Le pouvoir rotatoire est une caractéristique importante de la pureté des huiles essentielles. Il permet d'indiquer si elles possèdent une activité optique d'extrogyre (+) ou lévogyre (-) [64]. Il est calculé selon l'équation 4.

$$[\alpha]_d^{20} = \frac{\alpha}{L \times [C]} \quad (4)$$

Où :

$[\alpha]_d^{20}$: Pouvoir rotatoire ;

α : Degré d'angle (lu sur l'appareil) ;

L : Longueur du tube du polarimètre ;

[C] : Concentration de l'huile essentielle (g/100 mL).

a) Mode opératoire

Pour la détermination du pouvoir rotatoire nous avons utilisé un polarimètre. Pour cela nous avons rempli la cellule de l'appareil avec 1g d'huile et 24 mL d'éthanol. L'angle de rotation est lu directement après apparition d'une image claire. Nous représentons sur la figure 12, le polarimètre utilisé.



Figure 12. Polarimètre.

I.5.2.3. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est le rapport entre les sinus de l'angle d'incidence de longueur d'onde déterminée [65,66].L'indice de réfraction d'un milieu déterminé pour une radiation monochromatique est égal au rapport suivant :

$$\eta = \frac{\sin i}{\sin r} \tag{5}$$

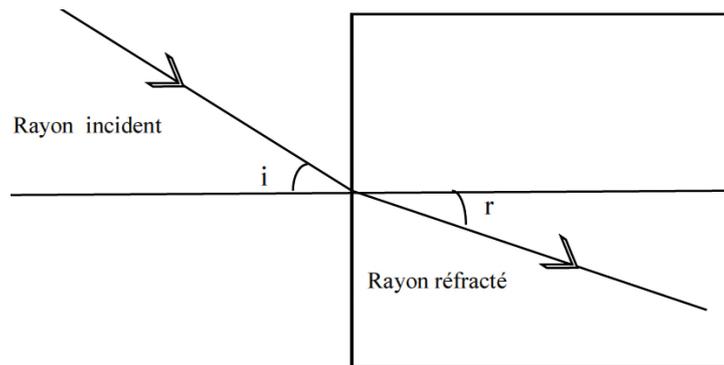


Figure 13. Diffraction d'un faisceau monochromatique.

a) Mode opératoire

Le réfractomètre dispose d'une lame en verre sur laquelle l'échantillon est déposé. L'appareil a d'abord été ajusté avec de l'eau distillée, puis séché. On place ensuite une goutte d'huile essentielle sur le prisme du réfractomètre et on effectue la mesure. L'indice de réfraction final est donné par la l'équation 6.

$$[n]_D^{t'} = n_D^t + 0.0004 [t' - t] \tag{6}$$

n_D^t : Indice de réfraction de référence ;

$[n]_D^{t'}$: Indice de réfraction mesuré ;

t : Température (20°C) ;

t' : Température au moment de la mesure.

Le réfractomètre utilisé est représenté sur la figure 14.



Figure 14. Réfractomètre.

I.5.2.4. Viscosité

La viscosité d'un fluide est la résistance à l'écoulement uniforme [67]. Elle se mesure avec un viscosimètre capillaire. Elle est déterminée selon l'équation 7 :

$$\mu_2 = \frac{\rho_1 \times t_2}{\rho_2 \times t_1} \times \mu_1 \quad (7)$$

Avec :

- ρ_1 : Masse volumique de l'eau ;
- ρ_2 : Masse volumique de l'huile ;
- t_2 : Temps d'écoulement de l'huile ;
- t_1 : Temps d'écoulement de l'eau ;
- μ_2 : Viscosité d'huile (Pa.s);
- μ_1 : Viscosité de l'eau (Pa.s).

Nous donnons sur la figure 15, une photo du viscosimètre utilisé.

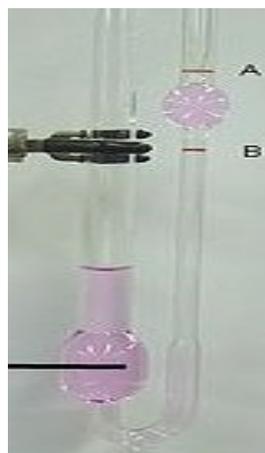


Figure 15. Viscosimètre d'Ostwald.

a) Mode opératoire

Après avoir lavé et séché le viscosimètre, nous avons mis à l'intérieur de l'eau distillée et avec une poire, nous avons aspiré l'eau jusqu'au remplissage de l'ampoule de A à B puis détaché la poire et noté le temps d'écoulement de cette eau (t_1). Nous avons adopté le même mode opératoire pour déterminer le temps d'écoulement de l'huile (t_2), après avoir lavé le viscosimètre avec du chloroforme et séché.

I.5.3. Analyses chimiques

I.5.3.1. pH (potentiel hydrogène)

Le pH mesure l'activité chimique des ions H^+ en solution, plus couramment, le pH mesure l'acidité ou la basicité d'une solution, ce paramètre est très important pour déterminer la qualité de notre huile [63].

$$pH = -\log[H_3O^+] \quad (8)$$

I.5.3.2. Indice d'acide

C'est la masse en mg de KOH nécessaire pour la neutralisation des acides libres contenus dans 1g d'huile essentielle. La teneur en acides libres des corps gras augmente avec le temps, l'indice d'acide permet donc de juger de leur état de détérioration [63].



Cet indice est calculé selon l'équation 10:

$$I_A = \frac{V \times \frac{M}{m}}{100} \quad \text{mg KOH/1g d'huile} \quad (10)$$

Avec :

V : Volume de KOH (0,01N) versé (mL) ;

M : Masse molaire de KOH (g/mol) ;

m : Masse d'huile essentielle (g).

I.5.3.3. Pourcentage d'Acidité (%)

L'acidité d'une huile est calculée selon l'équation 11 :

$$A (\%) = \frac{N \times M \times V \times 100}{m \times 1000} \quad (11)$$

a) Mode opératoire

Nous avons pesé 1g d'huile à laquelle, nous avons ajouté 25mL d'un mélange à volume égal d'éthanol et d'oxyde di-éthylique. Nous avons titré énergétiquement avec la solution de KOH (0.01N) en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré. Nous avons noté au premier point de virage le volume de KOH versé.

I.5.3.4. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde (IP), est la masse en microgrammes d'oxygène actif pour un gramme de matière grasse [69]. Il permet d'apprécier le degré d'oxydation d'une huile. Il permet de suivre son état de conservation ou état d'avancement de l'oxydation [70].

Il est déterminé par la relation 12 :

$$I_P = \frac{(V_2 - V_1) \times N \times 1000}{m} \quad \text{még O}_2/\text{Kg d'huile} \quad (12)$$

Avec :

V₂ : Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc (mL) ;

V₁ : Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé (mL) ;

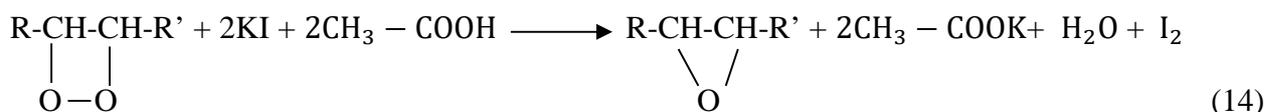
N : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisé (éq/L) ;

m : Masse de la prise d'essai (g).

- Réaction de formation du peroxyde :



- Réaction de l'iodure de potassium en milieu acide :



- L'iode libéré est titré par le thiosulfate de sodium :



a) Mode opératoire

Dans un flacon de 250mL, nous avons introduit 2g d'huile essentielle que nous avons dissout dans 10 mL de chloroforme et 15 mL d'acide acétique. Ensuite nous avons rajouté 1mL de solution d'iodure de potassium, bouché aussitôt le flacon, agité pendant une minute et laissé reposer pendant cinq minutes à l'abri de la lumière puis nous avons rajouté 75 mL d'eau

distillée. Nous avons titré tout en agitant vigoureusement en présence d'empois d'amidon comme indicateur, l'iode libéré, avec la solution de thiosulfate de sodium 0.01 N. Nous avons effectué le même procédé mais cette fois sans le corps gras (essai à blanc).

I.5.3.5. Indice de saponification

L'indice de saponification est la masse en milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et saponifier les triglycérides existants dans 1g de substance [71].

Cet indice est calculé par la relation 17 :

$$I_S = \frac{(V_0 - V_1) \times (M \times N)}{m} \quad \text{mg KOH/ 1g huile} \quad (16)$$

Avec :

V_0 : Volume de HCl utilisé pour l'essai à blanc (mL) ;

V_1 : Volume de HCl utilisé pour l'échantillon d'huile (mL).

N : Normalité de la solution de HCl (0.5N)

m : Masse de la prise d'essai (g).

a) Mode opératoire

Nous avons introduit 02g d'huile essentielle dans ballon à fond plat et avons rajouté 25mL de KOH de normalité 0.5N), le mélange est chauffé à reflux pendant une heure sous agitation. A la fin de la manipulation, le mélange qui contient la solution savonneuse est refroidi puis titré avec la solution de HCl de normalité 0.5N en présence de la phénolphtaléine comme indicateur coloré.

I.5.3.6. Fraction insaponifiable

On entend par matières insaponifiables d'un corps gras, l'ensemble des produits présents après saponification de celui-ci par un hydroxyde alcalin, extraction par un solvant spécifique et élimination de ce dernier [72].

Elle est déterminée par la relation 17:

$$\text{Teneur en insaponifiable}(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad (17)$$

Avec :

m_1 : Masse du résidu séché (g) ;

m_0 : Masse de la prise d'essai.

a) Mode opératoire

- **Saponification**

Nous avons ajouté 25 mL de solution éthanolique de KOH à 2,5 g d'huile essentielle. L'ensemble est chauffé à reflux. A la fin de la manipulation nous avons rajouté, par le haut du réfrigérant, 100 mL d'eau distillée et soumis l'ensemble à l'agitation.

- **Extraction**

Après refroidissement, le contenu du ballon est transvasé dans une ampoule à décanter (A). Le ballon est rincé à plusieurs reprises avec au total 100 mL d'oxyde di-éthylique puis le liquide de rinçage est versé dans (A). L'ampoule est bouchée et agitée vigoureusement pendant une minute tout en dégazant de temps à autre. L'ensemble est laissé décanter jusqu'à séparation totale des deux phases (aqueuse et grasse). La phase savonneuse est recueillie dans une seconde ampoule (B). L'extraction de la phase savonneuse est répétée deux fois encore en utilisant à chaque fois 100 mL d'oxyde di-éthylique. Les trois extraits étherés sont rassemblés dans une ampoule à décanter (C). Après séparation des deux phases, la phase aqueuse est éliminée et la phase étherée est lavée deux fois avec environ 40 mL d'eau distillée en agitant vigoureusement et en éliminant à chaque fois le liquide de lavage. Puis après on opère au lavage par 40 mL de KOH (0.5N), puis par 40 mL d'eau distillée, de nouveau par 40 mL de KOH (0.5N) et encore au moins deux fois par 40 mL d'eau distillée.

