

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université A. MIRA – BEJAIA

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés



MEMOIRE DE FIN DE CYCLE

En vue de l'obtention du diplôme de master en

Génie chimique

Thème

**Etude de l'extraction de l'huile essentielle d'eucalyptus radié et
globulus, caractérisation physico-chimique et chromatographie
HPLC**

Présenté par :

IMLOUL Manel

BOURIDAH Yasmine

Soutenu le 11/10/2021

Devant les membres du jury :

Mme N. ROUBA

Maitre de conférences

Présidente

Mme Z. BOUARICHE

Maitre assistante

Examinatrice

Mr R. KETRANE

Maitre de conférences

Encadrant

Année Universitaire : 2020/2021

Remerciements

Nous exprimons toute notre gratitude à notre encadreur le ***Dr R.Ketrane*** pour ses merveilleux conseils et son aide pendant notre travail de fin d'études.

Nos remerciements vont aussi aux membres du jury qui ont bien voulu nous faire l'honneur d'évaluer ce travail.

Nous remercions également le personnel du laboratoire pour leur aide et leur disponibilité, particulièrement : Mme Amrani.

Nous tenons à remercier tous ceux qui de près ou de loin nous ont aidés à réaliser ce modeste travail, particulièrement L.Tawzinate et Mr Yahiaoui. Ainsi que l'ensemble des enseignants du département de génie des procédés.

Dédicace

Avec l'aide et la grâce de Dieu j'ai pu réaliser ce modeste travail que je dédie particulièrement:

A ma très chère MAMAN, symbole de la bonté et de la générosité. Aucune dédicace ne saurait être assez éloquente pour exprimer ce que tu mérites pour tous les sacrifices que tu n'as cessé de me donner depuis ma naissance.

A mon très cher PAPA qui a toujours cru en moi et a mis à ma disposition tous les moyens nécessaires pour que je réussisse, aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour toi.

A mon frère Athmane et ma sœur Yasmine pour le bonheur d'avoir grandi ensemble et pour tous les bons moments que l'on continue à passer, Je vous souhaite un avenir plein de joie, de bonheur et de succès là ou vous êtes.

A la mémoire de ma copine Kami.

A ma grande famille IMLOUL et YOUSFI.

A mes amis : Yasmine, Nesrine, Mélissa, Thania, Soumia et Amine.

A toute personne qui m'a aidée, particulièrement Sabrina et Ariane. Je vous remercie.

Je dédie ce travail à :

Ma mère, pour son amour, ses encouragements et ses sacrifices.

Mon père, pour son soutien, son affection et la confiance qu'il m'a accordé.

Mon grand frère Amine et mon frère jumeau Abderrahmane.

Mes grands parents paternels et maternels et à toutes ma famille.

Mes copines Soumia et Nesrine et à la mémoire de ma copine kami

Sommaire

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste d'abréviations

Introduction 1

Chapitre I : Généralités sur les huiles essentielles

I.1.Historique 3

I.2.Définition 4

I.3.Localisation des huiles essentielles 5

I.4.Composition..... 5

I.4.1. Composition volatile 5

I.4.2. Chémo type 8

I.5.Choix de la méthode d'extraction 9

I.5.1. Principaux paramètres d'extraction 9

I.5.2. Paramètres influençant l'extraction 9

I.5.2.1. Matière végétale 9

I.5.2.2. Nature et état du solide et du soluté 10

I.5.2.3. Nature, concentration et volume du solvant..... 10

I.5.2.4. Température et pression 10

I.6.Caractérisation des huiles essentielles 10

I.6.1. Caractérisation organoleptique 11

I.6.2. Caractérisation physique 11

I.6.3. Caractérisation chimique 12

I.7.Méthodes d'analyses 12

I.7.1. Chromatographie sur couche mince 13

I.7.2. Chromatographie en phase gazeuse..... 14

I.7.3. Chromatographie en phase liquide 14

I.7.4. Chromatographie HPLC..... 15

Chapitre II : Procédés d'extraction et propriétés des huiles essentielles

II.1. Techniques d'extraction 17

II.1.1. Entraînement à la vapeur 17

II.1.2. Hydrodistillation 18

II.1.3. Hydrodiffusion..... 18

II.1.4. Expression à froid 19

II.1.5. Extraction par micro-ondes 20

Sommaire

II.1.6. Extraction au CO ₂ supercritique	20
II.1.7. Extraction des extraits aromatiques par solvant organique sur appareillage Soxhlet.....	21
II.2. Activités biologiques et pharmacologiques	22
II.2.1. Propriétés pharmacologiques.....	22
II.2.2. Propriétés biologiques.....	22
II.3. Toxicité des huiles essentielles	23
II.4. Hydrolat	24
II.5. Conservation des huiles essentielles.....	25
II.6. Aspect économique.....	25
Chapitre III Eucalyptus	
III.1. Histoire de l'eucalyptus.....	27
III.1.2. Composition de la feuille de l'eucalyptus par la pharmacopée européenne	28
III.1.3. Utilisation d'eucalyptus.....	29
III.2. Eucalyptusglobulus.....	30
III.2.1. Etude botanique.....	30
III.2.2. Description de l'eucalyptus globulus	30
III.2.3. Huile essentielle de l'eucalyptus globulus.....	31
III.2.3.1. Composition chimique.....	31
III.2.3.2. Propriétés de l'huile essentielle de l'eucalyptus globulus.....	31
III.2.3.3. Utilisation de l'eucalyptus globulus.....	32
III.3. Eucalyptus radié	33
III.3.1. Etude botanique.....	33
III.3.2. Description de l'eucalyptus radié.....	33
III.3.3. Huile essentielle d'eucalyptus radié	34
III.3.3.1. Composition chimique.....	34
III.3.3.2. Propriétés de l'huile essentielle d'eucalyptus radié.....	34
III.3.3.3. Utilisation de l'eucalyptus radié	35
III.4. Caractéristiques physico chimiques de l'HE d'eucalyptus.....	36
Chapitre IV partie expérimentale	
Partie A : Hydrodistillation	37
IV.A.1. Matériel végétal.....	37
IV.A.2. Matériel et produits de laboratoire	38
IV.A.3. Méthode d'extraction de l'huile essentielle.....	38
IV.A.3.1. Principe de l'extraction par hydrodistillation	38
IV.A.3.2. Protocole d'extraction par hydrodistillation	39

Sommaire

IV.A.4. Rendement des huiles essentielles.....	40
IV.A.5. Caractérisation physico-chimique.....	40
IV.A.6. Analyse chromatographique haute performance (HPLC).....	41
IV.A.6.1. Principe.....	42
IV.A.6.2. Appareillage.....	42
IV.A.6.3. Protocole HPLC.....	43
IV.A.6.3.1. Condition opératoire.....	43
Partie B : entrainement à la vapeur.....	44
IV.B. Extraction par entrainement à la vapeur.....	44
IV.B.1. Matériel et méthode.....	44
IV.B.2. Principe d'extraction par entrainement à la vapeur.....	45
IV.B.3. Mode opératoire.....	45
 Chapitre V : Résultats et discussion	
V.A.1.Séchage à l'air libre des feuilles d'eucalyptus.....	46
V.A.2.Rendement de l'huile essentielle.....	47
V.A.2.1. Rendement de l'huile essentielle d'eucalyptus radié.....	47
V.A.2.1.1. Rendement de l'huile essentielle d'eucalyptus radié frais.....	48
V.A.2.1.2. Rendement en l'huile essentielle des feuilles d'eucalyptus radié Séchée.....	49
V.A.2.2. Rendements de l'eucalyptus radié en tenant compte de l'état du végétal.....	50
V.A.2.3. Rendement de l'huile essentielle d'eucalyptus globulus.....	52
V.A.2.3.1. Rendement de l'huile essentielle d'eucalyptus globulus frais.....	52
V.A.2.3.2. Rendement en l'huile essentielle d'eucalyptus globulus séché.....	53
V.A.2.4. Rendements de l'eucalyptus globulus en tenant compte de l'état du végétal....	54
V.A.3.Caractérisation des huiles essentielles d'Eucalyptus.....	55
V.A.3.1.-Caractérisation organoleptique.....	55
V.A.3.2. Caractérisation physico-chimique.....	55
V.A.3.2.1. Indice de réfraction et densité.....	55
V.A.3.2.1.1. Indice e réfraction.....	55
V.A.4.Conclusion.....	56
Partie B.....	58
V.B.1.Le rendement de l'huileessentielle.....	58
V.B.1.2. Rendement de l'huile essentielle d'eucalyptus globulus.....	58

Sommaire

V.B.1.1.1. Eucalyptusglobulus frais	58
V.B.1.1. Rendement de l'huile d'Eucalyptus globulus séché.....	59
V.B.1.3. Rendement de l'huile essentielle d'eucalyptus radié	59
V.B.2.Conclusion	60
V.C. Analyse chromatographique haute performance (HPLC)	60
V.C.1.Les chromatogrammes des extraits des feuilles d'eucalyptus obtenus par hydrodistillation	60
V.C.2.Les chromatogrammes des échantillons obtenus par entrainement à la Vapeur.....	62
V.C.3.Les chromatogrammes des standards utilisés.....	63
Conclusion	67
Références bibliographiques.....	69

Liste des figures

Liste des figures

Figure 1 : Principales opérations industrielles d'extraction des plantes aromatiques.

Figure 2 Exemple de structure de terpène

Figure 3 Eléments nécessaire pour réaliser une CCM

Figure 4 Illustration d'une chromatographie : mode opératoire

Figure 5 représentations schématiques d'un système chromatographie en phase gazeuse

Figure 6 Représentations schématique d'un système chromatographie en phase liquide

Figure 7 Représentations schématique d'un système HPLC

Figure 8 Entraînement à la vapeur d'eau

Figure 9 Montages de l'hydrodistillation

Figure 10 Montages de l'hydrodiffusion

Figure 11 Schéma démonstratif d'une expression à froid à l'aide d'une presse

Figure 12 Système d'extraction des huiles essentielles par micro-ondes.

Figure 13 : Système d'extraction des huiles essentielles par CO₂ supercritique.

Figure 14 Système d'extraction des huiles essentielles par soxhlet

Figure 15 Exemple de feuilles d'Eucalyptus globulus

Figure 16 Exemple de feuilles d'Eucalyptus radié

Figure 17 Feuilles d'Eucalyptus globulus

Figure 18 Feuilles d'Eucalyptus radié

Figure 19 Dispositifs expérimental de l'hydrodistillation

Figure 20 HE de feuilles d'eucalyptus séchées durant l'opération de décantation

Figure 21 Dispositifs de l'entraînement à la vapeur

Figure 22 Evolutions de la masse végétale (ER) Au cours Du stockage à l'air libre

Figure 23 Evolutions de la masse végétale (EG) au cours du stockage à l'aire libre

Figure 24 Evolutions du rendement en HE d' ER frais en fonction du rapport M/V

Figure 25 HE d'ER séchée

Figure 26 Evolution du rendement en HE d'ER séché en fonction du rapport M/V

Liste des figures

Figure 27 : La comparaison des rendements d'ER frais et sec en fonction de la masse végétale.

Figure 28 Evolutions du rendement en HE d' EG frais en fonction du rapport M/V

Figure 29 Evolutions du rendement en HE d' EG séché en fonction du rapport M/V

Figure 30 La comparaison des rendements d'EG frais et sec en fonction de la masse végétale

Figure 31 : HE d'EG frais

Figure 32 : Analyses chromatographique HPLC de l'extrait des feuilles d'eucalyptus globulus frais obtenue par hydrodistillation

Figure 33 : Analyses chromatographique HPLC de l'extrait des feuilles d'eucalyptus globulus séchée obtenue par hydrodistillation

Figure 34: analyses chromatographique HPLC de l'extrait des feuilles d'eucalyptus radié frais obtenue par hydrodistillation

Figure 35 : Analyses chromatographique HPLC de l'extrait des feuilles d'eucalyptus radié séchée obtenue par hydrodistillation

Figure 36 : Analyses chromatographique HPLC de l'extrait des feuilles d'eucalyptus globulus séchée obtenu par entraînement à la vapeur

Figure 37 : Analyses chromatographique HPLC de l'extrait des feuilles d'eucalyptus globulus commercial

Figure 38 : Chromatogramme HPLC de l'Acide gallique

Figure 39 : Chromatogramme HPLC de l'Acide caféique

Figure 40 : Chromatogramme HPLC de la catéchine

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau I Exemple de monoterpène

Tableau II Exemple de sesquiterpène

Tableau III Exemple d'alcools, aldéhydes et phénols

Tableau IV Top 10 des intoxications par les huiles essentielles en France

Tableau V Huiles essentielles les plus demandées sur le marché mondial

Tableau VI Composition de la feuille de l'eucalyptus

Tableau VII Composition chimique de l'huile essentielle de l'eucalyptus radié

Tableau VIII Normes Internationales des essences d'Eucalyptus riche en eucalyptol

Tableau IX Matériel et produit utilisé avec le procédé de l'hydrodistillation

Tableau X : Matériel et produit utilisé avec le procédé entraînement à la vapeur

Tableau XI Evolution de la masse végétale(ER) au cours du stockage à l'air libre

Tableau XII Evolution de la masse végétale(EG) au cours du stockage à l'air libre

Tableau XIII Teneur en eau et le taux d'humidité d'ER et d'EG

Tableau XIV Rendement de l'huile essentielle d'eucalyptus radié frais par hydrodistillation

Tableau XV Rendement de l'huile essentielle d'eucalyptus radié séchée par hydrodistillation

Tableau XVI Rendements des huiles essentielles pour le végétale frais et sec d'ER.

Tableau XVII Rendement de l'huile essentielle d'eucalyptus globulus frais par hydrodistillation

Tableau XVIII Rendement de l'huile essentielle d'EG séchée par hydrodistillation

Tableau XIX Rendements des huiles essentielles pour le végétale frais et sec d'EG.

Tableau XX Les caractères organoleptiques de L'HE de l'EG et de l'ER

Tableau XXI Masses de pycnomètre

Tableau XXII Les caractéristiques physico-chimique d'EG , ER frais, séché et commercial sont représentées dans le tableau ci-dessous

Tableau XXIII Rendement de l'huile essentielle d'eucalyptus globulus frais par entraînement à la vapeur

Liste des tableaux

Tableau XXIV Rendement de l'huile essentielle d'eucalyptus globulus séchée par entraînement à la vapeur.

Tableau XXV Rendement de l'huile essentielle d'eucalyptus radié frais et séchée par entraînement à la vapeur

Tableau XXVI. Temps de rétention

Liste d'abréviations

Liste d'abréviations:

AFNOR: Association Française de Normalisation

CAPTIV: Centre antipoison et de toxico vigilance

EG: Eucalyptus Globulus

ER: Eucalyptus Radié

EGC: Eucalyptus Globulus commercialisé

EGF: Eucalyptus Globulus frais

EGS: Eucalyptus Globulus séché

ERC: Eucalyptus Radié commercialisé

ERF: Eucalyptus Radié frais

ERS: Eucalyptus Radié séché

HE: Huile Essentielle

HSV: Virus herpès simplex

ISO: Organisation Internationale de Standardisation

NF: Norme Française

pH: Potentiel hydrogène

R_{He}: Rendement en Huile Essentielle

Introduction

Introduction [1,2]

À partir du 19^{ème} siècle, la phytothérapie prend un virage à 180 degrés grâce à l'apparition de la chimie moderne qui permet l'identification et la caractérisation des substances actives présentes dans les plantes.

La phytothérapie est une alternative aux traitements médicamenteux. En effet, il s'agit d'une solution qui permet de se soigner en utilisant les vertus des plantes dites médicinales.

Le terme aromathérapie est un néologisme inventé en 1936 par le chimiste lyonnais R.M. Gattefossé pour désigner la thérapeutique par les huiles essentielles (H.E.).

D'une manière générale, l'aromathérapie peut se définir comme une thérapeutique naturelle utilisant les extraits de plantes aromatiques pour soigner ou prévenir les maladies ; elle s'intègre dans le cadre de la phytothérapie qui, elle, fait appel à toutes les plantes dotées de vertus médicinales.

Les huiles essentielles sont connues et utilisées pour leurs parfums, leurs vertus cosmétiques et pour leurs propriétés thérapeutiques. Chaque huile possède des propriétés spécifiques liées aux différents composants qu'elle contient. Leur composition chimique est d'une grande complexité, ce qui les rend inimitables, car chaque HE regroupe en réalité plusieurs substances aromatiques très élaborées et très différentes. On peut les recueillir de toutes les parties de la plante (fleurs, fruits, graines, écorces, tiges, ou parfois de la plante entière).

Dans notre étude nous avons choisi les feuilles d'eucalyptus de deux types différents globulus et radié.

Cette plante est connue pour son effet thérapeutique qui permet de soigner les bronchites, la toux, les rhumes ou la sinusite, pour ses vertus sur l'appareil respiratoire, dues surtout au cinéol (eucalyptol) contenu dans les feuilles. Son utilisation peut se faire par des fumigations, des infusions, des décoctions, ou pour extraire l'huile essentielle.

Le but de notre travail est l'optimisation du rendement des huiles essentielles par deux procédés, l'étude des propriétés physico-chimiques et l'identification des composés chimiques d'une huile essentielle.

Pour ce faire, nous avons subdivisé notre travail de recherche en cinq chapitres :

- Le premier chapitre représente : les huiles essentielles (HE), les caractéristiques et les méthodes d'analyses.

Introduction

- Le deuxième chapitre est dédié aux procédés d'extraction et les propriétés des huiles essentielles.
- Le troisième chapitre présente les plantes, leurs compositions, leurs propriétés et leur utilisation.
- Le quatrième chapitre décrit la mise en œuvre des techniques d'extraction: l'hydrodistillation, l'entraînement à la vapeur, l'optimisation des paramètres d'extraction et l'identification des composés chimiques.
- Le cinquième chapitre regroupe les principaux résultats et discussions.

Chapitre I

Généralités sur les huiles essentielles.

Généralités sur les huiles essentielles

I.1.Historique [3]

Dans toutes les parties du globe, les civilisations ont montré un intérêt manifeste pour les plantes aromatiques en médecine, en cuisine, en cosmétologie et en parfumerie. Pour cela l'homme a toujours privilégié les plantes non seulement à des fins domestiques et alimentaires, mais aussi dans un but thérapeutique évident.

Au Moyen-Orient ; les arabes, géographiquement situés à la jonction entre l'orient et l'occident, ont activement participé aux techniques de distillation des huiles essentielles.

En chine ; dès les époques les plus reculées, des plantes aromatiques (cannelle, poivre, gingembre) ont été utilisées pour lutter contre les épidémies.

La civilisation la plus avancée dans l'usage des huiles essentielles fut l'Égypte, à la période faste des pharaons. Les familles royales appréciaient également les essences de plantes. La reine Hatshepsout, l'une des rares femmes égyptiennes qui eut accès au pouvoir entre 1490 et 1468 av. J.C, fut une passionnée de parfum et de cosmétiques. Sous son règne, le commerce des résines, des épices et des essences de plantes connut une expansion sans précédent ; commençant au palais royal et se répandant par la suite parmi les prêtres et le peuple. Les essences furent utilisées aussi dans la médecine et pour produire les vins aromatiques et surtout dans l'embaumement des momies. Les techniques utilisées à cette époque pour extraire les principes actifs des végétaux, par exemple l'extraction de l'essence de térébenthine, sont : la macération, l'enfleurage et une forme archaïque de distillation.

Ce sont les égyptiens qui introduisirent les romains, les grecs et les hébreux à l'aromathérapie, particulièrement dans le domaine de la parfumerie.

Les mayas utilisaient les essences de plantes pour guérir les infections et les plaies.

Il fallait attendre les années mille de notre ère, pour que le grand philosophe et médecin Avicenne invente la cornue réfrigérante, une découverte extraordinaire qui permit la distillation. Il distille la première huile essentielle pure : *Rosa Centifolia*.

Ce n'est qu'au début du 20^{ème} siècle, qu'on assiste à un regain d'intérêt et à la popularité de l'aromathérapie grâce au chimiste français René Maurice Gattefossé. L'aromathérapie moderne était née.

I.2. Définition

Une huile essentielle, noté HE, ou parfois essence végétale est un liquide concentré en substances et molécules issues du métabolisme végétal (terpénoïdes et molécules aromatiques). Il s'agit d'une substance complexe qui contient des molécules aromatiques dont l'action bénéfique sur la santé est étudiée et mise en pratique par l'aromathérapie. Les HE combinent des molécules très variées (en moyenne une centaine de molécules différentes pour une seule essence : terpènes, cétones, alcools, esters, aldéhydes...) [3]. Elle est extraite par distillation puis séparée de la phase aqueuse généralement par un processus physique qui n'entraîne pas de changements significatifs dans sa composition [4].

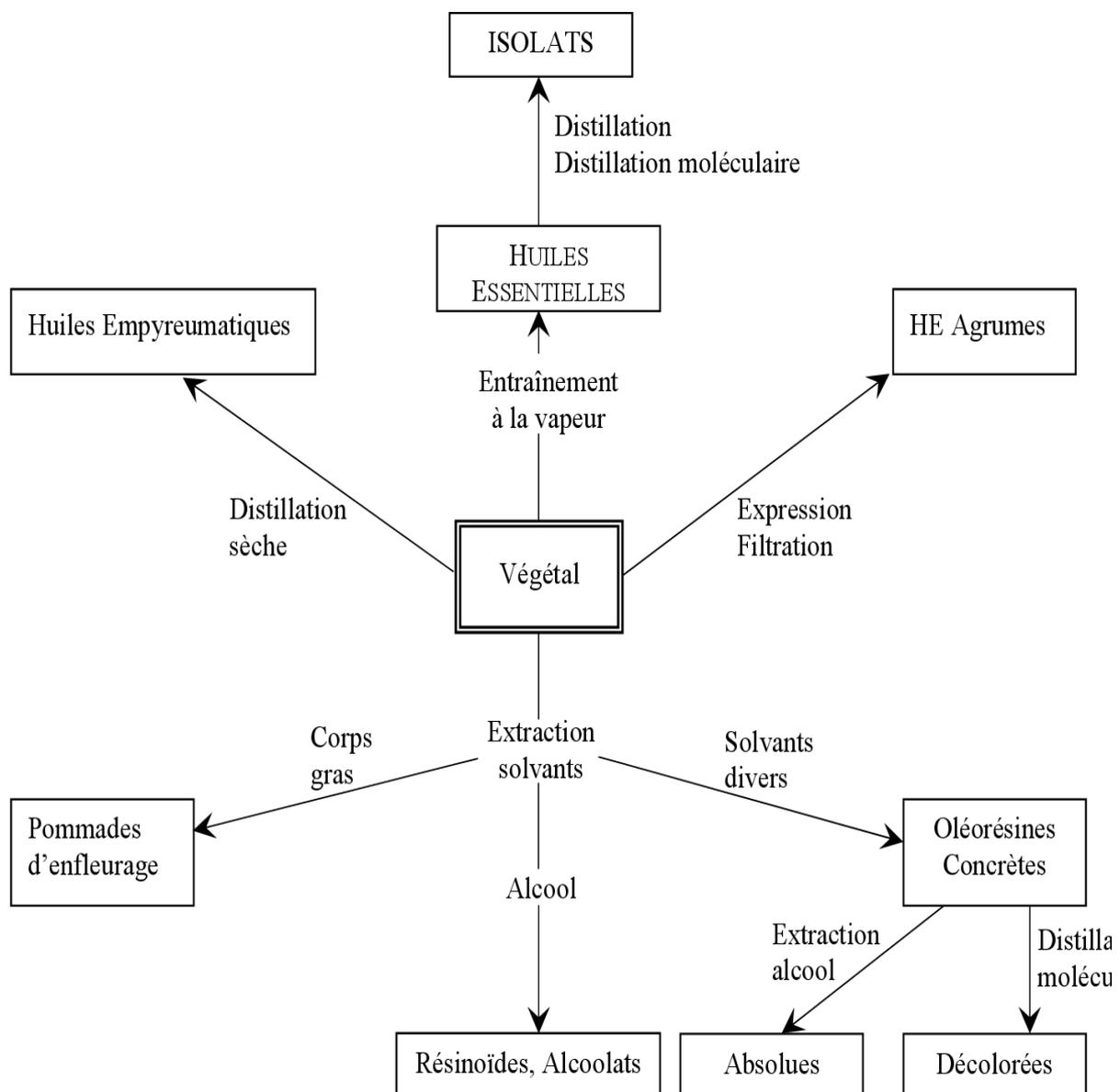


Figure 1 : Principales opérations industrielles d'extraction[5].

I.3. Localisation des huiles essentielles

Les HE sont synthétisés et accumulés dans des structures histologiquement spécialisées. On retrouve ces structures sur ou à proximité de la surface de la plante et dans tous les organes végétaux [6].

On peut distinguer :

- tissus à sécrétion externe (situés à l'extérieur de la plante).
- tissus à sécrétion interne (situés à l'intérieur de la plante).
- cellules à sécrétion intracellulaire.

Elles sont aussi stockées dans les trichomes glandulaires, les cavités, ou les canaux [7].

Par exemple on trouve de l'HE dans les feuilles (Thym, Menthe, Eucalyptus, Laurier), dans les fleurs (Lavande, Rose, Oranger), dans les tiges, les graines et les fruits, rarement dans les organes souterrains (racines et rhizomes) et on les retrouve aussi dans les écorces et le bois (Cannelle, Bois de Rose) [8].

I.4. Composition

I.4.1. Composition volatile

L'activité thérapeutique d'une HE est liée à sa structure biochimique. Des centaines de composés volatils appartenant à des terpènes ont été identifiés dans les HE [9].

Rappelons ici que les terpènes sont des composés produits du couplage de plusieurs unités « isopréniques » (C_5H_8); deux unités pour les monoterpènes ($(C_5H_8)_2$) et trois pour les sesquiterpènes ($C_{15}H_{24}$).

Les terpénoïdes sont responsables de la couleur et de l'odeur des plantes et des épices et possèdent une variété de propriétés biologiques et pharmacologiques telles que : antivirales, anti-inflammatoires, anti-œdémateuses, cytoprotectives, immunomodulatrices, analgésiques, antibactériennes et antifongiques [10].

Seuls les terpènes les plus volatils, c'est-à-dire ceux de faible poids moléculaire, y sont rencontrés dans les huiles essentielles, soit les monoterpènes et les sesquiterpènes et exceptionnellement, quelques diterpènes ($C_{20}H_{32}$) [11].