- **Détermination :**

La phase étherée est transvasée par le haut de l'ampoule, dans un ballon séché et taré. Cette opération est répétée plusieurs fois et en faisant évaporer à chaque fois l'oxyde di-éthylique par distillation sur un bain d'eau bouillante. L'ampoule est rincée avec un peu d'oxyde di-éthylique. Le liquide de rinçage est transvasé dans le ballon puis évaporé comme ci-dessous : 5 mL d'acétone sont rajoutés et le savon volatil est éliminé complètement en s'aidant d'un léger courant d'air. Le séchage est fait à l'étuve à 103°C jusqu'à stabilisation de la masse.

I.5.3.7. Indice d'ester

C'est la masse en milligrammes de KOH nécessaire à la neutralisation des acides libérés par l'hydrolyse des esters contenus dans 01g d'huile essentielle [73].

Cet indice est déterminé par la relation 18:

$$I_E = 28.06 \frac{V_0 - V_1}{m} - I_A \quad \text{mg KOH/1g d'huile} \quad (18)$$

Avec :

I_E : Indice d'ester ;

V_0 : Volume de HCl de l'essai à blanc (mL) ;

V_1 : Volume de HCl avec l'échantillon (mL) ;

I_A : Indice d'acide.

a) Mode opératoire

Pour ce test, le mélange obtenu lors de la détermination de l'indice d'acide, est chauffé à reflux avec 25mL de KOH de normalité 0.01N pendant une heure. Après chauffage et une fois que la température a diminué, la solution est titrée avec HCl (0.5N) jusqu'au virage de la couleur de la solution au jaune. Nous avons également effectué un essai à blanc.

I.6. Méthodes spectroscopiques

I.6.1. Spectrophotométrie UV-Visible

La spectrophotométrie est une méthode analytique quantitative qui consiste à mesurer l'absorbance ou la densité optique d'une substance chimique donnée en solution. Plus cette espèce est concentrée plus elle absorbe la lumière dans les limites de proportion énoncées par la loi de Beer-Lambert. La densité optique des solutions est déterminée à l'aide un spectrophotomètre préalablement étalonné sur la longueur d'onde d'absorption de l'espèce chimique à étudier.

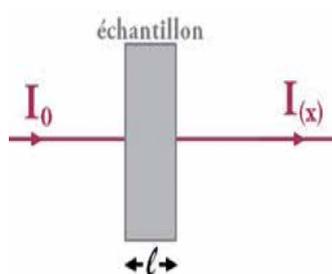


Figure 16. Schéma illustrant un faisceau monochromatique.

L'absorbance de la solution, A, est donnée dans l'équation 19 :

$$A = \log_{10} \left(\frac{I_0}{I} \right) \quad (19)$$

On parle aussi de transmittance, T, définie par la relation 20 :

$$T = \frac{I}{I_0} \quad (20)$$

I.6.1.1. Absorbance spécifique au rayonnement UV :

La détermination des coefficients d'absorption spécifique (extinction spécifique) dans le domaine de l'ultraviolet est nécessaire pour l'estimation de la phase d'oxydation de l'huile.

L'absorption à des longueurs d'onde spécifiées à 232 nm et 270 nm, est liée à la formation de diènes conjugués et triènes dans le système de l'huile, du fait des procédés d'oxydation ou de raffinage. Les composés de l'oxydation des diènes conjugués contribuent à K_{232} alors que les composés d'oxydation secondaire (aldéhydes, cétones,...) contribuent à K_{270} [68].

L'équation 21, représente l'extinction:

$$K_{\lambda} = \frac{E_{\lambda}}{S \times C} \quad (21)$$

Avec :

K_{λ} : Extinction spécifique à une longueur d'onde déterminée;

E_{λ} : Densité optique à la longueur d'onde ;

S: Épaisseur de la cuve (cm) ;

C: Concentration de la solution à analyser (g/100 mL).

a) Mode opératoire

Nous avons mis dans une fiole de 25 mL, 0.25g d'huile et complété par de l'hexane jusqu'au trait de jauge. Les absorbances de la solution utilisée ont été mesurées à l'aide d'un spectrophotomètre à des longueurs d'onde de 232 et 270 nm.

I.6.2. Spectroscopie Infrarouge a Transformée de Fourier

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse prisee, 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 ... [65].

I.6.2.2. 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) ... [74].

a) 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.

I.7. Analyses effectuées sur la plante

I.7.1. pH (potentiel hydrogène)

a) Mode opératoire

Nous avons introduit dans un ballon à fond plat, 02 g de matière végétale fraîche et 100mL d'eau distillée. L'ensemble est soumis à un chauffage à reflux pendant 30 minutes. Après refroidissement, nous avons mesuré le pH à l'aide d'un pH mètre.

I.7.2. Taux d'humidité (%)

a) Mode opératoire

Nous avons séché dans une étuve à 110°C, pendant 24 heures, 2 à 3 grammes de matière végétale. L'ensemble est ensuite placé dans un dessiccateur pendant 30 minutes puis pesé.

Le taux en matière végétale sèche et d'humidité sont calculés respectivement avec les relations 22 et 23:

$$\bullet \text{ Taux en matière sèche (\%)} = \frac{\text{masse de la matière végétale fraîche}}{\text{masse de la matière séchée}} \times 100 \quad (22)$$

$$\bullet \text{ Taux d'humidité (\%)} = 100 - [\% \text{ en matière sèche}]. \quad (23)$$

CHAPITRE II
RESULTATS ET DISCUSSION

Dans ce chapitre, nous présenterons et discuterons les résultats obtenus au cours de notre étude. Nous nous intéresserons d'abord à l'effet de certains paramètres (durée d'extraction, nature, masse et granulométrie de la matière végétale et la température d'extraction) ainsi que le mode d'extraction (hydrodistillation, soxhlet et macération), la nature du solvant (éthanol, acétone et hexane) sur le rendement en huile essentielle. Nous donnerons par la suite la caractérisation physico-chimique et spectrale de notre huile et de la plante utilisée (le myrte), dans le but de contrôler la qualité de notre huile.

II.1. Techniques d'extraction

II.1.1. Hydrodistillation

II.1.1.1. Effet du temps et de la nature de la matière végétale

Les masses de la concrète et de l'absolue, sont déterminées dans ce cas par rapport à une masse de matière végétale fixe (60g), des feuilles de myrte fraîches (tableau 5) et séchées (tableau 6), à une température de 100°C en faisant varier le temps d'extraction.

Tableau 5. Influence du temps d'extraction, sur les masses de la concrète et de l'absolue extraites de la matière végétale fraîche.

Temps d'extraction (min)	Masse de la concrète (g)	Masse de l'absolue (g)
60	2,022	0,477
90	2,410	0,625
120	2,974	0,800
150	3,043	0,820
180	3,490	0,825

Tableau 6. Influence du temps d'extraction, sur les masses de la concrète et de l'absolue extraites de la matière végétale sèche.

Temps d'extraction (min)	Masse de la concrète (g)	Masse de l'absolue (g)
60	2,237	0,542
90	2,423	0,643
120	2,511	0,821
150	3,346	0,861
180	3,360	0,880

Il ressort des résultats des ces tableaux, que :

- La masse de l'absolue de l'huile essentielle augmente significativement dans l'intervalle 60 à 120 min, puis se stabilise ;

- La masse de l'absolue récupérée dans la fraction sèche est supérieure à celle de la fraction fraîche. Cela est probablement dû à l'arrêt de l'activité de la biosynthèse des huiles essentielles qui se ralentie après séchage, ce qui facilite l'éclatement des poches sécrétrices. Il y'a aussi l'humidité qui diminue considérablement l'extraction. Pour la suite de notre étude, nous avons donc fixé, le temps d'extraction à 120 minutes et utilisé la matière végétale sèche.

II.1.1.3. Effet de la température

Nous avons suivi l'effet de la température sur les quantités de concrète et de l'absolue, récupérées. Le temps d'extraction a été fixé à 120 minutes, nous avons utilisé 60g de matière végétale sèche. Les résultats obtenus sont rassemblées dans le tableau 7.

Tableau 7. Effet de la température, sur les quantités de concrète et d'absolue récupérées.

Température (°C)	Masse de la concrète (g)	Masse de l'absolue (g)
100	2,974	0,801
150	2,985	0,899
200	3,013	0,902
250	3,165	0,909

Il apparait sur le tableau 8 que :

Les masses en absolue (huile essentielle), croient quand la température passe de 100 à 150°C puis se stabilisent, Cela nous amène à dire que 150°C, est la température la plus adéquate pour l'extraction des huiles essentielles de myrte, car au delà, l'huile peut se dégrader.

II.1.1.2. Effet de la masse

Nous nous sommes intéressés dans cette partie à l'influence de la masse de la matière végétale, sur les quantités de concrète et de l'absolue, récupérées. Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau 8.

Tableau 8. Influence de la masse de la matière végétale, sur les quantités de concrète et d'absolue récupérées.

Masse de matière végétale (g)	Masse de la concrète (g)	Masse de l'absolue (g)
20	2,194	0,478
30	2,535	0,763
40	2,695	1,014
50	2,849	1,258
60	3,043	1,368

Il apparait sur le tableau 7 que :

Les masses en concrète et en absolue (huile essentielle), croient avec l'augmentation de la masse de la matière végétale, cela est dû à l'accroissement du nombre de poches sécrétrices d'huile essentielle avec l'augmentation de la masse de la matière végétale [40].

II.1.1.4. Effet de la granulométrie

Nous avons étudié dans cette partie, l'influence de la granulométrie de la matière végétale sur les quantités de concrète et de l'absolue récupérées. Le temps d'extraction a été fixé à 2 heures, une température de 150°C et nous avons utilisé 60g de matière végétale sèche à différentes granulométries, 3,15mm, 2mm, 1,4mm, 1mm et 0.5 mm. Les résultats obtenus sont rassemblés dans la figure 17.