On retrouve aussi des alcools (géraniol, α -bisabolol), des cétones (menthone, p-vétivone), des aldéhydes (citronellal, sinensal), des esters (acétate d'ot-terpinyle, acétate de cédryle), des phénols (thymol) et des flavonoïdes.

Une autre classe de composés volatils fréquemment rencontrés est celle des composés aromatiques dérivés du phénylpropane [12].

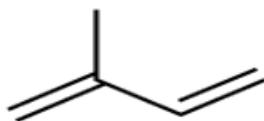


Figure 2 : Exemple de structure de terpène [13]

a-monoterpènes:

Les monoterpènes (C_5H_8)₂ sont les plus simples constituants des terpènes et c'est la majorité que l'on rencontre dans les HE (90%). Elles sont des molécules légères dont la durée de rétention est la plus courte lors de la distillation [14].

En parfumerie, les HE qui contiennent beaucoup de monoterpènes sont employées comme note de tête.

Tableau I : Exemple de monoterpène [15,16]

Huile essentielle	Exemple
Eucalyptus globuleux officinal (<i>Eucalyptus globulus</i> Labill.)	 α -pinène (> 12%)
Lentisque pistachier (<i>Pistacia lentiscus</i> L.)	α -pinène (12 à 28%) / myrcène (12 à 32%)
Lavande Vraie (<i>Lavandula augustifolia</i> Miller)	ocimène (4 à 16%)

b-Sesquiterpènes:

Les sesquiterpènes ($C_{15}H_{24}$) sont une classe de molécules aromatiques, qui agissent comme des agents défensifs. Les sesquiterpènes se trouvent dans relativement peu de plantes et dans de faibles proportions (par rapport aux monoterpènes par exemple), il est donc difficile de les extraire des plantes qui en contiennent. Ce sont des molécules dites « lourdes » car elles ne font pas partie des molécules qui s'échappent en début de distillation, bien au contraire, elles n'apparaissent qu'au milieu, voir à la fin de la distillation.

Du fait de la lourdeur des molécules qui composent ces HE, certaines d'entre elles sont utilisées comme note de fond par l'industrie de la parfumerie [17].

Tableau II : Exemple de sesquiterpène [15,16]

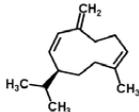
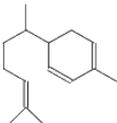
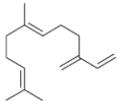
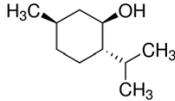
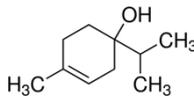
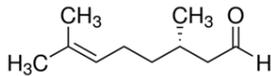
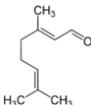
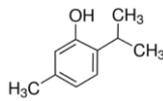
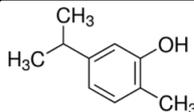
Huile essentielle	Exemple
Sauge sclarée (<i>Salvia sclarea</i> L.)	germacrène (1,5 à 7,5%) 
Gingembre (<i>Zingiber officinale</i> Roscoe)	zingibérène (30 à 35%) 
Matricaire (Camomille Allemande) (<i>Matricaria recutita</i> L.)	β -farnésène (37 à 57%) 

Tableau III : Exemple d'alcools, aldéhydes et phénols [15,16,18]

Composition	Huile essentielle	Exemple
Alcools	Menthe des champs (<i>Mentha arvensis</i> L.)	menthol (70 à 75%) 
	Tea-tree ou arbre à thé (<i>Melaleuca alternifolia</i> (Maiden) Cheel)	terpinène-1-ol-4 (>30%) 
Aldéhydes	Eucalyptus citronné (<i>Eucalyptus citriodora</i> Hooker)	citronnellal (>75%) 
	Géranium rosat (<i>Pelargonium x asperum</i> Ehrh. Ex Willd)	géranial (5 à 10%) 
Phénols	Thym vulgaire à thymol CT carvacrol (<i>Thymus vulgaris</i> L. CT <i>carvacrol</i>)	thymol (36 à 55%) 
	Origan compact (<i>Origanum compactum</i> Benth.)	carvacrol (60 à 70%) 

I.4.2.Chémotype

Le terme chémotype (race chimique) est utilisé pour la première fois en 1968 par le Dr R. Santesson et son fils, il est défini comme « un groupe chimiquement défini au sein d'une population d'individus morphologiquement indiscernables »[19].

Le chémotype est un mot dérivé de chimiotype, correspondant au composant majoritaire dont l'action est influencée et complétée par des molécules secondaires [20].

Au sein d'une même espèce de plante, la composition de l'HE de divers individus peut présenter des profils chimiques ou chémotypes différents [21].

Cette différence peut être très importante et implique par conséquent des changements considérables au niveau des propriétés chimiques et biologiques de l'HE ainsi que de ses indications et contre-indications thérapeutiques [20].

Ceci implique l'importance de classifier les HE avec leurs chémotypes pour une utilisation plus sûre et efficace [20].

I.5.Choix de la méthode d'extraction [22]

La diversité et la complexité des HE rendent le choix des processus d'extraction délicat. La méthode choisie ne doit pas conduire à la discrimination entre les composés polaires et apolaires, ni induire de réactions biochimiques, ni de dégradations thermiques, d'oxydation, de réduction, d'hydrolyse, de changement de pH ou entraîner une perte de composés volatils. Pour cela, différents paramètres et propriétés sont à prendre en compte.

Ce choix conditionne un grand nombre de caractéristiques de l'HE dont la viscosité, la couleur, la solubilité et la volatilité mais aussi son enrichissement ou son appauvrissement en certains constituants.

Le producteur d'HE devra donc choisir une méthode offrant à la fois une grande qualité d'HE et un coût de production modéré.

I.5.1.Principaux paramètres d'extraction [23]

Les paramètres à prendre en considération dans les opérations fondamentales d'extraction de matières premières naturelles aromatiques sont :

- la volatilité.
- la solubilité.
- la taille et la forme des molécules constitutives.
- L'adsorption.

I.5.2.Paramètres influençant l'extraction

I.5.2.1.Matière végétale [24 ,25]

Seules les plantes saines de l'espèce recherchée sont récoltées, en suivant une méthode de récolte la plus écologique possible.

Parmi les paramètres qui contribuent à l'obtention d'une meilleure qualité d'HE il y a : le climat, la région et la période de récolte, c'est-à-dire pendant le stade végétatif.

I.5.2.2.Nature et état du solide et du soluté [26]

La nature et l'état physique du soluté sont très importants, ils déterminent le mécanisme de transfert de matière.

Le soluté contenu dans les 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, alors la partie superficielle est dissoute en laissant un solide poreux.

La couche extérieure doit être pénétrée par le solvant avant d'atteindre le soluté situé en profondeur.

Le chemin du solvant devient de plus en plus difficile, ce qui se traduit par une diminution de la vitesse superficielle.

La dissolution ultérieure du soluté devient plus facile quand sa teneur est élevée dans le solide, ce qui permet de détruire par broyage la structure poreuse.

I.5.2.3.Nature, concentration et volume du solvant [27]

Le solvant choisi doit être pur et son point d'ébullition très faible car ça facilite son élimination en limitant la perte de composés volatils.

Donc les paramètres à prendre en considération sont la polarité des composés, leurs températures d'ébullition et la miscibilité avec les autres solvants.

I.5.2.4.Température et pression [27]

L'augmentation de la température augmentera la solubilité et la diffusivité du soluté et réduit la viscosité donc il faut une limitation pour éviter les risques d'extraction des composés nuisibles et la dégradation thermiques du soluté.

La diminution de la pression de marche entraîne un abaissement des températures d'ébullition et de condensations, contrairement à lorsque la pression est élevée la température augmente.

I.6.Caractérisation des huiles essentielles

La détermination de la qualité des HE est capitale. Elle s'évalue à travers de nombreuses analyses physiques, chimiques ou sensorielles. Très souvent, ces analyses ont été développées et mises en place par des commissions nationales et internationales d'experts de types ISO

(Organisation internationale de normalisation). D'une façon générale, les propriétés physiques et chimiques des huiles essentielles dépendent de nombreux facteurs (lieu de provenance, climat et ses diverses modifications, période de grandes pluies ou de sécheresses prolongées, époque et moyens de récolte, procédés d'extraction...etc.)

I.6.1.Caractérisation organoleptique [28]

Les HE ont des propriétés organoleptiques. Ces dernières sont les caractéristiques perceptibles propres à une substance (perçues grâce aux organes des sens : saveur, odeur, aspect et consistance de l'objet). Parmi les propriétés organoleptiques communes des HE nous pouvons citer qu'elles sont à l'état liquide à température ambiante, volatiles et entraînés par la vapeur d'eau.

I.6.2.Caractérisation physique

a-Densité [3]

La densité d'une HE est le rapport de sa masse volumique à la masse volumique d'un corps pris comme référence, de l'eau distillée à 20 °C. Cette grandeur sans dimension est mesurée selon la norme NF T 75-111 à l'aide d'un pycnomètre. La densité des HE est très souvent inférieure à 1 (densité de l'eau) et varie en fonction de leur composition chimique. Son symbole est d_{20}^{20}

b-Indice de réfraction [29]

L'indice de réfraction des HE est généralement élevé. Il est supérieur à ceux de l'eau à 20°C est égal à 1,3356. Ce dernier est de symbole n_D^T , est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux d'une longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'HE maintenue à une température constante.

La longueur d'onde utilisée est de $589,3 \pm 0,3$ nm correspondant aux radiations D_1 et D_2 du spectre du sodium. Le réfractomètre permet une lecture directe de l'indice de réfraction situé entre 1,3000 et 1,7000 avec une précision de $\pm 0,0002$. La température de référence est de 20°C sauf pour les HE qui ne sont pas à l'état liquide à cette température ; on se déplace à 25°C ou 30°C suivant leur point de fusion.

c-Pouvoir rotatoire [30]

Le pouvoir rotatoire d'une HE, α_D^T , est l'angle et/ou le degré d'angle, exprimé en milliradians, selon lequel tourne le plan de polarisation d'une radiation lumineuse d'une longueur d'onde de $589 \pm 0,3$ nm (raies D du sodium), lorsque celle-ci traverse une épaisseur de 100mm d'huile

essentielle dans des conditions de température bien déterminées. L'instrument utilisé pour cette mesure est le polarimètre.

I.6.3. Caractérisation chimique

a-Indice d'acide [31]

L'indice d'acide noté I_a , témoigne de la « fraîcheur » d'une HE et permet de vérifier sa qualité, notamment en ce qui concerne sa dégradation avec le temps durant le stockage. Cette méthode convient pour toutes les HE, sauf pour celles qui sont riches en Lactones. L'indice d'acide correspond à la masse nécessaire d'hydroxyde de potassium KOH (en milligramme) à ajouter à un gramme d'huile, afin de neutraliser tous les acides libres se trouvant dans la prise d'essai.

b-Indice de saponification [3]

L'indice de saponification noté I_s , (correspond à la masse d'hydroxyde de potassium KOH (exprimée en milligrammes) nécessaire pour saponifier les esters et neutraliser les acides non estérifiés contenus dans un gramme d'huile essentielle.

c-Indice d'ester [32]

L'indice d'ester noté I_e , correspond à la masse en mg d'hydroxyde de potassium KOH nécessaire pour neutraliser les acides libérés par l'hydrolyse des esters en milieu basique contenus dans 1g d'huile essentielle, à l'aide du dosage en retour de l'excès de potasse par une solution (initialement titrée) d'acide chlorhydrique.

I.7. Méthodes d'analyses

Les HE sont des mélanges complexes de plusieurs composés volatils et leurs paramètres sont liés à leurs compositions chimiques [3]. Leur importance dans le marché des cosmétiques, de l'industrie agroalimentaire et pharmaceutique justifie le nombre important des techniques analytiques [33].

L'analyse par chromatographie a pour but de la quantification des substances réglementées et l'identification des composés d'intérêt olfactif [3].

La chromatographie se base sur les différences d'affinités des substances à analyser à l'égard de deux phases, l'une stationnaire ou fixe et l'autre mobile.

Selon la technique chromatographique mise en jeu, la séparation des composés entraînés par la phase mobile résulte soit de leurs adsorptions et de leurs désorptions successives sur la phase stationnaire, soit de leurs solubilités différentes dans chaque phase [34].

Parmi les méthodes d'analyses par chromatographie :

- La chromatographie sur couche mince (CCM ou TLC en anglais) ;
- La chromatographie en phase gazeuse (CPG ou GC en anglais) également appelée CPV (chromatographie en phase vapeur) ;
- La chromatographie en phase liquide (CPL ou LC en anglais) ;
- La chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP ou HPLC en anglais).

I.7.1. Chromatographie sur couche mince

La chromatographie sur couche mince est une technique chromatographique apparue en 1938 avec la séparation des extraits végétaux sur une plaque d'oxyde d'aluminium par Ismailov et Schaiber [3].

Les trois grandes étapes d'analyse :

- le dépôt.
- l'élution.
- la révélation.

La phase stationnaire (couche mince) est constituée d'une substance finement pulvérisée, elle est appliquée sur une plaque de verre, de métal ou sur une feuille appropriée.