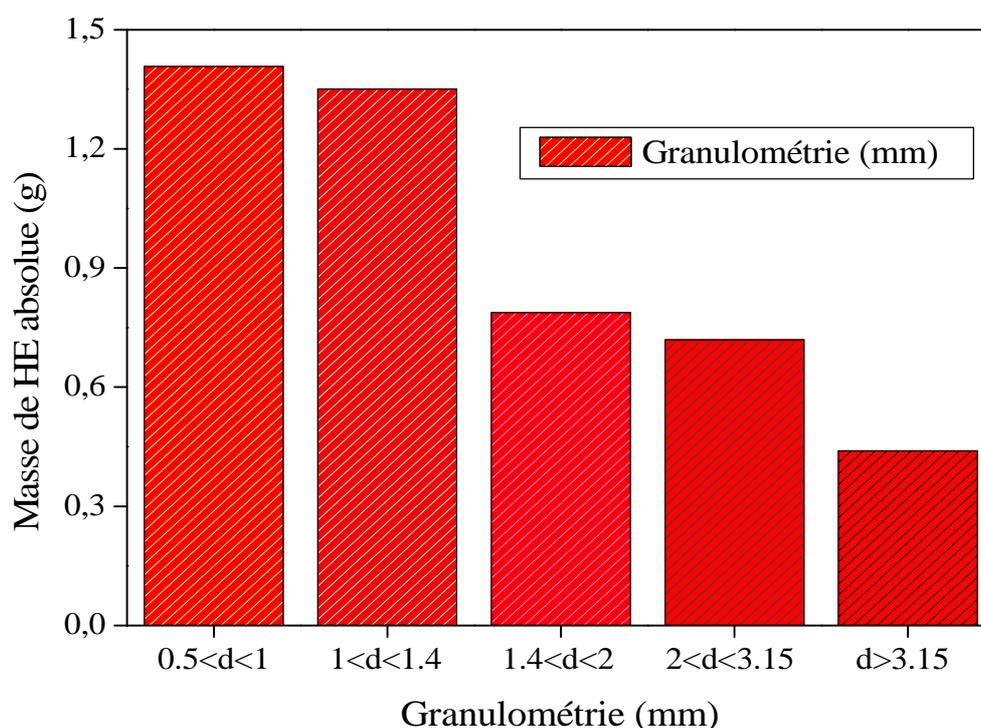


Figure 17. Effet de la granulométrie sur la masse de l'absolue.

Les résultats présentés dans la figure 17, ont montré que la quantité de l'absolue ou huile essentielle augmente quand la granulométrie diminue. En effet la quantité maximale (1,407g) en absolue est atteinte pour la granulométrie la plus fine (0,5 mm), ceci est du à la facilité de la dissolution et de l'éclatement des gouttelettes d'huile essentielle dans la fraction fine.

II.1.2. Extraction par Soxhlet

L'objectif de cette partie est d'étudier l'effet de l'extraction par soxhlet, de la polarité du solvant d'extraction, sur la quantité de concrète et d'absolue récupérées, sur les feuilles de myrte sèches et fraîches, en faisant varier la nature du solvant. Nous avons utilisé pour cela trois solvants (l'éthanol (C_2H_5OH), polaire, l'acétone (C_3H_6O) peu polaire et l'hexane (C_6H_{14})) apolaire.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 9.

Tableau 9. Influence de quelques paramètres sur le rendement en concrète et en absolue.

Solvants	Nature de la matière végétale	Concrète		Absolue	
		Masse (g)	Rendement (%)	Masse (g)	Rendement (%)
Ethanol	Sèche	7,320	48,800	5,730	38,230
	Fraiche	7,200	48,046	3,108	20,720
Acétone	Sèche	6,640	44,270	3,379	25,330
	Fraiche	6,070	40,472	3,187	21,250
Hexane	Sèche	6,193	41,290	2,566	17,108
	Fraiche	6,258	41,720	1,952	13,010

La solubilité et la polarité de nos solvants sont regroupées dans le tableau 10, suivant :

Tableau 10. Quelques propriétés des solvants utilisés.

Solvant	Solubilité dans l'eau à 20°C	Polarité	Température d'ébullition (°C)	Densité
Ethanol	Très soluble	Polaire liaisons hydrogène	78,9	0,789
Acétone	Moyennement soluble	Assez polaire	56,1	0,783
Hexane	Assez soluble	Non polaire	68,7	0,660

Il ressort des résultats des tableaux 9 et 10 que :

- La matière végétale sèche a donné de meilleurs rendements en absolue et ce quelque soit le solvant utilisé ;
- L'éthanol est le solvant qui a donné les meilleurs rendements en concrète et en absolue par rapport aux autres solvants, cette différence est due à la polarité, à la solubilité de l'éthanol qui sont plus élevées que celles des autres solvants.

II.1.3. Extraction par macération

Dans cette étude expérimentale, nous avons réalisé des macérations à froid avec l'éthanol. Pour cela nous avons mélangé 30g de matière végétale avec 200mL d'éthanol). Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 11.

Tableau 11. Résultats de l'extraction par macération.

Nature de la matière végétale	Concrète		Absolue	
	Masse (g)	Rendement (%)	Masse (g)	Rendement(%)
Sèche	8,734	27,890	3,394	11,314
Fraiche	7,409	24,690	3,036	10,125

D'après les résultats de ce tableau, nous remarquons que :

- La matière végétale sèche a donné de meilleurs rendements en concrète et en absolue, que la fraiche ;
- Le rendement obtenu par cette méthode est plus important que celui obtenu par hydrodistillation.
- Cette méthode d'extraction est non couteuse et rapide comparée aux autres.

II.1.4. Comparaison entre les différents procédés d'extraction

Nous avons comparé les rendements obtenus par les différentes méthodes d'extraction, nos résultats sont rassemblés dans la figure 18.

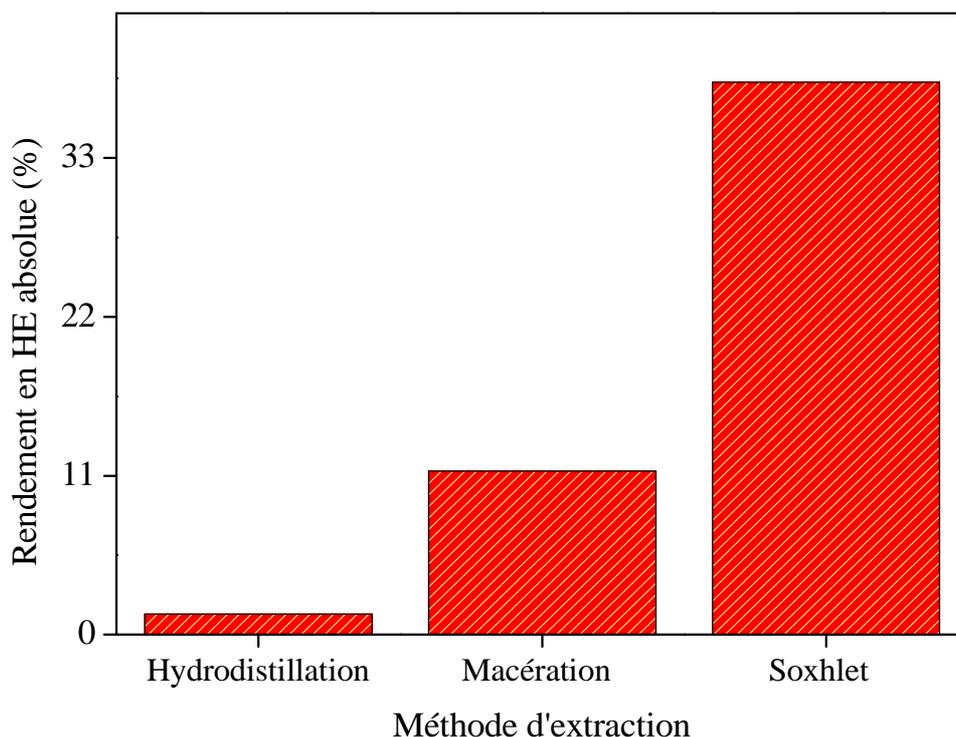


Figure 18. Comparaison des rendements des trois procédés d'extraction.

Cette figure, montre clairement que le rendement obéit à l'ordre suivant :

$RD_{\text{Soxhlet}} (38,23\%) > RD_{\text{Macération}} (17,1\%) > RD_{\text{Hydrodistillation}} (2,34\%)$.

II.2. Caractérisation

II.2.1. Paramètres organoleptiques

II.2.1.1. La couleur

L'observation des huiles obtenues par les différents procédés d'extraction, a montré que leur couleur diffère d'une technique à l'autre, mais ces résultats sont compris dans la gamme de couleur des huiles essentielles de myrte (jaune orangé au vert).

Le tableau 12, résume les couleurs de nos différents extraits.

Tableau 12. Influence du procédé d'extraction sur la couleur de l'huile.

Technique	Norme	Hydrodistillation	Macération	Soxhlet
Couleur	Jaune orangé au vert	Jaune pâle	Jaune orangé	Vert

La couleur d'une huile essentielle est un paramètre très important pour la détermination de sa qualité. Ces couleurs, nous indiquent la présence des pigments caroténoïdes

(xanthophylles), donc notre huile est riche en pigments, lesquels jouent un rôle très important dans la nutrition et la santé, car ils présentent des propriétés anti-oxydantes... [75]

II.1.2.2. Aspect

Nos huiles ont un aspect liquide ce qui confère à nos extraits une bonne mobilité et une faible limpidité.

II.2.2. Paramètres physico-chimiques

II.2.2.1. Physiques

II.2.2.1.1. Densité

Dans cette étude, nous avons utilisé un densimètre, les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 13.

Tableau 13. Densité des extraits obtenus par les différentes méthodes d'extraction

Procédé d'extraction	Norme	Hydrodistillation	Macération	Soxhlet
Densité	0.82-0.99	0.945	0.897	0.901

La densité est une caractéristique physique d'une grande importance lors de l'évaluation de la qualité d'une huile. D'après nos résultats, nous remarquons quel que soit le procédé utilisé pour l'extraction de l'huile, les valeurs de ce paramètre sont conformes à la norme AFNOR (NFT 75, 111,2000). Une grande valeur de la densité, indique la présence de fonctions secondaires dans le corps gras, dans notre cas les valeurs obtenues sont dans la norme, mais avec de grandes valeurs (limite maximale) ce qui confirme que notre huile possède des fonctions secondaires (alcool, cétone,...).

II.2.2.1.2. Pouvoir rotatoire

Nous avons déterminé le pouvoir rotatoire de l'huile extraite par des différents procédés d'extraction. Nos résultats sont consignés dans le tableau 14.

Tableau 14. Valeurs du pouvoir rotatoire des huiles essentielles extraites en fonction du procédé d'extraction.

Procédé d'extraction	Hydrodistillation	Macération	Soxhlet	Norme
Pouvoir rotatoire (°)	+ 35,981	+ 35,968	+ 35,974	+15 < α < +45

Il ressort des résultats de ce tableau que le pouvoir rotatoire, est presque le même, et qu'il ne dépend pas du procédé d'extraction, et que sa valeur est dans la norme [76].

II.2.2.1.3. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est une caractéristique de pureté et de qualité des huiles essentielles. Les résultats obtenus dans notre étude, sont comparés à la norme AFNOR NFT 75-112-2000 et regroupés dans le tableau 15.

Tableau 15. Valeurs des indices de réfraction des huiles essentielles extraites, par les différents procédés.

Procédé d'extraction	Hydrodistillation	Macération	Soxhlet	Norme
Indice de réfraction (°)	1,4388	1,4108	1,4208	1,45-1,47

L'indice de réfraction dépend de la composition chimique des huiles essentielles, qui augmente en fonction des longueurs des chaînes d'acides gras, et aussi de leur degré d'insaturation et de la température. Il varie essentiellement avec la teneur en mono-terpènes, et en dérivés oxygénés. Une forte teneur en mono-terpènes donnera un indice de réfraction élevé, dans notre cas les indices de réfraction de nos extraits sont proches de la norme AFNOR NFT 75-112-2000, ce qui confirme que notre huile se réfracte faiblement par la lumière monochromatique, ce qui favorise son utilisation en cosmétologie.

II.2.2.1.4. Viscosité

La caractéristique la plus importante d'un fluide est sa viscosité, car elle représente la capacité de ce dernier à s'écouler sur une surface uniforme, les résultats obtenus sont consignés dans le tableau 16.

Tableau 16. Valeurs de la viscosité des huiles essentielles extraites, par les différents procédés.

Procédé d'extraction	Viscosité (Pa.s × 10 ⁻³)	Norme (Pa.s × 10 ⁻³)
Hydrodistillation	3.794	2,88-3,52
Soxhlet	3,468	
Macération	3.370	

Il ressort des résultats de ce tableau, que les valeurs de la viscosité, sont dans la norme donnée par Iso VG 3 (classifications des huiles ([http:// : joho.moniste.orange.fr](http://joho.moniste.orange.fr))), sauf celle obtenue pour l'hydrodistillation.

II.2.2.1.5. Indice de couleur

L'indice de couleur d'une huile se détermine par la mesure de l'absorbance à différentes longueurs d'ondes. Nous donnons dans le tableau 17, l'absorbance en fonction de la longueur d'onde, cet indice est calculé selon l'équation suivante :

$$I_C = 1,29A_{460} + 69,7A_{550} + 41,2A_{620} + 56,4A_{670} \quad (24)$$

Tableau 17. Valeurs des absorbances à différentes longueurs d'ondes.

Longueur d'onde (nm)	Absorbance
460	0.437
550	0.273
620	0.255
670	0.281

L'indice de couleur calculé (I_C) est égal à 45,9423, ce qui correspond à une couleur jaune orangée. Selon les normes internes du complexe agro-alimentaire Cevital [norme ISO], cette couleur correspond à des valeurs qui varient entre 30 et 70.

II.2.2.2. Analyses chimiques

II.2.2.2.1. pH (potentiel hydrogène)

Les résultats, obtenus sont rassemblés dans le tableau 18.

Tableau 18. pH des extraits obtenus par les différents procédés d'extraction.

Procédé d'extraction	Norme	Hydrodistillation	Macération	Soxhlet
pH	3.8 à 5	4.17	4.21	4.30

Il ressort des résultats de ce tableau, que les pH de notre huile sont acides, et répondent aux normes données par la pharmacopée européenne [77].

II.2.2.2.2. Indice d'acide

Il est calculé en utilisant, l'équation 10.

Le volume de la solution de KOH versé est de 3,5 mL et la masse de l'huile est de 1g.

La valeur de l'indice d'acide (I_A) obtenue dans le cas de nos huiles essentielles est de 1,963mg KOH/ 1g d'huile, elle est dans le domaine de la norme fixé par la "ANSM" (France) < 2 pour les huiles essentielles à usage médical.

II.2.2.2.3. Acidité (%)

La normalité de KOH, les masses de l'acide gras, le volume de KOH versé et la masse de l'huile, sont respectivement égales à 0,01N, 121,3g/mol, 3,5ml et 1g. Le pourcentage d'acidité a été déterminé avec l'équation 11. L'acidité de notre huile essentielle A(%) est de 0,427 elle est dans le domaine de la norme fixée par la "ANSM" (France) $< 1\%$ pour les huiles essentielles destinées à l'utilisation médicale.

II.2.2.2.4. Indice d'ester

L'indice d'ester est l'un des paramètres chimiques qui permettent d'évaluer la qualité d'une huile essentielle, il est calculé en appliquant, l'équation 18 donnée ci dessous.

Avec:

$$V_0 = 2.9 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0.6 \text{ mL}$$

$$m = 1\text{g}$$

$$I_A = 1.963.$$

La valeur de l'indice d'ester de notre huile est de 62.575 mg KOH/1g d'huile, elle est comprise dans la norme (53-76) AFNOR NFT 75-104-2000, 53-76, donc notre huile est de bonne qualité. L'indice d'ester est un indicateur renvoyant directement à la qualité de l'huile étudiée. En effet, les huiles essentielles de très bonne qualité, renferment une très grande quantité d'esters (et proportionnellement, moins la qualité d'une huile est élevée, et moins elle contiendra d'esters). Le test de l'indice d'acide est un procédé indirect de détermination du taux d'esters contenus dans l'huile essentielle.

II.2.2.2.5. Indice de peroxyde

L'oxydation d'une l'huile commence après la cueillette et continue pendant le stockage et la conservation. Les premiers produits formés par l'attaque de l'oxygène, activé sur les doubles

liaisons des chaînes d'acides gras, sont des composés peroxydés instables, et des hydro-peroxydes dont la structure va dépendre de la nature des acides gras attaqués (acides mono, di, tri ou polyinsaturés). L'indice de peroxyde est l'un des paramètres importants qui peuvent nous renseigner sur la qualité d'une huile essentielle, nous avons appliqué pour la détermination de ce paramètre, l'équation 12.

Avec :

$$V_2 = 12,4 \text{ mL}; \quad V_1 = 1,3 \text{ mL};$$

$$N = 0,01 \text{ méq/L}; \quad m = 2 \text{ g}.$$

L'indice de peroxyde I_p de notre huile est de 55.5 méq O_2 /kg, il est élevé comparé à la norme donnée [13,5meq O_2 /kg d'huile] [78]. Ceci est probablement dû à la durée de conservation. En effet, le corps gras extrait peut être oxydé au cours de l'extraction et/ou lors de la distillation par solvant. Totalement protégés de l'action de l'air, ou au contraire, les peroxydes qu'il contient peuvent être détruits si la matière grasse est portée au cours des manipulations à plus de 150°C.

II.2.2.2.6. Indice de saponification

C'est un indice très important qui nous renseigne sur la longueur de la chaîne d'un corps gras, nous avons appliqué pour le calcul de ce paramètre, l'équation 16.

Avec :

$$V_0 = 22,8 \text{ mL};$$

$$V_1 = 21 \text{ mL};$$

$$N_{HCl} = 0,5 \text{ N};$$

$$m = 2 \text{ g}.$$

• La valeur de l'indice de saponification I_s de notre huile est de 25,245 mg KOH/g huile en le comparant à la norme qui est de 192 mg KOH/ g d'huile [79]. Nous pouvons conclure que notre huile possède des chaînes carbonées courtes qui sont facilement altérées sous l'action de l'air et la chaleur, ce qui la rend très fragile et nécessite des conditions de conservation :

- Milieu inerte pour éviter toute altération ;
- Obscurité ;
- Réfrigération à 4°C.

II.2.2.2.7. Fraction insaponifiable

Il s'agit d'un mélange complexe comprenant des tri-terpènes, des alcools gras (cires), des pigments liposolubles, ..., Elle est déterminée en appliquant l'équation 17.

Avec:
 $m_1 = 0.0273$ g;
 $m_0 = 2$ g.

La teneur en insaponifiable obtenue 1.365% répond à la norme (< 2%) donnée par « Atta » [77]. La fraction insaponifiable des huiles essentielles trouve des applications en cosmétologie.

II.3. La spectroscopie UV-Visible

Cette étude a été effectuée dans le but de déterminer les groupements polaires et apolaires de notre huile, pour cela nous avons utilisé la spectrophotométrie UV-Visible avec un balayage de 200 à 800nm. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure 19.

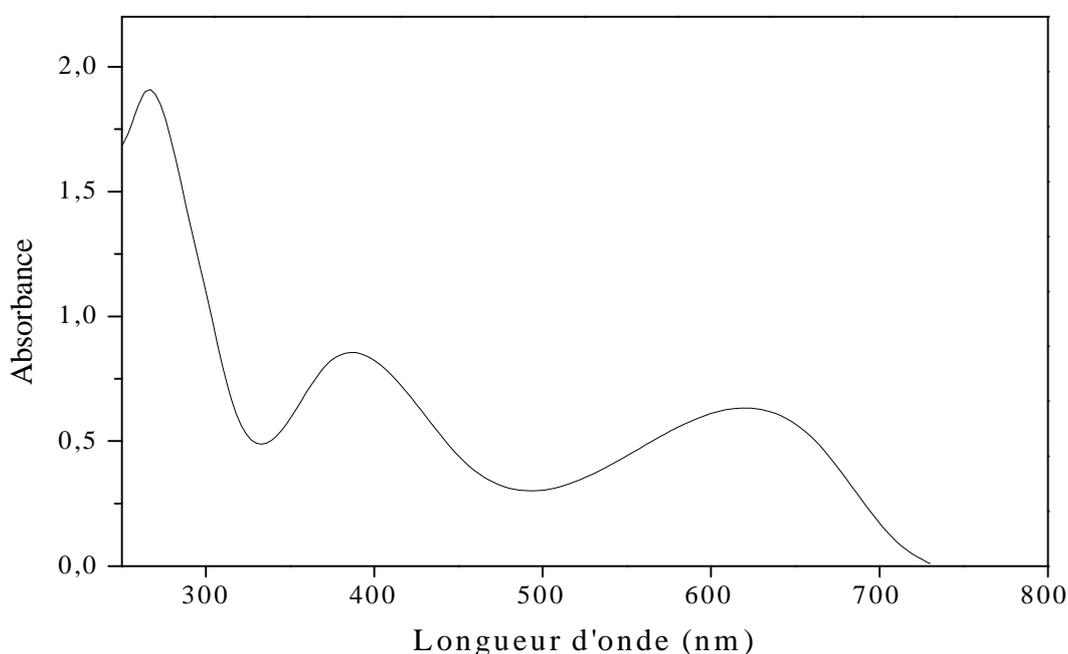


Figure 19. Spectre UV-Visible de notre huile.

Selon la norme AFNOR [79], le domaine d'absorption situé entre 290 et 300nm est caractéristique des composés benzéniques, alors que celui compris entre 400 et 498nm est lié à la présence des caroténoïdes et dérivés. Celui entre 600 et 664nm correspond à la chlorophylle.

Nous remarquons que dans la zone de 200 à 350nm, il ya une bande caractéristique l'une à 290 nm avec une absorption maximale dans les deux cas, qui est due à la présence de composés benzéniques. Il ressort aussi du spectre la présence d'une bande vers 400nm, ce qui traduit la richesse de notre huile essentielle en caroténoïdes, et une autre à 600nm, qui traduit richesse de notre huile en chlorophylle.

II.3.1. Absorbance spécifique au rayonnement UV

Nous avons utilisé l'équation ci-dessous, pour la détermination de ce paramètre :

$$K_{\lambda} = \frac{E_{\lambda}}{S \times C}$$

$E_{\lambda} = 1,2$ pour $\lambda=232\text{nm}$ et $0,653$ pour $\lambda=270\text{nm}$;

$S = 1\text{cm}^2$;

$C = 0,5 \text{ N}$.

Les valeurs de K_{232} et K_{270} , sont respectivement égales à $2,40$ et $1,306$ et $K_{232/270}$ est égal à 1.837 .