La phase mobile est le moyen de transport et elle est constituée d'un ou de plusieurs solvants.

Elle monte par capillarité dans la phase stationnaire, c'est-à-dire la couche poreuse [35].

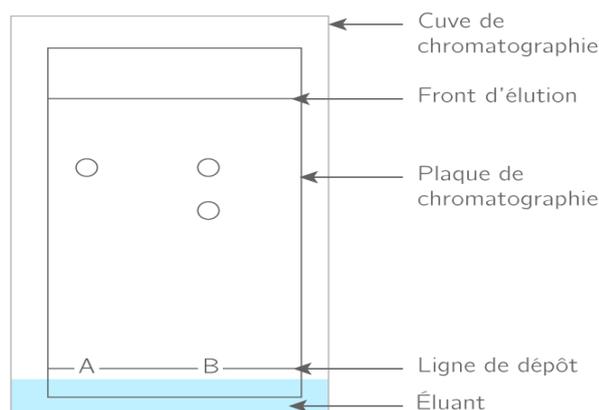


Figure 3 : Eléments nécessaires pour réaliser une CCM [36].

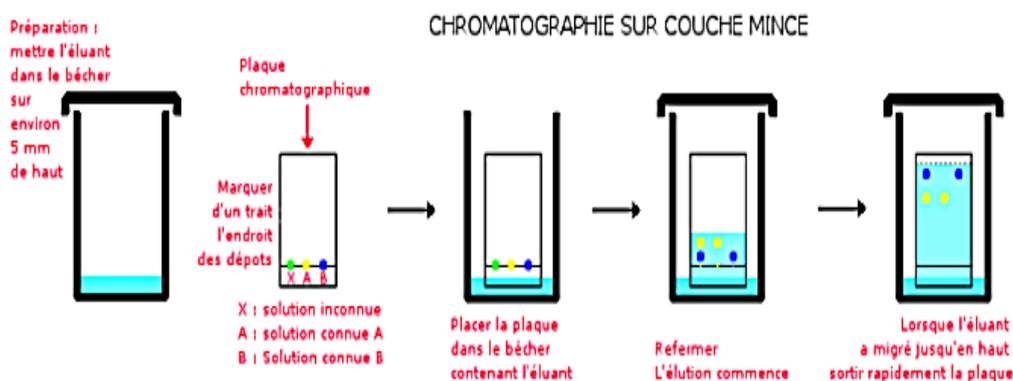


Figure 4 : Illustration d'une chromatographie : mode op ratrice [37].

I.7.2. Chromatographie en phase gazeuse

La chromatographie est un outil indispensable dans l'analyse des huiles essentielles d'ailleurs elle est utilis e depuis le milieu du si cle dernier et elle a pris une grande place d s son apparition gr ce   son cout relativement mod r , son automatisation, sa robustesse, et la large gamme de colonnes et de d tecteurs disponibles [2].

La CPG est la technique usuelle dans l'analyse des huiles essentielles. Elle permet d'op rer la s paration de compos s volatils de m langes tr s complexes et une analyse quantitative des r sultats   partir d'un volume d'injection r duit [38].

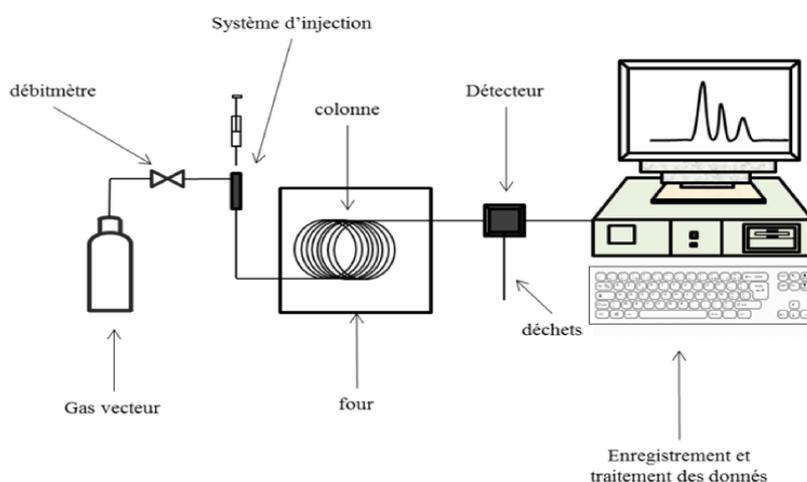


Figure 5 : Repr sentations sch matique d'un syst me chromatographique en phase gazeuse [39].

I.7.3. Chromatographie en phase liquide

La chromatographie en phase liquide est une m thode d'analyse quantitative qui s'est largement implant e dans divers secteurs, dont l'industrie pharmaceutique[40]. Ce type de chromatographie repose sur la s paration de compos s entra n s par un liquide (phase mobile)

à travers un solide divisé (phase stationnaire) qui est soit placé dans un tube (colonne chromatographique) soit fixé sur une surface inerte.

Les étapes d'analyse par LC :

- préparation de l'échantillon par l'opérateur.
- injection.
- séparation chromatographique.
- détection.

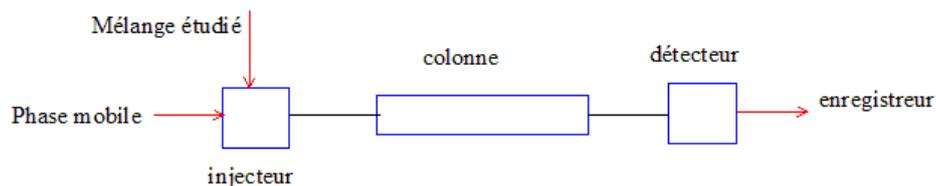


Figure 6 : Représentations schématique d'un système chromatographique en phase liquide [41].

I.7.4. Chromatographie HPLC

La chromatographie liquide à haute performance (HPLC) est une technique d'analyse et de quantification d'un grand nombre de molécules [3].

Elle permet la séparation de composés en solution élués à travers une colonne chromatographique à l'aide d'une phase mobile liquide, elle-même percolée grâce à une pression élevée [42].

Il existe une réelle interaction triple entre l'analyte, la phase stationnaire et la phase mobile basée sur l'affinité physico-chimique entre les trois [42].

La nature de la phase stationnaire et de la phase mobile liquide est dictée par les propriétés des composés cibles. Le mode de séparation est alors choisi entre l'adsorption, le partage, l'échange d'ions, les paires d'ions ou encore l'exclusion stérique [3].

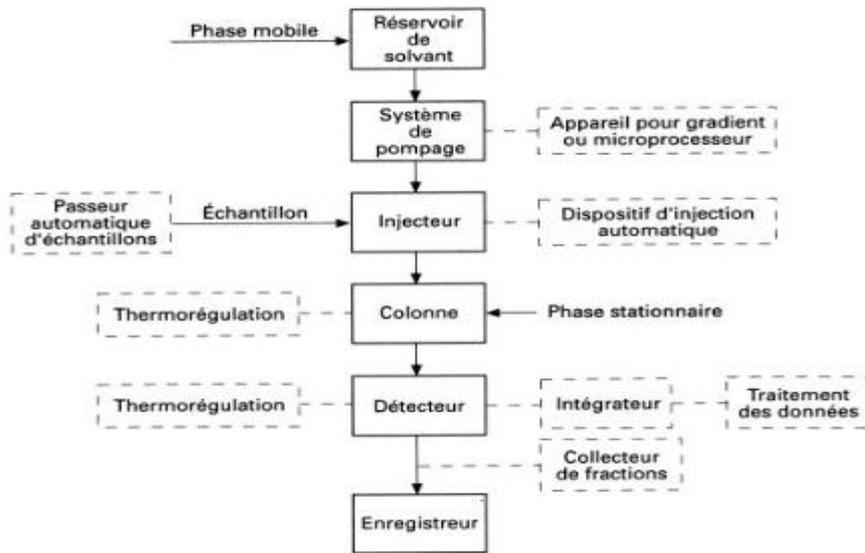


Figure 7 : Représentations schématique d'un système HPLC [3].

Chapitre II

Procédés d'extraction et propriétés des huiles essentielles.

Procédés d'extraction et propriétés des huiles essentielles

II.1. Techniques d'extraction

L'extraction d'une HE est nécessairement une opération complexe et délicate. Elle a pour but de capter et de recueillir les produits les plus volatils et les plus fragiles qu'élabore le végétal et cela sans détérioration de la qualité [43].

Le principe d'extraction est basé sur l'existence d'un azéotrope de température d'ébullition inférieure aux points d'ébullition des deux composés, l'huile essentielle et l'eau, pris séparément. Ainsi, les composés volatils et l'eau s'évaporent simultanément à une température inférieure à 100°C sous pression atmosphérique. En conséquence, les produits aromatiques sont entraînés par la vapeur d'eau sans subir d'altérations majeures [44].

Parmi les procédés qui utilisent ce principe, on distingue :

- entraînement à la vapeur ;
- hydro distillation ;
- hydro diffusion.

II.1.1. Entraînement à la vapeur

C'est une distillation préconisée par la pharmacopée française et c'est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des HE [43].

Dans cette technique la matière végétale n'est pas en contact avec l'eau, un flux de vapeur d'eau traverse un alambic rempli de plante. Le but consiste à emporter avec la vapeur d'eau les constituants volatils de la plante et les condensés puis décanté pour récupérer l'HE [45].

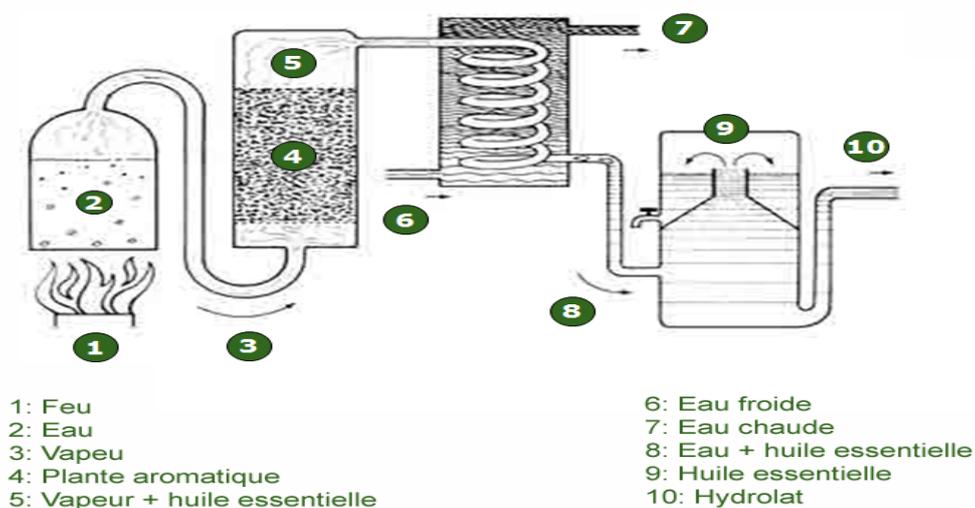


Figure 8 : Entraînement à la vapeur d'eau [46]

II.1.2.Hydrodistillation

Cette technique d'extraction est connue depuis l'antiquité, elle a été transmise par les Arabes et perfectionnée par les industriels de Grasse (Alpes-Maritimes, France) [19].

Dans cette méthode, la matière végétale est en contact avec l'eau, c'est-à-dire la plante est immergée dans un bain d'eau et l'ensemble est porté à ébullition [47]. Elle est généralement conduite à pression atmosphérique [48]. Après ébullition, la vapeur d'eau entraîne les substances volatiles de la plante qui sont condensées puis récupérées. L'HE sera alors séparée par différence de densité [19,49].

Le chauffage prolongé et puissant engendre une détérioration de certains végétaux et la dégradation de certaines molécules aromatiques ce qui va influencer sur le rendement et la composition de l'HE, c'est pour cela que des conditions ont été mises en place pour obtenir des HE de manière reproductible [50].

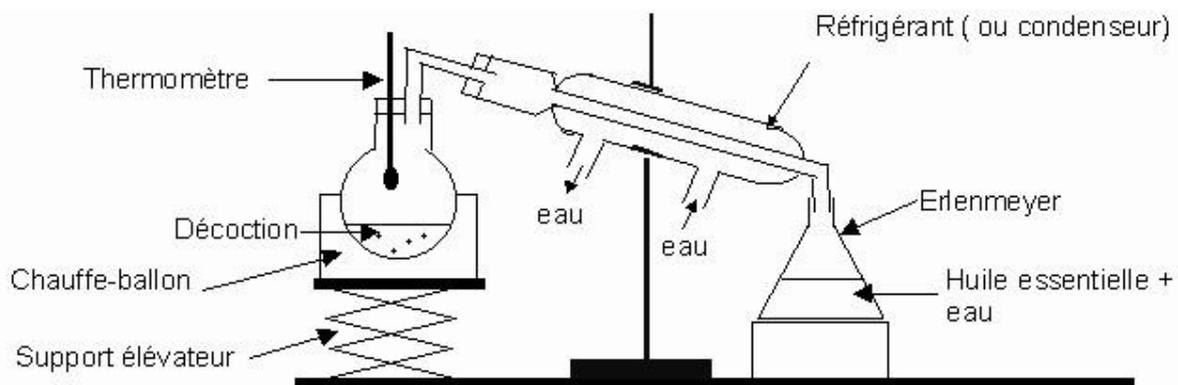


Figure 9 : Montage d'hydrodistillation [51]

II.1.3.Hydrodiffusion [52]

Contrairement à l'entraînement à la vapeur, la vapeur injectée se déplace du haut vers le bas de l'alambic. Cette dernière et l'HE sont directement condensées sous le support végétal à travers un plateau perforé. La façon de séparer l'HE est la même que celle des autres méthodes de distillation. Cette technique permet de réduire la consommation de vapeur et le temps de distillation avec un meilleur rendement par rapport à la distillation à la vapeur.