Les réactions d'isomérisation aboutissent à la formation de diènes et de triènes conjugués qui absorbent la lumière dans le domaine UV entre 232 et 270 nm. En effet, les diènes conjugués et les produits primaires d'oxydation des acides gras se forment par réarrangement des doubles liaisons du radical alkyle des acides gras polyinsaturés, qui lorsqu'ils ont une structure diénique conjuguée tel que l'hydro-peroxyde, absorbent la lumière au voisinage de 232 nm. Les triènes conjugués (dans le cas de la présence d'acides gras à trois doubles liaisons) et les produits secondaires d'oxydation tels que les aldéhydes et cétones - insaturés, absorbent la lumière vers 270 nm. La détermination des absorbances au voisinage de 232 nm et au voisinage de 270 nm permet de détecter et d'évaluer les quantités de produits d'oxydation : plus l'extinction à $\lambda=232$ nm est forte, plus elle est peroxydée. De même plus l'extinction à $\lambda=270\text{nm}$ est forte, plus elle est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit une faible aptitude à la conservation, rapport $R = \frac{K_{232}}{K_{270}}$ ce rapport indique que notre huile est de qualité. « Le rapport $K_{232/270}$ doit être inférieur à 2 » [80].

II.4. La spectroscopie infrarouge

Nous avons utilisé pour notre analyse infrarouge un spectrophotomètre ATR, les résultats obtenus sont rassemblés dans les figures 20, 21, 22, 23 et 24 et dans les tableaux 19, 20, 21, 22 et 23.

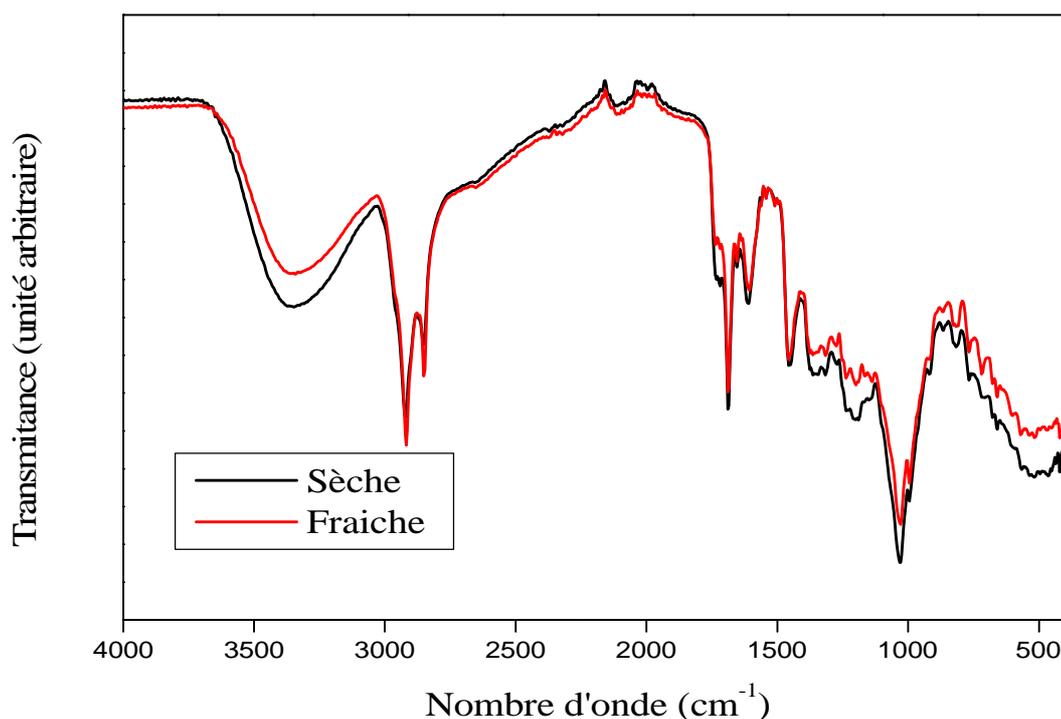


Figure 20. Spectres IR des cires obtenues avec la plante fraîche et sèche.

Il ressort des deux spectres de la figure 20, la présence des pics rassemblés dans le tableau 19.

Tableau 19. Position et identification des bandes observées par IR sur les cires obtenues avec la plante fraîche et sèche.

Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèces identifiées	Intensité
1029	Liaison C-O alcool primaire Liaison S=O des sulfonâtes	Intense
1610	Liaison C=C aromatique Liaison N-H amine.	Faible
1688	Liaison C=O cétone insaturée, ester et acide saturé	Intense
2851 et 2922	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie Liaison (R-CHO) l'aldéhyde.	Intense
3347	Fonction OH	Large bande

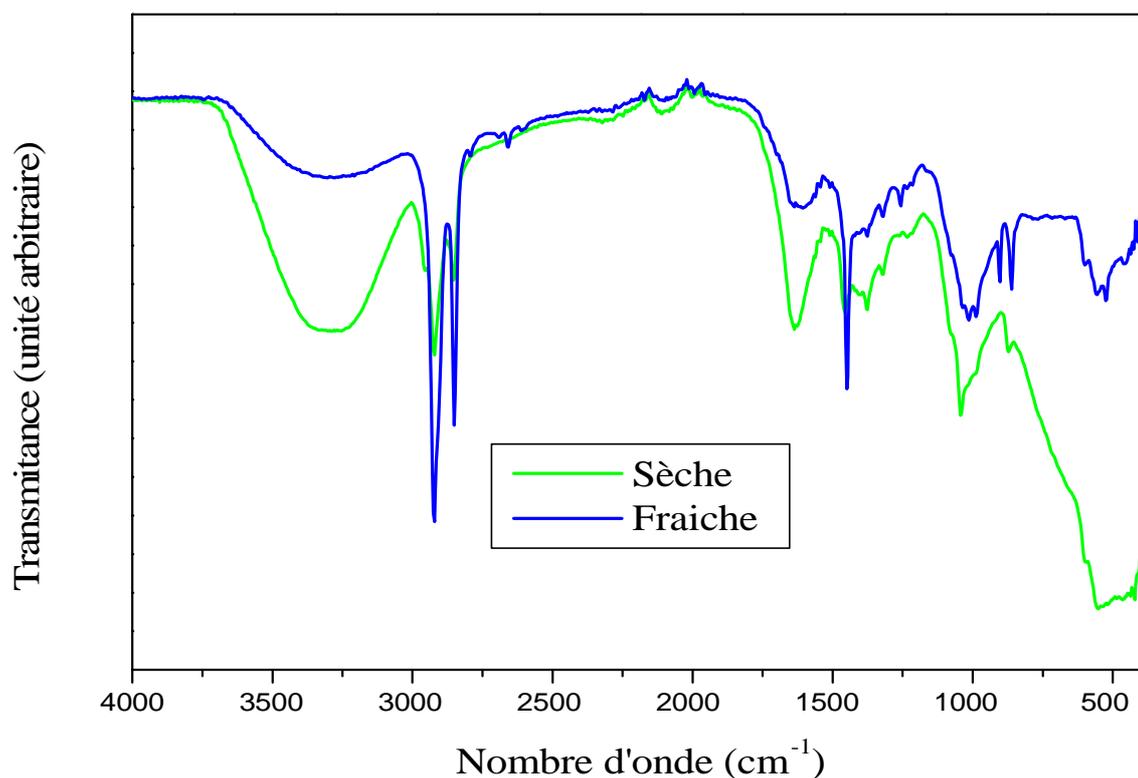


Figure 21. Spectres IR de l'huile essentielle extraite sur la plante sèche et fraîche par hydrodistillation.

Les différents groupements observés sont regroupés dans le tableau 20.

Tableau 20. Position et identification des bandes observées sur l'huile essentielle extraite sur la plante sèche et fraîche par hydrodistillation.

Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèces identifiées	Intensité
1036	Liaison C-O alcool primaire.	Faible
1450	Liaison C=C aromatique liaison CH ₂ alcanes.	Faible
1688	Liaison C=O cétone insaturée, ester et acide saturé.	Faible
2851 et 2922	Liaison C-H alcane et de la liaison O-H acide lie et de la liaison (C-H)=O de l'aldéhyde.	Moyenne
3302	Fonction OH (alcool dimère)	Large bande

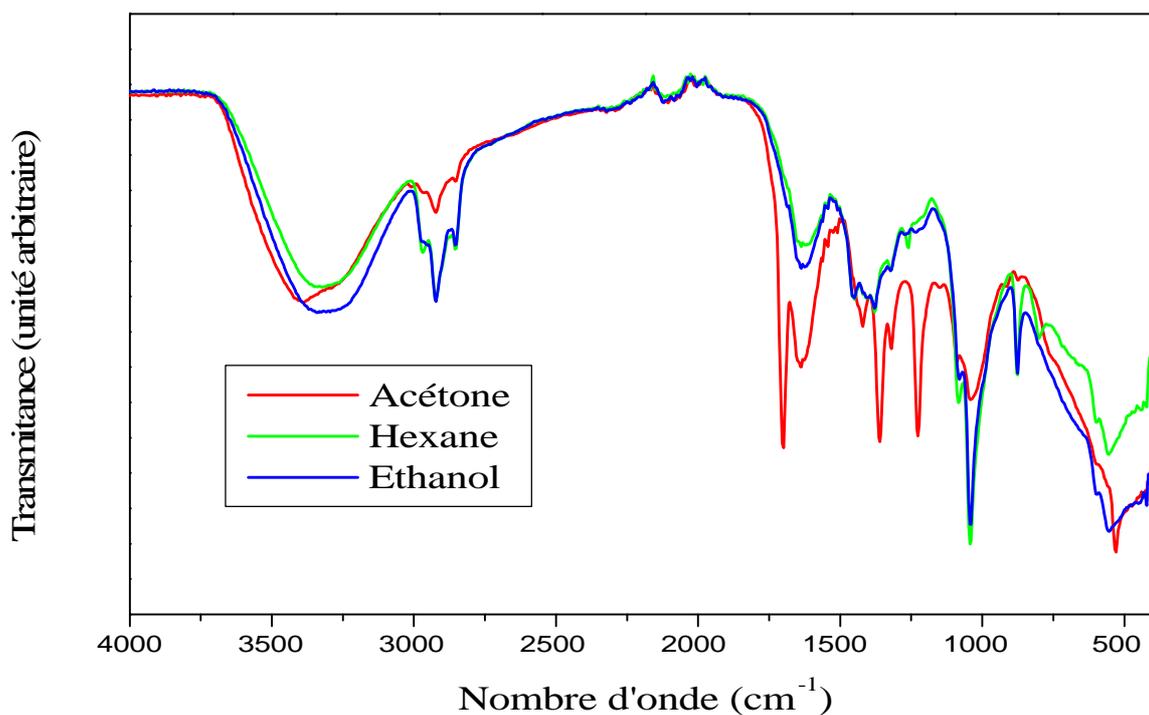


Figure 22. Spectres IR obtenus pour l'huile essentielle extraite par le procédé soxhlet et par les trois solvants d'extraction.

Les différents groupements observés sont regroupés dans le tableau 21.

Tableau 21. Position et identification des bandes observées sur l'huile essentielle extraite par le procédé soxhlet et par les trois solvants d'extraction.

Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèces identifiées	Intensité
1040	Liaison C-O alcool primaire	Intense
1226	Liaison C-O alcool, éthers, ester et acide	Intense
1360	Liaison C-N amine tertiaire et secondaire Liaison CH ₂ alcane	Moyenne
1636	Liaison C=O acide insaturé	Intense
1700	Liaison C=O acide saturé	Intense
2922	Liaison C-H alcane et O-H acide lie	Moyenne
3288	Fonction OH (alcool dimère)	Large bande

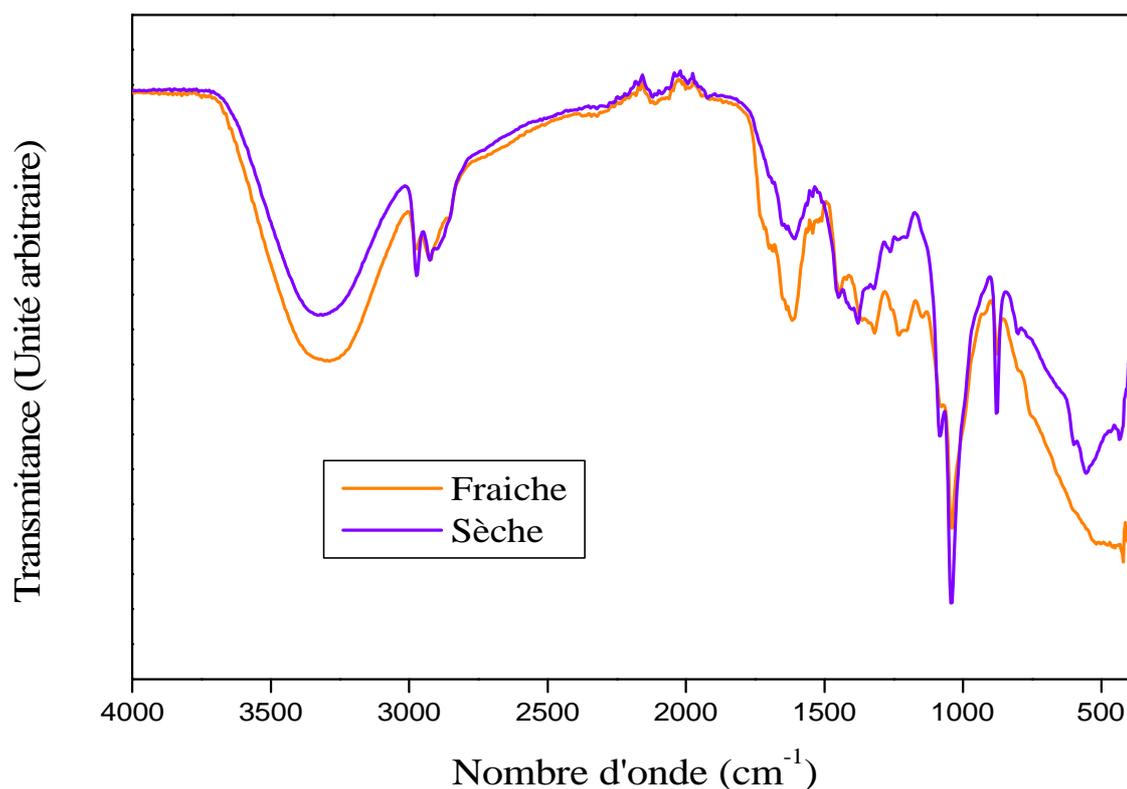


Figure 23. Spectres IR obtenus pour l'huile essentielle extraite de la plante sèche ou fraîche par macération.

Les différents groupements observés sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 22. Position et identification des bandes observées sur l'huile essentielle extraite de la plante sèche ou fraîche par macération.

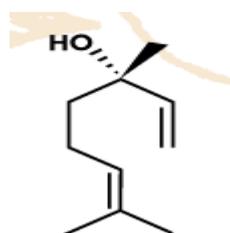
Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèces identifiées	Intensité
1040	Liaison C-O alcool primaire	Intense
1230	Liaison C-O alcool, éthers, ester et acide	Faible
1319	Liaison C-O acide et C-N amine primaire et secondaire	Faible
1618	Liaison C=C aromatique	Moyenne
2922 et 2972	Liaison C-H alcane et O-H acide lie	Faible
3302	Fonction OH (alcool dimère)	Large bande

• Conclusion

Il ressort des résultats de l'analyse des spectres Infrarouge que:

- Il n'y a pas de différences entre les spectres des huiles essentielles extraites par les différents procédés d'extraction, les groupements fonctionnels sont presque les mêmes, sauf l'intensité des pics qui change, la différence dans le pourcentage de transmittance, peut être expliqué par la différence de concentration entre les huiles, il est manifeste dans notre cas que l'huile essentielle extraite par la méthode soxhlet est plus concentrée que les extraits obtenus par les autres procédés (hydrodistillation et macération) .

Dans la plupart de nos spectres, nous remarquons la présence d'une bande large et intense vers 3500 cm^{-1} , qui correspond à la fonction alcool ou phénol. Dans notre cas nous pouvons proposer deux composés qui correspondent à ces spectres :

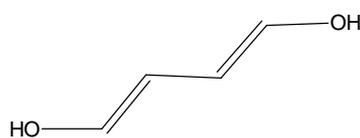


linalol



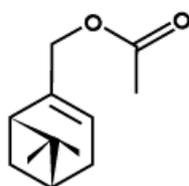
(+)-myrténol

Le pic à 2930 cm^{-1} correspond à $=\text{CH}$ de valence caractéristique d'un alcène



1,3-di-ène buta1,4- di-ol

Le pic à 1685 cm^{-1} correspond à un groupement carbonyle « aldéhyde, cétone, éther »



acétate de myrtényle

II.5. Analyses effectués sur la plante

II.5.1. pH

Le pH à été déterminée par la méthode citée au paragraphe I.7.1, le pH initial de l'eau et final sont respectivement 7,23 et 4,12.

A la lumière de ces résultats nous remarquons, que nos échantillons ont un caractère acide qui est dû a plusieurs facteurs (facteurs climatique, le pH du sol, facteurs génétiques,...).

Le pH est un facteur clé, influençant l'assimilation des éléments par la plante et de ce fait, la composition chimique de l'huile essentielle. Il a été établi que l'efficacité de l'huile augmente avec la diminution du pH de la plante [81].

II.5.2. Taux d'humidité (%)

Pour le calcul du taux des matières sèches et d'humidité, nous avons respectivement appliqué les relations 22 et 23

Avec :

masse de la matière végétale fraîche = 30 g.

masse de la matière séchée = 15,3364 g.

Donc:

Taux en matière sèche (%) = 51,12.

Taux d'humidité (%) = 48,88.

L'humidité est un facteur important, il influe l'extraction et le rendement en huile essentielle.

II.5.2. La spectroscopie infrarouge

Les spectres IR obtenus pour la plante sèche et fraîche sont représentés dans la figure 24.

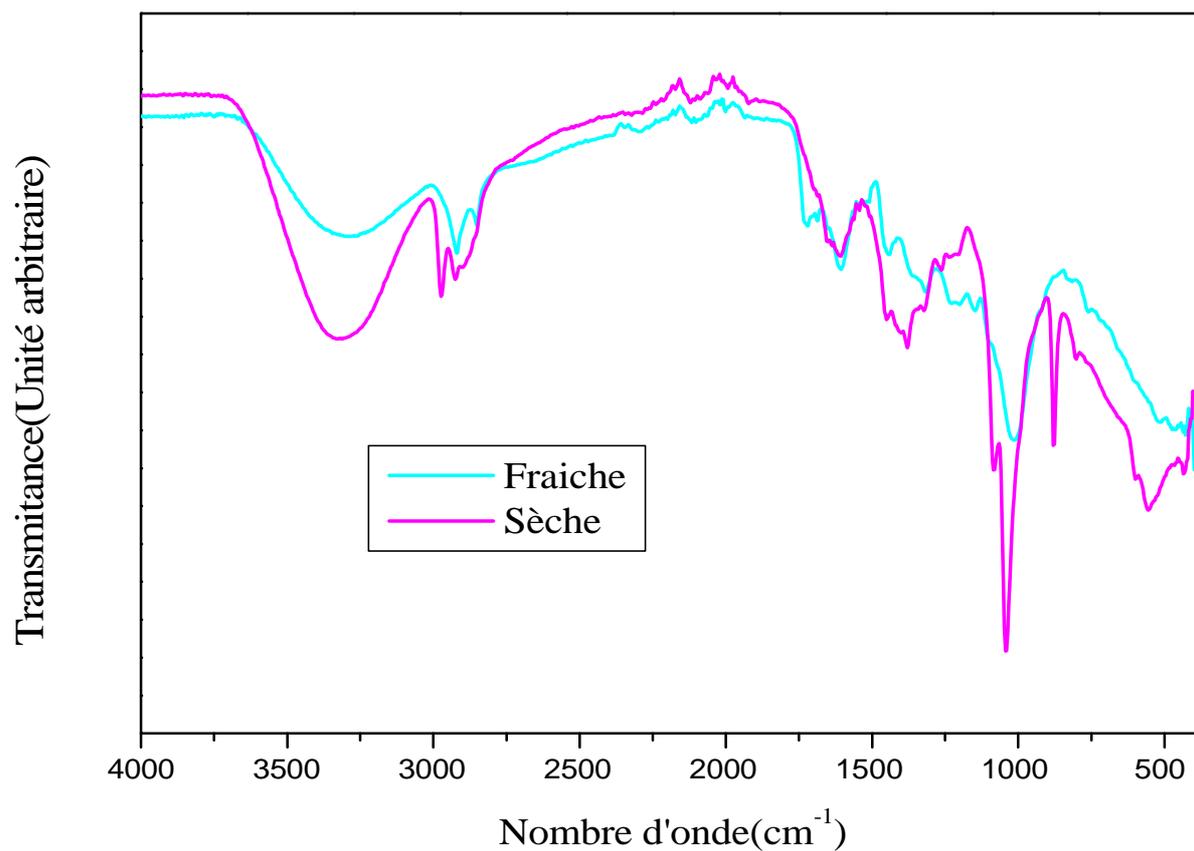


Figure 24. Spectres IR obtenus pour la plante sèche et fraîche.

Il ressort des deux spectres de la figure 24, la présence des pics rassemblés dans le tableau 23.

Tableau 23. Position et identification des bandes observées pour la plante sèche et fraîche.

Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèces identifiées	Intensité
1023	Liaison C-O alcool primaire Liaison S=O des sulfonâtes	Intense
1230	Liaison C-O alcool, éthers, ester et acide	Faible
1600	Liaison C=C aromatique Liaison N-H amine.	Faible
1668	Liaison C=O cétone insaturée, ester et acide saturé	Intense
2881 et 2933	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie Liaison (R-CHO) l'aldéhyde.	Intense
3356	Fonction OH	Bande large et intense

CONCLUSION

Notre étude, a porté sur l'extraction des huiles essentielles de myrte, par trois différents procédés (l'hydrodistillation, le soxhlet et la macération). Nous nous sommes intéressés à l'influence de plusieurs paramètres (durée de l'extraction, température du milieu réactionnel, la masse, la granulométrie et la nature de la matière végétale, la nature du solvant), sur le rendement en concrète et en huile essentielle. Afin de contrôler la qualité de nos extraits, des analyses physico-chimiques et spectrales ont été réalisées.