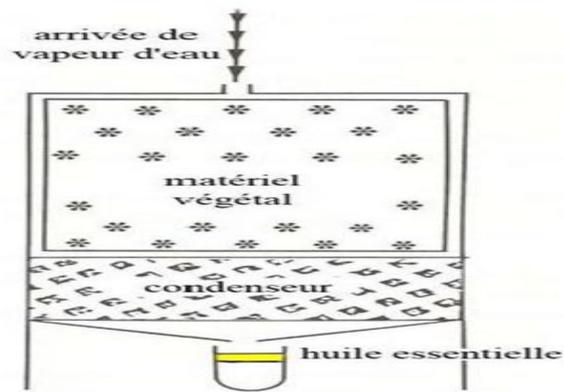


Figure 10 : Montage de l'hydrodiffusion [53]

On peut citer d'autres procédés tels que :

II.1.4.Expression à froid

L'expression à froid correspond au troisième procédé d'extraction décrit par la pharmacopée européenne comme un « procédé mécanique sans chauffage » [19].

C'est une technique « physique » simple qui est réservée à l'extraction des essences volatiles contenues dans les péricarpes d'agrumes [43]. En utilisant un rouleau ou une éponge à presser à froid pour extraire l'HE [48].

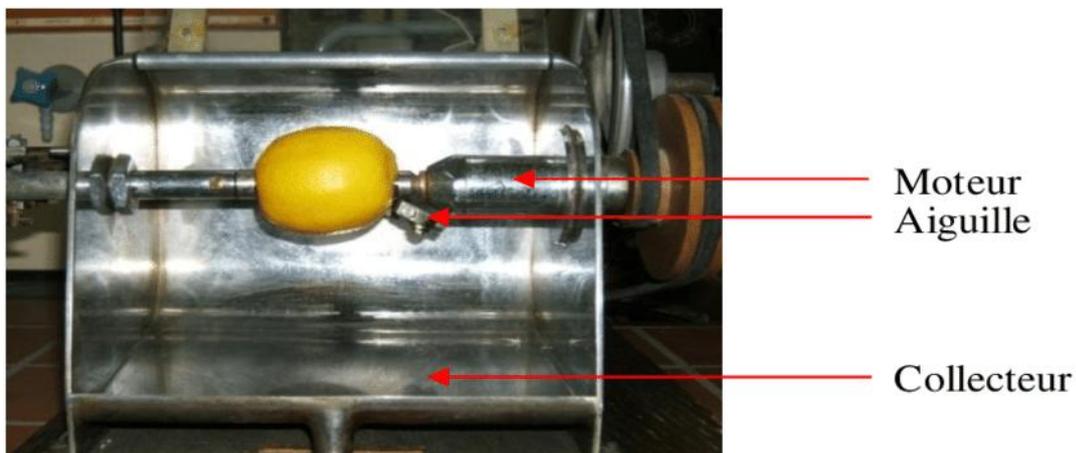


Figure 11 : Schéma démonstratif d'une expression à froid à l'aide d'une presse [54]

II.1.5.Extraction par micro-ondes

Au début des années 1990 une nouvelle technique est apparue qui est l'extraction assistée par micro-ondes plus précisément l'hydrodistillation par les micro-ondes, sous vide. Dans cette méthode, la matière végétale est chauffée par micro-ondes dans une enceinte fermée.

Chapitre II Procédés d'extraction et propriétés des huiles essentielles

Les molécules volatiles sont entraînées par la vapeur d'eau formée à partir de l'eau contenue dans le végétal. La vapeur est ensuite récupérée et traitée de la même façon que dans les techniques traditionnelles [3,19].

Cette technique permet un gain de temps (temps d'extraction divisé par 5 à 10) et d'énergie (température plus basse) considérable [21].

La distillation assistée par micro-ondes fait aujourd'hui l'objet de beaucoup d'études et ne cesse d'être améliorée parce qu'elle présente beaucoup d'avantages tel que : technologie verte, économie d'énergie et de temps, investissement initial réduit et dégradations thermiques et hydrolytiques minimisées [55,56].

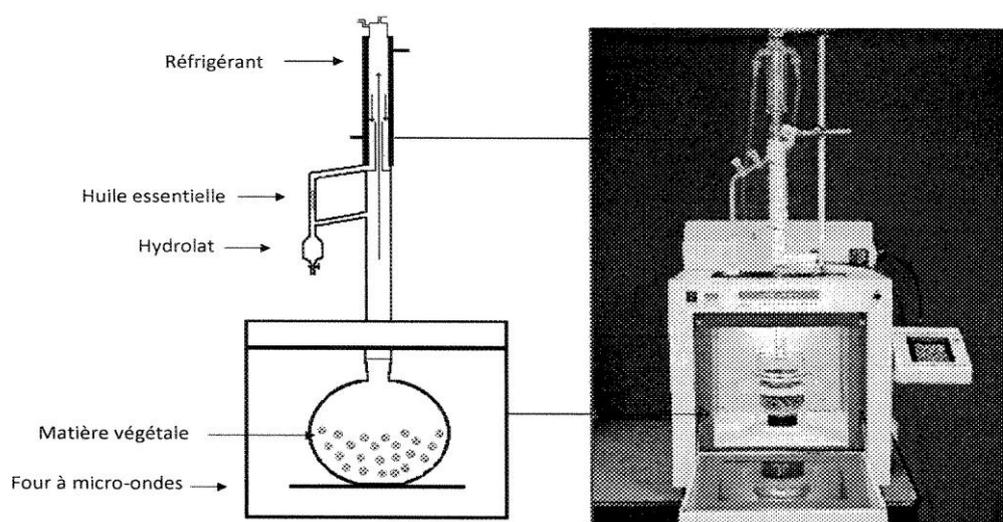


Figure 12 : Système d'extraction des huiles essentielles par micro-ondes [19]

II.1.6.Extraction au CO₂ supercritique

Elle est apparue dans les années 1980, l'originalité de cette technique repose sur le comportement du solvant utilisé sous des conditions particulières puisque au-delà d'un certain point, dit point critique, caractérisé par une température (T_c) et une pression (P_c), les corps purs se trouvent dans un état particulier dit supercritique[57].

Le CO₂ chemine à travers la matière première végétale dont elle tire et volatilise les molécules aromatiques. Le mélange passe ensuite dans un séparateur où le CO₂ est détendu et se vaporise. Il est soit éliminé soit recyclé. L'extrait est condensé et récupéré [3].

le CO₂ supercritique permet d'extraire un nombre plus important de molécules. Et il favorise l'extraction des composés les plus volatiles en comparaison à l'hydrodistillation [58].

Chapitre II Procédés d'extraction et propriétés des huiles essentielles

L'extraction par le CO₂ en phase supercritique permet donc d'obtenir un produit de qualité intéressant pouvant être proche de l'huile essentielle et surtout de l'essence d'origine. Cette méthode trouve déjà des applications dans de nombreux domaines [19].

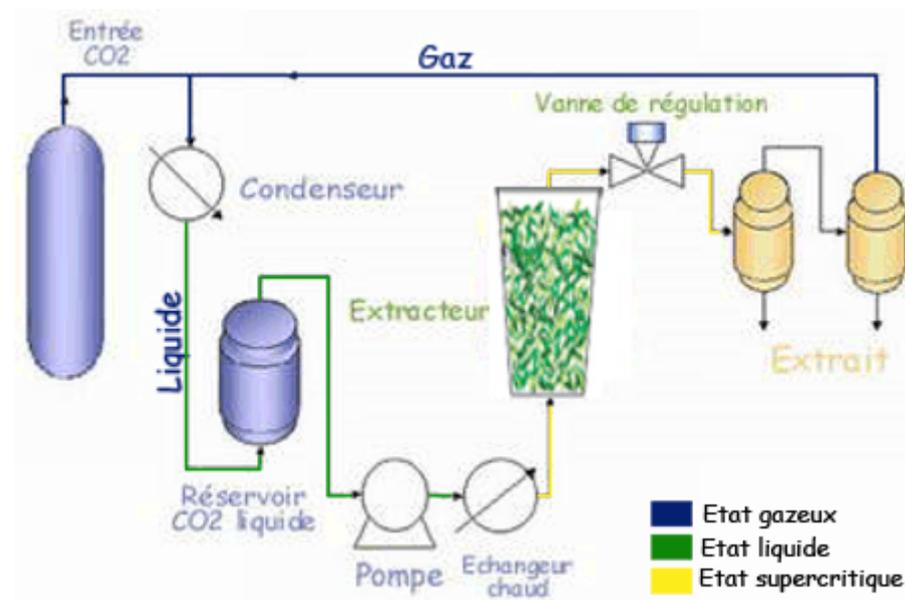


Figure 13 : Système d'extraction des huiles essentielles par CO₂ supercritique[59].

II.1.7.Extraction des extraits aromatiques par solvant organique sur appareillage Soxhlet [48,60]

La méthode d'extraction par solvant organique est fréquemment utilisée actuellement. L'appareil utilisé est l'extracteur Soxhlet qui est une pièce de verrerie permettant une extraction avec une grande efficacité. Le principe de cette méthode est simple et pratique, consiste à faire chauffer le ballon contenant le solvant, les vapeurs de ce dernier passent par le tube adducteur, se condensent dans le réfrigérant et retombent dans le corps de l'extracteur, faisant ainsi macérer le solide dans le solvant. Le solvant condensé s'accumule dans l'extracteur jusqu'à ce qu'il atteigne le sommet du tube-siphon qui provoque alors le retour du liquide dans le ballon accompagné des substances extraites. Pour ce fait le solvant se trouvant dans le ballon s'enrichit progressivement en composés solubles. Le cycle peut se répéter indéfiniment, jusqu'à épuisement complet du solide d'où l'efficacité remarquable de cette technique par rapport à la simple macération.

Les solvants les plus utilisés à l'heure actuelle sont l'hexane, le cyclohexane, l'éthanol, moins fréquemment le dichlorométhane et l'acétone. Le choix de ce dernier est basé en plus d'être autorisé, sur sa stabilité face à la chaleur, la lumière ou l'oxygène ; à sa température

d'ébullition pas trop élevée pour permettre son élimination totale et sur son inertie envers l'extrait.

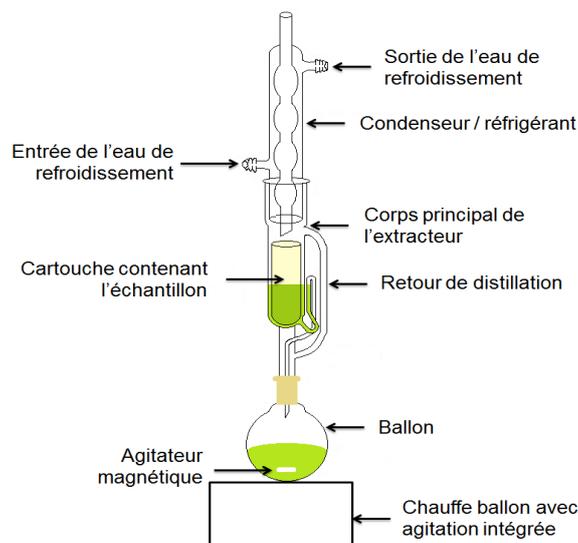


Figure 14 : Système d'extraction des huiles essentielles par Soxhlet [61]

II.2.Activités biologiques et pharmacologiques

II.2.1.Propriétés pharmacologiques

Les HE possèdent d'une façon générale des propriétés pharmaceutiques : antiseptiques, digestives, stimulantes ou excitantes antispasmodiques voire neuro-sédatives.

Les composés organiques volatils présents dans les HE offrent un grand nombre de propriétés intéressantes, on peut citer l'activité antioxydante qui est attribuée à certains alcools, éthers, cétones et aldéhydes monoterpéniques comme le tinalool, le 1,8-cinéole et menthone et quelques monoterpènes : α -terpinène, γ -terpinène [62].

C'est pourquoi les HE riches en ces composés sont utilisées depuis des millénaires pour aider à combattre des infections respiratoires, cutanées, etc. Et pour soigner des maladies inflammatoires telles que les rhumatismes, les allergies ou l'arthrite [63].

Les récentes recherches s'intéressent à la possible activité contre le cancer. De ce fait, les huiles essentielles et leurs constituants volatils font dorénavant l'objet d'études dans la recherche de nouveaux produits naturels anticancéreux [62].

II.2.2.Propriétés biologiques

Les HE extraites à partir de végétaux odorants et médicinaux sont connues depuis l'antiquité pour leurs activités biologiques, antibactériennes et antifongiques [64].

Parmi les différents moyens à disposition pour empêcher un développement microbien, on peut citer les huiles essentielles. Ces extraits de plantes aromatiques font l'objet de

Chapitre II Procédés d'extraction et propriétés des huiles essentielles

nombreuses études scientifiques dans le domaine médical. Leur efficacité a été prouvée dans le traitement de nombreuses maladies. Contrairement à la plupart des agents antimicrobiens utilisés pour la désinfection de l'air, ces substances ne sont pas ou sont peu toxiques.