Il ressort de notre travail les résultats suivants :

- Quelque soit le procédé d'extraction, la masse d'huile essentielle récupérée dans la matière végétale sèche est supérieure à celle de la fraîche;
- La masse de l'absolue ou huile essentielle augmente significativement dans l'intervalle 60 à 120 min, puis se stabilise;
- Les masses en concrète et en absolue (huile essentielle), croient avec l'augmentation de la masse de la matière végétale;
- La masse d'huile essentielle, croit de 100 à 150°C puis se stabilise, cela nous amène à dire que 150°C, est la température la plus adéquate pour l'extraction des huiles essentielles de myrte, car au delà, l'huile peut se dégrader ;
- La quantité d'huile essentielle extraite, augmente quand la granulométrie diminue. En effet la quantité maximale 1,407g, est atteinte pour la granulométrie la plus fine (0,5 mm) ;
- L'éthanol est le solvant qui a donné le meilleur rendement en huile, ceci est du à sa polarité et à sa solubilité qui sont plus élevées que celles de l'acétone et de l'hexane;
- Le rendement en huile essentielle, obtenu par la méthode soxhlet, est nettement supérieur à celui obtenu par les autres procédés d'extraction (hydrodistillation et macération), en effet il obéit à l'ordre suivant :

$RD_{\text{Soxhlet}} (38,23\%) > RD_{\text{Macération}} (17,10\%) > RD_{\text{Hydro-distillation}} (2,34\%)$.

- L'observation des huiles obtenues par les différents procédés d'extraction, a montré que leur couleur diffère d'une technique à l'autre, mais ces résultats sont compris dans la gamme de couleur des huiles essentielles de myrte (jaune orangé au vert);

Il ressort des résultats des analyses physico-chimiques et spectrales que :

- Les pH de notre huile sont respectivement égaux à 4,17 ; 4,21 et 4,3 pour les procédés d'extraction par hydrodistillation, macération et soxhet et répondent à la norme qui est de 3,8 à 5 ;

- Les valeurs de la densité de notre huile sont respectivement égales à 0,945, 0,897 et 0,901 pour les procédés d'extraction par hydrodistillation, macération et soxhet et répondent à la norme qui est de 0,82 à 0,99, ce qui signifie que notre huile possède des fonctions secondaires (alcool, cétone,...) ;

- Les pouvoirs rotatoires de notre huile sont respectivement égaux en degrés à +35,981, +35,968 et + 35,974, pour les procédés d'extraction par hydrodistillation, macération et soxhet et répondent à la norme qui est de +15 à 45 ;

- Les indices de réfraction de notre huile essentielle, sont respectivement égaux à 1,4388, 1,4108 et 1,4208, pour les procédés d'extraction par hydrodistillation, macération et soxhet et répondent à la norme qui est de 1,45 à 1,47, ce qui confirme que notre huile se réfracte faiblement par la lumière monochromatique, ce qui favorise son utilisation en cosmétologie ;

- L'indice d'acide (I_A) de notre huile est de 1,963 mg KOH/ g d'huile, il répond à la norme fixée par la "ANSM" (France) < 2 pour les huiles essentielles à usage médical ;

- L'indice d'ester (I_E) de notre huile est égal à 62,575 mg KOH/ g, il est dans le domaine de la norme fixée par AFNOR NFT 75-104-2000 (entre 53-76), ce qui signifie qu'elle est de bonne qualité puisqu'elle renferme une grande quantité d'esters ;

- L'indice de peroxyde (I_p) de notre huile est de 55,5 méq O_2 /kg, il est élevé comparé à la norme Atta M.B 2003 (13,5 méq O_2 /kg d'huile). Ceci est probablement dû à la durée de conservation. En effet le corps gras extrait peut être oxydé au cours de l'extraction et/ou lors de la distillation par solvant, totalement protégé de l'air, ou au contraire les peroxydes qu'il contient peuvent être détruits si la matière grasse est portée au cours des manipulations à plus de 150°C.

- L'indice de saponification (I_s) de notre huile est de 25,245 mg KOH/g huile, il est faible comparé à la norme AFNOR qui est de 192 mg KOH/g d'huile. Nous pouvons donc conclure que notre huile possède une chaîne carbonée courte, ce qui la rend très fragile, et nécessite des conditions de conservation.

- La teneur en insaponifiables est 1,365 %, elle répond à la norme Atta ($< 2\%$). La fraction insaponifiable des huiles essentielles trouve des applications en cosmétologie pour ses propriétés biologiques ;

- L'analyse par spectrophotométrie, a montré la présence des composés benzéniques et que notre huile essentielle est riche en caroténoïdes et chlorophylle ;

• L'analyse des spectres Infrarouge, a montré, qu'il n'y a pas de différences entre les spectres des huiles essentielles extraites par les différents procédés. Les groupements fonctionnels sont presque les mêmes, sauf l'intensité des pics qui change. La différence dans le pourcentage de transmittance, peut être expliqué par la différence de concentration entre les huiles, il est manifeste dans notre cas que l'huile essentielle extraite par la méthode soxhlet est plus concentrée que les extraits obtenus par les autres techniques (hydrodistillation et macération). Dans la plupart de nos spectres, nous remarquons la présence d'une bande large et intense vers 3500 cm^{-1} , qui correspond à la fonction alcool ou phénol, dans notre cas nous pouvons proposer comme composés, le linanol et le (+) myrténol.

En guise de perspectives, nous proposons, l'utilisation d'autres techniques de caractérisation telles que : la CPG couplée à la spectrométrie de masse et la HPLC et d'étudier l'effet thérapeutique de ces huiles (antiseptique, antibiotique, parasiticide).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Copyright © Wikimedia Fondation, Kunnafoni et tous les contributeurs (licence de documentation libre GNU) <https://commons.wikimedia.org>.
- [2] CH.Benkhechi, A. Djamel « Les huiles essentielles », office des publications universitaire Algérienne ‘‘09/2010’’, p09.
- [3] Pharmacopée européenne, recommandation relatives aux critères de qualité des huiles essentielles. ‘‘ Agence Française de sécurité sanitaire des produits de santé (Afssaps), Mai 2008.
- [4] M.Garnier, V.Delamare de lamare, J.delamare, « dictionnaire illustré des termes de médecines 30eme édition paris » Edition: Maloine, 2009.
- [5] Dr.A.Zhiri, D.Baudoux, « Huiles essentielles chémotypées et leurs synergies », Edition Inspir - development - rue Goethe, 1- L-1637 Luxembourg 2003.
- [6] S.Mouhamed, « Extraction, étude et application en cosmétique d’une essence de petit graine de citronnier », PFE, d’ingénieur en biologie, Université MMTO, 1995.
- [7] P. Belaiche, « Traité de phytothérapie et aromathérapie », Edition Malonie, 1979.
- [8] P.Franchomme, R. Jollois, D. Penoël, « L’Aromathérapie exactement : encyclopédie de l’utilisation thérapeutique des extraits aromatiques. », Édition Roger Jollois, 2001.
- [9] J.Bruneton, «Huiles essentielles, pharmacognosie phyto-chimie, plantes médicinales», 3ème Edition Doc. Et Tech .Lavoisier, 1999.
- [10] I.Guerg, Aziz.M « Contribution à l’étude et à l’analyse d’huile essentielle de clous de girofle » MFE, DEUA (USTHB) 1995.
- [11] Galisto cravet « Les essences extraction, caractère et emplois » Edition DUNOD, 1992.
- [12] F. Bakkali, S.Averbeck, D.Averbeck, M.Idaomar, « Biological effects of essential oils- A review Food Chem Toxicol 2008, 46, P446-475.
- [13] J.Bruneton, « Mono et sesquiterpènes in éléments de phytochimie et de pharmacognosie », Edition, Tech et Doc, Lavoisier, Paris 1987, p 223-234.
- [14] CH.Benkhechi, A. Djamel « Les huiles essentielles », office des publications universitaire algérienne ‘‘09/2010’’, p 17.

- [15] P.Franchomme, D.Penoel, « l'aromathérapie (encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles), Edition Jollois, Limoges 1990.
- [16] C.Duraffourd et J-C.Lapraz, « Traité de phytothérapie clinique », Edition Maloine, Paris, 2002.
- [17] Pharmacopée européenne, recommandation relatives aux critères de qualité des huiles essentielles. Contribution pour l'évaluation de la sécurité des produits cosmétiques contenant des huiles essentielles. Mai 2008.
- [18] F.Padrini, M.T.Lucheroni, « Le grand livre des huiles essentielles », Edition Vecchi, New York, 1996.
- [19] CH.Benkhechi, A.Djamel « Les huiles essentielles », Office des Publications Universitaire Algérienne "10/2010", p 29-30.
- [20] Y.Fillatre, « Produits phytosanitaires : développement d'une méthode d'analyse multi-résidus dans les huiles essentielles par couplage de la CPL avec SM en mode tandem », Thèse de doctorat de l'école doctorale : matières, molécules, matériaux des pays de Loire. 20, 2011.
- [21] M.Hammouchi, « Les plantes médicinales et aromatiques marocaines » Edition FEDALA, Mohammedia, 1999.
- [22] F. Mayer, « Utilisation thérapeutiques des huiles essentielles : étude de cas en maison de retraite », Thèse de doctorat, Lorraine 16.2012.
- [23] S.Djeroum, S.Meddouri, Mémoire de fin de cycle Master 2 Sciences Alimentaires « Huile essentielle et extrait éthanolique de thymus munbyanus B. & R : étude de la composition chimique et de l'activité antioxydant ». Université de A.Mira Bejaia 2012-2013 , p4.
- [24] O.L.R. Hernandez, « Substitution de solvants et matières actives de synthèses par une combine solvant/actif d'origine végétale ». Thèse de doctorat Toulouse N18, 2005.
- [25] LC. Véronique, « Toxicité des huiles essentielles ». Thèse doctorat Université de Toulouse N 04, 2001.
- [26] F.Bardeau, « La médecine par les fleurs », Edition Robert Laffont, France 1976.

- [27] J.Beruton, « Eléments de la phytochimie et de pharmacognosie », Edition Tech et DOC, Lavoisier, Paris 1987.
- [28] P.Fournier « Livre des plantes médicinales et vénéneuses de France “Encyclopédie biologique” Tome III», Edition Le chevalier 1948, p 64.
- [29] F.Montastier, « Le myrte (Myrtus Communis L, Myrtaceac) », thèse de doctorat en pharmacie, UPS Toulouse III , N°2018, 1997.
- [30] L.Bezanger., L.Beauquesne « Les plantes dans la thérapeutique moderne », Edition Maloine, 1990, p 191-297.
- [31] D. Ciccarelli, F.Garbari, A.M PAGNI « The flower of Myrtus Communis (Myrtaceac) (secretory structures unicellular papillac, and their ecological rôle (department of Biology university of pisa, via Lucaghini5, I-56126 pisa », Received 19 septembre 2006 accepted 25/01/ 2007.
- [32] I.Fourasté, « Le Myrtus communis L » faculté des sciences pharmaceutiques de Toulouse Edition Pierre Fabre (code 187192 F), France, 2014.
- [33] [http:// www.oinsdetoi.com/huiles essentielles -bio/myrte-α-cinéole-bio](http://www.oinsdetoi.com/huiles_essentielles_-bio/myrte-α-cinéole-bio), consulté le 12/04/2017 à 10h00.
- [34] M. Wichtl, R.Anton , « Plantes thérapeutiques », 2ème Edition, Edition TEC et Doc Lavoisier, Paris, 2003, p 85.
- [35] B.Bezanger, M.Pinkas, M,Torck , « Les plantes dans la thérapeutique moderne »Edition Maloine, 1975.
- [36] F. BabaAissa, « Encyclopédie des plantes utiles Flore d'Algérie et du Maghreb », 1999.
- [37] G.Debuige, « La Rousse des plantes qui guérissent », Librairie Larousse 1984.
- [38] M.Wichtl , R.Anton , « Plantes thérapeutiques tradition pratiques officinale science et thérapeutique », Edition Tech et Doc, 1999.

- [39] M.Kafkas, S.Guney, H. Sadi ghazadi , L.Dirim and S.Kefayat, «Volatile compounds of selected white and black myrtle (Myrtus Communis), type from Mediterranean region of Turkey», Journal of Medicinal Plants Research, 2013,p 1244.1248.
- [40]D.Kalachanis, GK.Psaras, « Structure and development of spectroscopy cavities of Myrtus communis leaves Biologia plantarum », 2005, p105-110.
- [41] F.Montastier «Le Myrte - Myrtus communis L. (Myrtaceae) ». Thèse de doctorat en Pharmacie, UPS Toulouse III, n° 2018,1997.
- [42] J.V.Hellemont, « Compendium de phytothérapie ». Edition APB, 1986, p260.
- [43] B.Benjilali, « Extraction des plantes aromatiques médicinales, cas particulier « Entraînement a la vapeur d'eau et ses équipements », Thèse doctorat institut agronomique vétérinaire, Maroc 2004.
- [44] F.M.Lanacas, Cavicchioli, et J.High Resolutb (journal of Chromatogr.13), 1990 p207.
- [45]B.Djillali, « Polycopie de cours master 02 contrôle de qualité « extraction et identifications des huiles essentielles », (U.S.T Oran) (faculté de chimie) 2015/2016.
- [46]M.Elisabeth Lucc, thèse sur « Extraction sans solvant assisté par micro-ondes conception et application des huiles essentielles à l'extraction des huiles essentielles » Université de la réunion, 13/07/2005, p 59-71.
- [47] M.Taoussi, « Extraction des huiles essentielles : effet de la technologie utilisée sur le RD% et la composition chimique de l'huile essentielle, application à l'eucalyptus camaldulensis DEHN », mémoire 3ème cycle agronomique option industries agricoles et alimentaires : I.A.V Hassane II 1992.
- [48] M.D. Castro de Luque and L.E. Garcia-ayus « Soxhlet extraction of solid », 1998.
- [49] Luque-garcia j.L, and M.D luque de castro « Ultrasound assisted soxhlet extraction: An expeditive approach for solid sample treatment-application to the extraction of total fat from oleaginous seeds», Journal of chromatography A 1034, 2004, p 213-242.

- [50] S.Djadoun , « Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive assisté par micro-ondes », mémoire de magister , UMMTO 2007, p 04-13.
- [51] <http://www.lachimie.fr/materiel/extraction.php> consulté le 02/04/2017 à 18h00.
- [52] Dictionnaire de l'Académie française, t 2, Imprimerie nationale/Fayard, 8^e éd, Paris, 2005.
- [53] M.Chavanne, G. Beaudoin, A. Julien., E.Armand « chimie organique expérimentale » Edition MODULO "CANADA" 1986. p.149-307.
- [54] <http://threefarmers.ca/extraction-par-pression-a-froid/> consulté le 07/04/2017 à 19h50.
- [55] E.Legast. L.Peyron, « IX congrès international des huiles essentielles »,Singapour,1983.
- [56] A. Zlotorzynski, « Micro-waves assisted extraction of essentials oils from vegetal material» journal of Anal chem. 25(1), 1995, p 43-76.
- [57] http://www.portail-fluides-supercritiques.com/fileadmin/user_upload/fiches_procedes/extraction_par_eau_subcritique.pdf consulté le 08/04/2017 à 21h 51.
- [58] K. Möller, « La distillation à l'alambic, un art à la portée de tous », Editorial UNICO 2008, P152.
- [59] J.Leybros et P.Fremeaux. « Extraction solide-liquide, aspect théorique », Edition Techniques de l'ingénieur, Paris, 1990, p 7-8.
- [60] C. J.Cicile, « Distillation. Absorption Etude pratique », Edition Techniques de l'ingénieur 2002, p 1-20.
- [61] J. Leybros et P.Fremeaux , « Extraction solide-liquide, aspect théorique. », Techniques de l'ingénieur , 1990, p 7-8.
- [62] J.Valnet, « Traitement des maladies par les essences des plantes », Edition Maloine n°10 1984 et "Aromathérapie", Edition Maloine, 2000.
- [63] Z.Mohandi, thèse doctorat «Etude du pouvoir antioxydant des huiles essentielles et flavonoides de quelques plantes de la région de Telemcen », Université de Aboubaker Belkaid Telemcen faculté des sciences, 2005-2006, p89-92.

- [64] AFNOR NFT75-113-2000, huiles essentielles'' échantillonnage et méthodes d'analyses monographiques relatives aux huiles essentielles (Tome 02).
- [65] M. Chavanne, « Chimie organique Expérimentale », Edition Modulo Canada, 1986.
- [66] AFNOR NFT75-112-2000, huiles essentielles'' échantillonnage et méthodes d'analyses monographiques relatives aux huiles essentielles (Tome 02).
- [67] <http://www.byk.com/fileadmin/byk/support/instruments/theory/physical-proprietés/fr/intro-viscosité.pdf> consulté le 13/05/2017 à 10h20min.
- [68] A.K, Kiritsakis, W. Christie, « Analysis of E Edible oils In: handbook of oliveoil, analysis and properties, An aspen publication, Aspen publishers, In Gaithersburg, Maryland», 2007, p 129-158.
- [69] M. Njussa , « Etude des propriétés physico-chimiques des huiles végétales camerounaises ». Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du D.I.P.E.S.II, 1999, p 50.
- [70] J. Djom , « Suivi de la palmisterie du processus de fabrication de l'huile de palme et contrôle de qualité des produits finis ». Mémoire de fin d'étude. ENSIAAAC .Université de n'Gaoundéré. 2001, p51.
- [71] Olympiades de la chimie (07/02/2007 épreuves pratiques des éliminatoires régionales Poitou-Charentes), « <http://www.olympiadeschimie.fr/Concours%202007/Poitiers/sujetTP06-07.pdf> ».
- [72] AFNOR, « Recueil de normes françaises des corps gras, graines oléagineuses et produits dérivés », 3^o édition, Paris (1984).
- [73] AFNOR NF ISO 1242 (T 75-103), 1999- Huiles essentielles. - Détermination de huiles essentielles -Détermination de l'indice d'acide - Méthode de référence (homologuée le 5 septembre 1994). Journal officiel du 23 février 1999, Num. 147 : Avis relatifs à l'homologation et à l'annulation de normes. NOR : ECOI9910009V.
- [74] N. Allende « Livre blanc spectroscopie Infrarouge », Edition shimadzu (excellence science) France ,2015, p09.

- [75] AFNOR, « Recueil des normes, les huiles essentielles tome 02, (Afnor paris 2000, 661-663).
- [76] Atta M.B , some characteristics of nigella (nigella sativa L) seed cultivated in Egypt and its lipid profile. Food Chemistry Vol 83 n 1, 2003, p 63-68.
- [77]www.oleassence.fr donné par Christine Cuisiviez (pharmacienne experte en dermatologie-cosmétique) France.
- [78]http://lucbor.fr/myrte_vert.pdf (pharmacopée européenne 2012), consulté le 25/04/2017 à 15h00.
- [79] Wolff J.P, « Méthodes générales d'analyse; dosage des produits d'oxydation »Edition, Xavier PAGÈS-XATART-PARÈS, 2012.
- [80] Revue nature & technologie, A-sciences fondamentales et engineering, n°11/juin 2014, p 7-13.
- [81] C.Stéphane, professeur et responsable de laboratoire de recherche en sciences appliquées à l'alimentation INRS-Institut 1B7 Monique.(Lacroix@iaf.inrs.ca.).

Résumé

L'objectif de la présente étude est l'extraction et la caractérisation d'une huile essentielle de myrte vu son effet thérapeutique (activité, antiseptique, antibiotique et paraticide), par différentes méthodes (hydrodistillation, soxhlet et macération). Les résultats obtenus montrent que: la masse d'huile essentielle récupérée dans la matière végétale sèche est supérieure à celle de la fraîche; le rendement maximal est atteint pour: une durée d'extraction de deux heures; à 150°C; pour la granulométrie la plus fine (0,5mm), en utilisant l'éthanol comme solvant.

Le rendement en huile essentielle, obtenue par la méthode soxhlet est nettement supérieur à celui obtenu par les autres procédés d'extraction (hydrodistillation et macération), en effet, il obéit à l'ordre suivant :

$RD_{\text{Soxhlet}} (38,23\%) > RD_{\text{Macération}} (17,10\%) > RD_{\text{Hydrodistillation}} (2,34\%)$.

La caractérisation physico-chimique, montre que notre huile est de bonne qualité.

L'analyse par spectroscopie IR, de notre huile a permis d'identifier les composés suivants : le linalol et le myrténol.

Mots clés : Huile essentielle, Extraction, Caractérisation, Myrte.

Abstract

The objective of this study is the extraction of an essential oil from myrte due to its therapeutic effect (activity, antiseptic, antibiotic and paraticide), by various methods (hydrodistillation, soxhlet and maceration). The results obtained show that: the mass of essential oil recovered in the dry vegetable matter is greater than that of fresh; The maximum efficiency is achieved for: a two-hour extraction period; At 150°C; For the finest particle size (0.5 mm), using ethanol as solvent.

The yield of essential oil obtained by the soxhlet method is clearly higher than that obtained by the other extraction processes (hydrodistillation and maceration), in fact it obeys the following order:

$RD_{\text{Soxhlet}} (38.23\%) > RD_{\text{Maceration}} (17.10\%) > RD_{\text{Hydro-distillation}} (2.34\%)$.

The physicochemical characterization shows that our oil is of good quality.

IR spectroscopic analysis of our oil made it possible to identify the following compounds: linalool and myrtenol.

Key words: Essential oil, Extraction, Characterization, Myrtle.