De plus les HE portant des propriétés antimicrobiennes peuvent remplacer les antibiotiques destinés aux pathologies infectieuses [65].

II.3. Toxicité des huiles essentielles

La toxicité des HE dépend d'une huile à une autre et change en fonction de la sensibilité de la personne. Par conséquent, l'utilisation de certaines HE en médecine thérapeutique doit se faire avec prudence. L'emploi des HE contenant des terpènes est déconseillé aux personnes qui y sont allergiques. En effet, il faut savoir que certaines molécules des HE sont caustiques [66].

En règle générale, les HE sont trop fortes et trop agressives pour les enfants de moins de 7 ans c'est pour cela qu'elles leur sont contre-indiquées [67].

D'après certains aromatoologues, l'utilisation de quelques HE est possible pour les femmes enceintes par contre l'emploi des HE à cétones, à phénol, à aldéhydes aromatiques sont interdites pendant la grossesse [68-70].

Certaines molécules contenues dans les HE peuvent déclencher une crise d'asthme chez les personnes asthmatiques, elles sont donc à utiliser avec prudence.

Il existe des HE qui se comportent comme des œstrogènes donc elles sont contre indiquées chez les personnes ayant eu des cancers hormono-dépendants.

Cependant, il existe certaines huiles essentielles possédant un pouvoir irritant (huiles riches en thymol ou en carvacrol) et allergène (huiles riches en cinnamaldéhyde), ce qui les rends agressives à la peau et donc non applicables sur cette zone [71].

Les symptômes d'intoxication peuvent apparaitre dans les 30 minutes à 4 heures suivant l'ingestion. Le principal risque est la survenue de crises convulsives, des symptômes neurologiques (une agitation ou au contraire une somnolence, des signes d'ébriété, des troubles de l'équilibre ou des hallucinations), des complications respiratoires ou digestives (toux persistante, irritation de la gorge, douleurs digestives, nausées, vomissements, diarrhées...).

Le tableau ci dessous présente les 10 intoxications par les huiles essentielles les plus répondues en France.

Tableau IV: Top 10 des intoxications par les huiles essentielles en France (données CAPTV France 2011) [72]

Classement	Huile essentielle	Dossiers	
1	Lavande(sans précision)	275	243
8	Lavandin		32
3	Eucalyptus globulus	138	70
6	Eucalyptus citronné		38
9	Eucalyptus radié		30
2	Citronnelle	132	78
7	Citron		33
10	Bigarade		21
4	Arbre a thé		64
5	Menthe poivrée		48

II.4.Hydrolat

Les hydrolats sont de précieux coproduits obtenus à partir de plantes aromatiques et autres par distillation à la vapeur. Au cours de ce processus, certains composants de l'HE sont dissous dans l'eau avec une certaine proportion.

Mis à part le terme « hydrolat », il existe de nombreux noms différents pour ce coproduit, dont les plus courants sont eau aromatique, eau florale, eau essentielle et distillats de plantes.

Les hydrolats ont de nombreuses applications industrielles telles que les cosmétiques, la parfumerie, les pesticides, l'aromathérapie, la pharmacie et la médecine [73].

Puisque certaines HE ont une proportion relativement élevée de composés hydrosolubles, une quantité significative d'huile essentielle pourrait être retenue dans l'eau pendant le processus de distillation. Par conséquent, des hydrolats d'excellentes qualités sont obtenus lorsque la cohobation fait partie intégrante du processus de distillation.

Les composants des HE sont lipophiles et ont une solubilité différente dans l'eau à température ambiante.

Toutefois, en raison de la solubilité différente des composants dans l'eau, l'analyse chimique de l'hydrolat présentera un profil différent de celui de l'huile essentielle dont il est issu [74].

La qualité de l'hydrolat peut également dépendre du moment de la collecte, de sorte que les premières collectes contiennent plus de substances basses et les dernières collectes plus de terpénoïdes avec des points d'ébullition plus élevés [75].

II.5. Conservation des huiles essentielles

Il existe des normes spécifiques sur l'emballage, le conditionnement et le stockage des HE (norme AFNOR NF T 75-001, 1996) ainsi que sur le marquage des récipients contenant les huiles essentielles (norme NF 75-002, 1996).

Les HE sont généralement conservées pendant une longue durée (3 à 5 ans) tout en respectant les conditions de stockage qui se présentent comme suit :

L'HE doit être conservée dans un flacon en aluminium ou en verre teinté (brun, vert, ou bleu) à température ambiante allant jusqu'à 20°C et à l'abri de la lumière [76].

Par contre l'hydrolat est très fragile et ne se conserve pas longtemps. Il doit être conditionné dans des flacons de verre teinté et conservé à l'abri de la chaleur et ce pour une période d'environ trois mois [77].

Sur l'étiquetage, le terme « huile essentielle » doit être suivi par le nom usuel de la plante ainsi que la partie de la plante utilisée, le lieu de production, le mode d'extraction et s'il existe le chémotype et sa variété. De plus, le numéro de lot doit être indiqué par le fournisseur [78].

II.6. Aspect économique

Au cours de ces dernières années, l'industrie des huiles essentielles a connu une croissance rapide, notamment grâce à l'étendue et la diversité des domaines d'application de ces extraits naturels. Aujourd'hui, ces extraits de plantes sont encore largement utilisés et ont une importance considérable dans le commerce international [79].

Selon le National Research Development Corporation (NRDC), 60 % de la demande totale en substances naturelles provient des industries de la cosmétique, de la savonnerie et de la parfumerie, ce qui fait de ces domaines les plus gros consommateurs d'HE [80 ,81 ,82].

Les quantités d'HE produites varient considérablement à travers le monde. La production annuelle de certaines HE dépasse 35000 tonnes, alors que d'autres ne peuvent atteindre que quelques kilogrammes [83].

Notons que certaines HE peuvent être en pénurie.

Le Tableau ci-dessous montre les HE les plus demandées sur le marché international en 2008.

Chapitre II Procédés d'extraction et propriétés des huiles essentielles

Tableau V : Huiles essentielles les plus demandées sur le marché mondial [79]

Huiles essentielles	Volume (tonne)	Pays producteur
Citronelle	1800	Chine, Sri Lanka
Menthe des bois	32000	Inde, Chine, Argentine
Eucalyptus type cinéole	4000	Inde, Chine, Argentine
Orange	51000	USA, Brésil, Argentine
Menthe poivrée	2367	Inde, USA, Chine
Citron	9200	Argentine, Italie, Espagne
Eucalyptus (type citronellal)	1000	Chine, Brésil, Inde, Vietnam Indonésie, Madagascar
Feuille de clou de girofle	18000	Indonésie, Madagascar
Verveine exotique	1200	Chine
Menthe verte	1800	USA, Chine
Bois de cèdre (Chine)	1650	USA, Chine
Lavandin	1100	France
Patchouli	1200	Indonésie, Inde

En Algérie, il n'existe pas de données officielles sur l'organisation de la filière des huiles essentielles.

De par sa situation géographique, l'Algérie possède une flore riche et diversifiée. Cette richesse résulte de la diversité des écosystèmes du territoire algérien (écosystèmes de type méditerranéen, herbeux et saharien). Par ailleurs, Quezel et al. ont décrit 3139 espèces que l'on peut retrouver sur le territoire national [84].

Selon un rapport de l'Institut National d'Agronomie d'Algérie "INRAA", dans son rapport national en 2006 sur l'état des ressources phylogénétiques pour l'alimentation et l'agriculture, l'Algérie n'utilise que 1% des 1600 espèces spontanées utiles et cultivées dans le pays [85].

Cependant, l'industrie pharmaceutique botanique algérienne a des chances de succès, grâce à la richesse des plantes médicinales, la diversité climatique, la main d'œuvre et l'expérience en agronomie et artisanat [85].

Chapitre III

Eucalyptus

Eucalyptus

III.1.Histoire de l'eucalyptus

Il existe plusieurs espèces d'eucalyptus, dont deux sont principalement utilisées en phytothérapie : l'eucalyptus radié et le gommier bleu (globulus). Ils sont originaires d'Australie, notamment de la province de Tasmanie. L'eucalyptus fut rapidement planté dans les régions subtropicales de l'Asie et du bassin méditerranéen. De nombreux pays ont rapidement intégré les usages médicaux des feuilles d'eucalyptus dans leur pharmacopée : Chine, Inde, Sri Lanka, Afrique du Sud, Île de la Réunion, Europe, etc [85].

On observe deux types de feuilles [86] :

- Sur les jeunes rameaux, les feuilles sont opposées, ovales, cireuses et s'orientant selon la manière habituelle dans un plan horizontal ;
- Sur les rameaux âgés, les feuilles sont alternes, en forme de faucille, coriace et pendante par tension du pétiole, ne présentent que leur tranche au soleil.

L'eucalyptus est un remède traditionnel qui a été rapidement repéré pour ses nombreuses propriétés, d'où l'attention apportée aux recherches sur son huile essentielle. On peut citer des propriétés antiseptiques et bronchodilatateurs.

Les recherches sur l'huile essentielle d'eucalyptus ont débuté dans la première moitié du XXe siècle. Ses vertus ont été rapidement reconnues et l'eucalyptus fait, désormais, partie des plantes dont l'usage traditionnel est reconnu par l'Organisation mondiale de la santé (OMS) ; il figure également sur la liste des plantes médicinales de la pharmacopée française.

Possédant une exceptionnelle capacité d'absorber l'eau du sol sur lequel il croît, l'eucalyptus assèche rapidement les marais qu'il colonise. Il élimine ainsi les milieux de reproduction des insectes qui transmettent la malaria, d'où le nom d'« arbre à la fièvre » ou *Australian fevertree*.

III.1.2. Composition de la feuille de l'eucalyptus par la pharmacopée européenne [87]

La pharmacopée européenne définit les constituants principaux de la feuille d'Eucalyptus :

Tableau VI: Composition de la feuille de l'eucalyptus

Classe de constituants	Exemple de constituants
Huile essentielle : 1 à 3,5 % du poids de la feuille	1,8 cinéol (eucalyptol) 70 à 85% de l'huile essentielle. -monoterpènes : alpha-pinène, β -pinène, δ -limonène, para-cymène, camphène, alpha-phellandrène , alpha-fenchène, γ -terpinène . -sesquiterpènes : aromadendreine , alloaromadendrène . -alcools : eudesmol, alpha-terpinéol , globulol, pinocarvéol -aldéhydes : citral, mytrénal . -cétones : carvone, pinocarvone, verbénone . -acétate de géranyl .
Acide phénol	Acide gallique, caféique, ferulique ellagique, gentisique, protocatéchique
Glucosides de monoterpènes	Globulines , cypellocarpine, euglobuline
Flavonoides	Flavones méthylées , rutine ,quercétine, Quencitrine,hyperoside
Tanins	Tanins galliques, proanthocyanidols et tanins condensés
Derivés du phloroglucinol	Euglobals ,macrocarpals A-E , macrocarpals H-J eucalyptone
Divers	Resins, cire .

III.1.3.Utilisation d'eucalyptus [88]

Les eucalyptus sont généralement plantés dans les zones marécageuses à des fins de drainage, car on pense que leurs racines solides agissent comme des pompes absorbant l'eau. De plus, ces arbres peuvent empêcher l'érosion et la dégradation des sols, de renforcer les pentes abruptes des ravins.

La croissance extensive et rapide rend le bois d'eucalyptus utile dans diverses industries, il n'est pas considéré comme une variété chère. Les principales industries qui utilisent cette matière première sont: le papier, le carburant, la construction navale et l'ingénierie. En outre, l'eucalyptus permet la fabrication des poutres de bâtiment, des traverses, des bâtiments techniques, des clôtures, des ouvrages hydrauliques. C'est aussi un excellent matériau pour la fabrication de meubles, de revêtements de sol, de cloisons murales, de cadres de fenêtres, de portes et de meubles.

L'utilisation d'eucalyptus pour la fabrication de divers articles comme ceux de la décoration, les jouets et les produits de souvenirs grâce à sa haute résistance et à la susceptibilité au revêtement avec des vernis et des peintures.

III.2.Eucalyptus globulus**III.2.1.Etude botanique [89]**

Nom scientifique : eucalyptus globulus

Noms communs : gommier bleu, arbre à fièvre, arbre au koala, eucalyptus officinal.

Noms vernaculaires : calibtus kafor, calitous.

Famille : des myrtacées.

Partie distillée : la feuille.

Formes et préparation : infusion, teintures, fumigation, huiles essentielles, gélules, pastilles.

III.2.2.Description de l'eucalyptus globulus [89]

L'eucalyptus (ou gommier bleu de Tasmanie) est introduit en Algérie en 1856 par Ramel qui l'avait importé d'Australie dans le but d'assainir les régions marécageuses, cet arbre aime les régions humides. Depuis, on le retrouve sur tout le littoral algérien et marocain. Son tronc lisse et argenté peut atteindre 80 m de haut et 2,50 m de circonférence. Les feuilles arrondies à la base et pointues à l'extrémité, en forme de faucille, sont alternées et portées par un long pédoncule. Les fleurs qui naissent à l'aisselle des feuilles sont grandes, leur corolle forme une sorte de coiffe qui tombe au moment où mûrissent les étamines très nombreuses. Toutes les parties vertes de la plante renferment de petites poches qui sécrètent une huile aromatique d'une odeur balsamique, camphrée, forte et très agréable. Sa saveur chaude, un peu amère, est suivie d'une sensation de fraîcheur, les fruits ligneux ont une capsule dure. C'est cet opercule du fruit qui donne le nom de "globulus" à cette variété d'eucalyptus.



Figure 15 : Feuilles d'eucalyptus globulus.

III.2.3. l'huile essentielle de l'eucalyptus globulus [90]

L'huile essentielle d'eucalyptus globulus est généralement obtenue par l'entraînement à la vapeur des feuilles et rameaux, broyés ou non, récemment récoltés. On distingue les huiles essentielles crues provenant d'un broyat et celles traditionnellement distillées en vrac dans l'alambic. Cependant, les produits commercialisés sous les appellations : 70% - 75% et 80% - 85% sont des huiles essentielles rectifiées sous vide pour obtenir une teneur en cinéole-1,8 respectivement supérieure à 70% et 80%. »

L'huile essentielle est liquide, de couleur jaune à jaune pâle et dégage une forte odeur de 1,8-cinéole.

III.2.3.1.Composition chimique

D'après la pharmacopée européenne (2008) l'huile essentielle d'eucalyptus globulus (EG) contient :

- α -pinène : 0,05 à 10 %
- β -pinène : 0,05 à 1,5 %
- sabinène : au maximum 0,3%
- α -phellandrène : 0,05 à 1,5%
- 1,8-cinéole : au minimum 70%
- camphre : au maximum 0,1% .

III.2.3.2. Propriétés de l'huile essentielle de l'eucalyptus globulus

Il y a une grande quantité de 1,8-cinéole dans l'huile essentielle d'EG dont ses principales propriétés sont : des effets expectorants et mucolytiques. En effet, elle stimule directement les cellules sécrétoires de la muqueuse bronchique donc elle aide à fluidifier les sécrétions bronchiques et cela facilite leur expulsion. L'huile essentielle d'EG aide également à détendre les muscles lisses des voies respiratoires [91].

L'huile essentielle d'eucalyptus est souvent dotée des propriétés qui empêchent la congestion du nez lors d'un rhume. La recherche montre que la résistance de la cavité nasale au débit de l'air ne change pas après l'application des huiles essentielles d'eucalyptus globulus. Par contre les résultats montrent que les huiles essentielles peuvent stimuler les récepteurs de la muqueuse nasale qui devient froide ce qui donne aux gens la sensation de respirer [90].

a-Propriétés antibactériennes et cicatrisantes [90]

La présence de 1,8-cinéole dans l'huile essentielle d'EG lui donne une propriété antibactérienne et cicatrisante et c'est pour cela qu'elle est utilisée pour la désinfection et le raccourcissement de temps de guérison des plaies. Elle est particulièrement efficace dans le traitement des ampoules, des brûlures, des coupures et des plaies.

b-Insecticide [90]

La présence de 1,8-cinéole dans l'huile essentielle d'Eucalyptus globulus lui confère des propriétés répulsives et insecticides. On pourra l'utiliser par exemple en diffusion pour éloigner les moustiques en été. Une étude montre également qu'elle est une bonne alternative naturelle contre les mouches domestique

c-Antifongique [90]

L'huile essentielle d'Eucalyptus globulus présente des propriétés antifongiques. Le 1,8-cinéole n'est pas le seul responsable de cet effet mais il s'agit d'une synergie de molécules.

d-Anticancéreux [90]

Des études se sont penchées sur l'effet anticancéreux du 1,8-cinéole. Il ne s'agit pour l'instant que de faibles effets et il n'y a pas encore assez d'études pour le démontrer. Les huiles essentielles d'Eucalyptus globulus et d'Eucalyptus radiata pourraient à l'avenir servir de complément aux traitements anticancéreux actuels.

e-Antivirale [90]

Des études ont démontré que l'huile essentielle d'*Eucalyptus globulus* possède une forte activité antivirale contre HSV. On pourra donc l'utiliser par exemple afin de traiter un bouton

de fièvre, appliqué sur le bouton soit pure, soit en mettant 1 goutte d'huile essentielle dans une pommade d'aciclovir et ce, cinq fois par jour minimum.

f-Antidouleur [90]

Les études ont prouvé que l'huile essentielle d'eucalyptus a des propriétés à effets anti-inflammatoires et analgésiques grâce à la présence de 1,8-cinéole. L'huile essentielle inhibe la formation des prostaglandines et de cytokines par les monocytes d'où l'effet anti-inflammatoire.

L'HE d'EG est utilisée pour les douleurs musculaires et rhumatismales.

III.2.3.3.Utilisation de l'eucalyptus globulus [90]

On peut utiliser l'Eucalyptus globulus en diffusion pour assainir l'atmosphère. Il est possible, par exemple, de l'utiliser en synergie avec de l'huile essentielle d'Eucalyptus radié et de l'huile essentielle de Citrus limonum pour leurs propriétés assainissantes.

Une étude évoque même la possibilité d'introduire des huiles essentielles dans les aliments afin de les conserver et de prévenir une infestation par la salmonelle.

III.3.Eucalyptus radié

III.3.1.Etude botanique [92]

Nom scientifique : eucalyptus radiata

Nom commun : eucalyptus radié

Nom vernaculaire : calitous.

Famille : des myrtacées.

Partie distillée : la feuille.

Origine : Australie, Espagne, Portugal, Madagascar, Afrique du Sud.

III.3.2. Description de l'eucalyptus radié [93]

L'eucalyptus radié est un arbre d'une hauteur moyenne d'environ 30 mètres et originaire du sud-est de l'Australie.

Son écorce fibreuse prend une coloration entre le gris et le brun et se détache en longs rubans.

Les feuilles vertes, olive clair et lancéolées, mesurent de 7 à 15 cm de longueur sur 0,7 à 1,5 cm de largeur et dégagent une odeur de menthe poivrée lorsqu'elles sont malaxées : il est classé dans les eucalyptus dits : peppermint.

Les fleurs, visibles au printemps, naissent à l'aisselle des feuilles. Le calice a la forme d'une toupie bosselée dont la partie large est couverte par un opercule qui se détache au moment de

la floraison, laissant apparaître de nombreuses étamines. Le fruit, capsule anguleuse du calice, renferme deux types de graines.



Figure 16 : Feuilles d'eucalyptus radié.

III.3.3. Huile essentielle d'eucalyptus radié

L'huile essentielle d'eucalyptus radié est obtenue par distillation à la vapeur d'eau des feuilles. Elle est caractérisée par son taux élevé d'eucalyptol, de couleur transparente et d'une odeur fraîche et sucrée.

C'est un excellent remède naturel pour traiter les infections respiratoires telles que les rhinites, rhinopharyngites et toux grasses [92].

III.3.3.1. Composition chimique

À partir de la composition des huiles essentielles, il est possible de connaître a priori les effets d'une huile essentielle sur le corps et sur l'esprit.

Le tableau ci dessous présente composition chimique de l'huile essentielle d'eucalyptus radié.

Tableau VII: Composition chimique de l'huile essentielle d'eucalyptus radié [94].

Composés chimiques principaux	oxydes (1.8 cinéol)	65 à 75 %
	Monoterpenol (α -terpinéol)	8 à 15 %
	Monoterpènes (α -pinène, limonène),	10 à 18 %

Autres composés chimiques	Aldéhydes monoterpéniques	1%
	Sesquiterpènes	2%

III.3.3.2. Propriétés de l'huile essentielle d'eucalyptus radié [90]

La composition de l'huile essentielle d'Eucalyptus radié a presque les mêmes propriétés que l'huile essentielle d'Eucalyptus globulus grâce à la présence en grande quantité de 1,8-cinéole dans celui-ci.

a-Expectorante et mucolytique [90]

L'huile essentielle d'Eucalyptus radié est spécifique pour les affections respiratoires hautes, rhino-pharyngées et sinusiennes. Elle est utilisée, tout comme l'eucalyptus globulus, comme expectorant et mucolytique.

Elle est indiquée dans le cas de toux.

b-Antiseptique [90]

L'huile essentielle d'Eucalyptus radié est considérée anti-infectieuse, anti-inflammatoire, bactéricide et virucide (20). C'est un très bon antiseptique aérien, son odeur est moins entêtante que celle du globulus. Elle est aussi utilisable dans les cas d'otites infantiles à partir de 2 ans. Dans ce cas, on appliquera l'huile essentielle autour de l'oreille (jamais à l'intérieur de l'oreille).

c-Anti-acnéique [90]

La régularisation de l'excès de sébum et la réduction de la prolifération bactérienne donne la propriété anti acnéique et antibactérienne naturel à l'HE d'eucalyptus radié.

d-Tonifiante [90]

L'eucalyptus radié a une spécification qui est l'effet tonifiant. Elle est efficace dans le cas des peaux fatiguées.

III.3.3.3. Utilisation de l'eucalyptus radié

L'huile essentielle d'eucalyptus radié traite de manière générale, toutes les infections des voies pulmonaires. Elle est aussi un bon désinfectant des voies urinaires et elle traite les bouffées de chaleur et les palpitations lors de la ménopause chez les femmes [95].

Cette huile essentielle est utilisée soit en massant quelques gouttes sur le thorax ou le haut du dos, soit en fusion soit en onction de chaque côté du nez, des tempes et au-dessus des sourcils [90].

III.4. Caractéristiques physico chimiques de l'HE d'eucalyptus

Différentes normes ISO sont applicables au domaine de l'industrie de l'aromathérapie, dont les caractéristiques physico chimiques des huiles essentielles mentionner ci dessous.

Tableau VIII : Normes Internationales des essences d'Eucalyptus riche en eucalyptol [96].

Indice	ISO 719-1980	ISO 3065-1974
Densité à 20°C	0,906-0,925	0,918-0,928
Indice de réfraction à 20°C	1,459-1,467	1,458-1,465
Pouvoir rotatoire à 20°C	0 à +10	-2 à +2
Solubilité dans EtOH à 70% à 20°C	1vol dans 5 vols	1vol dans 3vols
% en Eucalyptol	70	80-85

Chapitre IV

Partie expérimentale

Partie expérimentale

L'objectif de ce travail est d'optimiser le rendement d'extraction des huiles essentielles d'*Eucalyptus globulus* et *Eucalyptus radié* et réaliser leurs caractérisations. Dans ce chapitre sont présentés les matériaux et méthodes réalisées au cours des essais.

On retrouve deux parties dans ce chapitre, partie A : hydrodistillation ; partie B : entraînement à la vapeur.

Partie A : Hydrodistillation

IV.A.1. Matériel végétal

Le matériel végétal qui a fait l'objet de la présente étude est constitué des feuilles d'*Eucalyptus* issus de deux variétés différentes, à savoir le *globulus* et le *radié*.

La récolte des feuilles d'*Eucalyptus globulus* et *radié* a été faite le mois d'avril 2021 pendant la matinée dans la commune de Toudja, Bejaia.

Les feuilles d'eucalyptus ont été séchées à l'abri de la lumière et à une température ambiante. Elles ont été disposées dans des tiroirs ouverts, à l'ombre où l'air pouvait circuler librement, comme le montre les deux figures ci-dessous. La température dans le compartiment de séchage était comprise entre 23 et 25°C.



Figure 17 : Feuilles d'*Eucalyptus globulus*



Figure 18 : Feuilles *Eucalyptus radié*

Pour chaque variété d'eucalyptus, les quantités disponibles (156g d'eucalyptus radié et 96g d'eucalyptus globulus) ont été prises et pesées chaque jour à la même heure. L'opération a été suivie jusqu'à stabilisation du poids des échantillons, ce qui indique que le végétal est séché.

La cinétique a été suivie jour après jour, afin de déterminer les courbes de séchage et faire une comparaison des rendements des huiles essentielles obtenues par distillation faite avec le végétal frais et sec.

IV.A.2. Matériel et produits de laboratoire

Les matériaux et les produits utilisés dans cette partie sont représentés dans le tableau ci dessous

Tableau IX : Matériel et produits utilisés

Matériel	Produit
- 2 Ballon d'un litre	- Eau distillée
- Réfrigèrent	- Méthanol HPLC
- Ampoule à décanté	- Catéchine
- Chauffe ballon	- Acide caféique
- Balance	- Acide gallique
- Pompe	- Acetonitrille HPLC
- Réservoir d'eau	
- Réfractomètre	
- Pycnomètre	
- Coudes	

IV.A.3. Méthode d'extraction de l'huile essentielle

IV.A.3.1. Principe de l'extraction par hydrodistillation

Le principe de l'hydrodistillation consiste à porter à ébullition dans un ballon un mélange d'eau et de biomasse végétale dont on souhaite extraire l'huile essentielle. Sous l'action de la température, les cellules végétales éclatent en libérant les molécules odorantes, lesquelles sont entraînées par la vapeur d'eau. Elles passent par un réfrigérant à eau où elles sont condensées, puis récupérées dans un récipient et ensuite séparées par différence de densité.



Figure 19 : Dispositif expérimental de l'hydrodistillation

IV.A.3.2. Protocole d'extraction par hydrodistillation

- Peser 50 g de feuilles d'eucalyptus globulus frais qui sont coupées en petits morceaux ;
- Introduire la matière végétale préalablement coupée et 500ml d'eau distillée dans un ballon d'un litre de volume ;
- Le ballon est placé dans un chauffe ballon de type Clevenger et l'ensemble est porté à ébullition. Une fois l'ébullition atteinte, les cellules éclatent et commencent à libérer l'HE, qui par la suite est transportée avec la vapeur d'eau jusqu'au réfrigérant puis condensée et récupérée dans un ballon ;
- Dans le ballon de récupération deux phases sont distinguées, la phase supérieure contient l'HE et la phase inférieure est aqueuse (hydrolat) ;
- Verser le distillat récupéré dans une ampoule à décanté où l'HE et l'eau se séparent par différence de densité ;
- Récupérer l'HE et la peser pour pouvoir calculer le rendement ;
- Le même protocole expérimental est appliqué aussi bien pour l'eucalyptus globulus séché que pour l'eucalyptus radié séché et frais tout en variant la masse végétale ;



Figure 20 : HE de feuilles d'eucalyptus séchées durant l'opération de décantation.

IV.A.4. Rendement des huiles essentielles

Pour la matière végétale fraîche le rendement en HE est le rapport entre le poids de l'HE extraite et le poids de la matière fraîche de la plante. Il est exprimé en pourcentage et il est calculé par la formule suivante :

$$R_{HE} = [m_{HE}/m_v] \times 100$$

R_{HE} : Rendement de l'huile essentielle en %

m_{HE} : Poids de l'huile essentielle en (g)

m_v : Poids de la matière fraîche de la plante en (g)

Pour la matière végétale sèche, le rendement est calculé par la formule suivante :

$$R\% = \frac{m_a}{m_c \cdot (1-y)} * 100$$

m_a : Masse d'huile essentielle obtenue (g)

m_c : Masse de la matière végétale utilisée (g)

y : Humidité de la matière végétale utilisée (%), elle est déterminée par l'équation

$$y = w * \frac{m_s}{m}$$

Et

$$w = \frac{m - m_s}{m_s}$$

m : Masse de la matière végétale (g) à l'instant t .

m_s : Masse sèche déterminée après dessiccation (g).

W : Teneur en eau (g d'eau/g de matière sèche).

IV.A.5. Caractérisations physico-chimique

Les indices physico-chimiques déterminent la particularité des HE. Dans ce qui suit, les indices de réfraction et les densités ont été mesurés.

a-Indice de réfraction

L'indice de réfraction d'une matière, est un nombre qui caractérise le pouvoir qu'a une matière, à ralentir ou à dévier la lumière. La détermination de l'indice de réfraction a été faite de la manière suivante :

Etalonner l'appareil à l'aide d'une substance (eau distillée) à l'indice de réfraction connu 1,335 à la température fixée à 20°C, nettoyer les prismes et déposer quelques gouttes d'HE d'Eucalyptus entre les deux faces des prismes.

Regarder dans l'oculaire et tourner le bouton de réglage de l'indice de réfraction pour amener les zones sombres et éclairées au centre du réticule, noter la valeur de l'indice par l'échelle de lecture (AFNOR, 2000).

La détermination de l'indice de réfraction à une température différente de 20 °C, la correction de la valeur de l'indice de réfraction par le biais de la formule suivante :

$$n_D^T = n_D^{20} + 0,00045 * (T - 20)$$

Avec

n_D^{20} : Indice de réfraction à 20 °C.

n_D^T : Indice de réfraction à une température différente de 20 °C.

T : Température à l'instant de la mesure.

0,00045 : Coefficient de correction.

b-Densité

La densité est une grandeur physique qui caractérise la masse d'une huile essentielle par unité de volume. Les masses ainsi que la densité des huiles essentielles ont été déterminées par la pesée d'un pycnomètre de 5ml vide, rempli d'eau et rempli de l'huile essentielle à l'aide d'une balance analytique de précision à une température de 25°C.

Le calcul de la densité à la température de 25°C est calculé ainsi :

$$d_{20}^{20}(\text{HE}) = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

m_0 : Masse de pycnomètre vide (g)

m_1 : Masse d'eau (g)

m_2 : Masse de l'huile essentielle (g)

Ainsi la densité est calculée selon l'équation suivante :

$$d_{20} = dT + 0,0006(T - 20 \text{ °C})$$

Avec :

d_{20} : Densité de l'huile essentielle (densité à 20 °C)

dT : Densité à la température de la mesure

T : Température de mesure

0,00068 : Coefficient de correction.

IV.A.6. Analyse chromatographique haute performance (HPLC)

La chromatographie permet la séparation ou la purification d'un ou de plusieurs composés d'un mélange en vue de leur identification et de leur quantification.

IV.A.6.1.Principe

Les composés à séparer (solutés) sont mis en solution dans un solvant. Ce mélange est introduit dans la phase mobile liquide (éluant). Suivant la nature des molécules, elles interagissent plus ou moins avec la phase stationnaire dans un tube appelé colonne chromatographique. La phase mobile poussée par une pompe sous haute pression, parcourt le système chromatographique. Le mélange à analyser est injecté puis transporté au travers du système chromatographique. Les composés en solution se répartissent alors suivant leur affinité entre la phase mobile et la phase stationnaire. En sortie de colonne grâce à un détecteur approprié, les différents solutés sont caractérisés par un pic. L'ensemble des pics enregistrés est appelé chromatogramme.

IV.A.6.2.Appareillage

1. Réservoir de la phase mobile (solvant)

Un réservoir de solvant qui contient la phase mobile en quantité suffisante. Plusieurs flacons d'éluant (solvants de polarités différentes) sont disponibles pour pouvoir réaliser des gradients d'éluant (mélange de plusieurs solvants à des concentrations variables) à l'aide de la pompe doseuse.

2. Pompe

La pompe délivre en continu la phase mobile. Elle est définie par la pression qu'elle permet d'atteindre dans la colonne, son débit et la stabilité du flux.

Elle est munie d'un système de gradient permettant d'effectuer une programmation de la nature du solvant. Elle permet de travailler :

- en mode isocratique, c'est-à-dire avec 100% d'un même éluant tout au long de l'analyse.
- en mode gradient, c'est-à-dire avec une variation de la concentration des constituants du mélange d'éluant.

3. Injecteur

C'est un injecteur à boucles d'échantillonnage. Il existe des boucles de différents volumes, nous utiliserons une boucle de 20µl. Le choix du volume de la boucle se fait en fonction de la taille de la colonne et de la concentration supposée des produits à analyser. Le système de la boucle d'injection permet d'avoir un volume injecté constant, ce qui est important pour l'analyse quantitative. Le remplissage de la boucle d'injection se fait à l'aide d'une seringue.

4. Colonne

Une colonne est un tube construit dans un matériau le plus possible inerte aux produits chimiques, souvent en inox ou en verre. Sa section est constante, de longueurs généralement de 15 cm. Au delà, les importantes pertes de charges exigeraient des pressions de liquide beaucoup trop élevées.

5. Détecteurs

Le détecteur suit en continu l'apparition des solutés. Pour détecter, on utilise différents phénomènes physico-chimiques. Le signal obtenu est enregistré en fonction du temps. Généralement, on compare le signal obtenu de la phase mobile et le soluté à celui de la phase mobile seule.

IV.A.6.3. Protocole HPLC

L'analyse HPLC a été réalisée dans une chromatographie en phase liquide à haute performance de type UltiMate 3000 équipé d'un injecteur, d'un système de pompage quaternaire et d'un détecteur UV.

IV.A.6.3.1. Condition opératoire

- Colonne : C18 ;
- La phase mobile : eau/acétonitrile A (90 :10 , v/v) et acétonitrile (B), avec 0,1% d'acide formique.
- Mode : gradient (03 min,0% B; 03 à 10 min ,0 à 10%B ; 10 à 30 min,10 à 20%B ;30 à 35 min, 20 à 25%B ;35 à 50 min, 25 à 50 % B ; 50 à 60 min, 50 à 0% B) suivi de rééquilibrage de la colonne pendant 10 minutes avant le passage suivant.
- Temps d'analyse : 60 min.
- Volume d'injection : de 20 µL.
- La longueur d'onde λ : 280 nm.

Les huiles essentielles et les standards (catéchine, acide gallique, acide caféique) ont été dilués avec le méthanol puis filtré à l'aide d'un filtre seringue avant l'analyse HPLC.

Partie B : Entraînement à la vapeur**IV.B.1. Matériel et produits**

Les matériaux et les produits utilisés pour réaliser ce procédé sont mentionnés ci dessous

Tableau X : Matériel et produit utilisé

Matériel	Produit
<ul style="list-style-type: none">- 2 Ballons d'un litre (monocol)- Ballon d'un litre (tricol)- Réfrigérant- Ampoule à décanté- Chauffe ballon- Balance- Pompe- Réservoir d'eau- Réfractomètre- Pycnomètre- Coudes	<ul style="list-style-type: none">- Eau distillée

IV.B.2. Principe d'extraction par entraînement à la vapeur

Cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter mais les deux séparément. Son principe est basé sur le fait que la plupart des composés volatils contenus dans les végétaux sont entraînés par la vapeur d'eau. Sous l'action de la vapeur d'eau introduite ou formée dans le vase d'entraînement, l'essence aromatique contenue dans la plante est chauffée, disloquée du tissu végétal et entraînée par la vapeur d'eau. Les vapeurs hétérogènes sont condensées sur une surface froide et l'huile essentielle est récupérée dans un récipient puis séparée par décantation.



Figure 21: Dispositif de l'entraînement à la vapeur

IV.B.3.Mode opératoire

- Peser 40 g de l'eucalyptus globulus frais puis l'introduire dans un ballon tricol ;
- Verser 500 ml d'eau distillée dans un ballon monocol ensuite le placer dans un chauffe ballon de type Clevenger ;
- Après avoir atteint l'ébullition, les vapeurs formées vont vers le ballon tricol où il y a la matière végétale. Quand les vapeurs traversent cette dernière, les cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange « eau + HE ». Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et récupéré dans un ballon ;
- Introduire le mélange dans une ampoule à décanter ;
- L'HE se sépare de l'eau par différence de densité ;
- Récupérer l'HE et la peser pour le calcul du rendement ;
- Le même procédé a été effectué pour l'eucalyptus globulus séché et l'eucalyptus radié sec et frais tout en variant la masse végétale.

Chapitre V

Résultats et discussions

Résultats et discussion

V.A.1.Séchage à l'air libre des feuilles d'eucalyptus

Les résultats du séchage des deux végétaux effectués sur les feuilles d'Eucalyptus sont présentés dans les tableaux et courbes ci-dessous :

Tableau XI : Cinétique du séchage de l'eucalyptus radié

ER : Eucalyptus radié

Jour	1	2	3	4	5	6	7
masse ER (g)	156	124	118	116	116	116	116

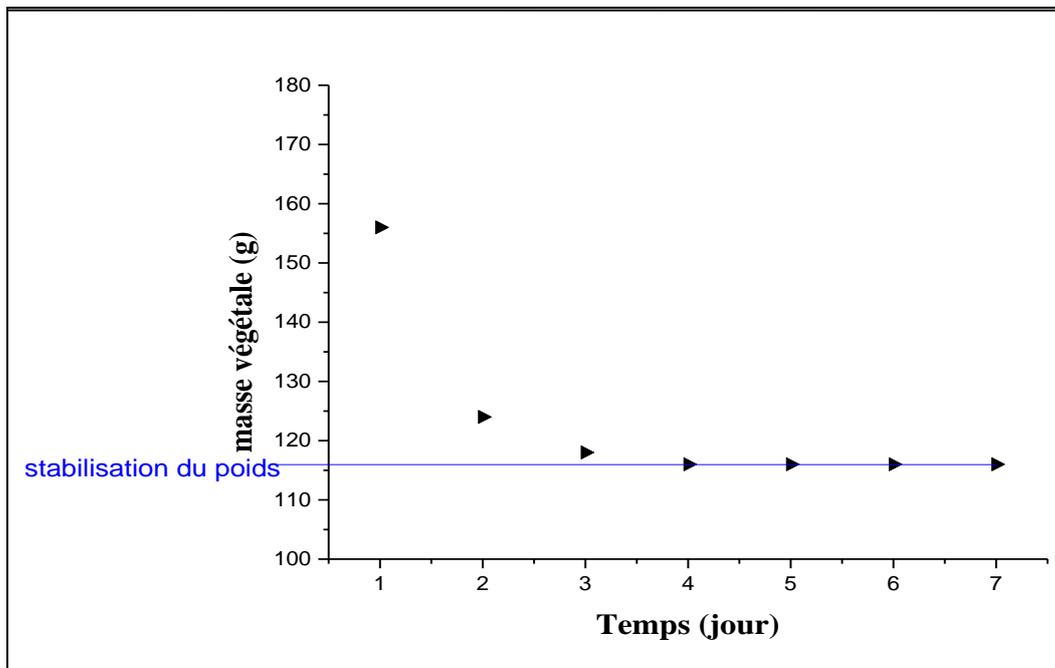


Figure 22 : Cinétique du séchage de l'eucalyptus radié

Tableau XII : Cinétique du séchage de l'eucalyptus Globulus

EG : Eucalyptus Globulus

Jour	1	2	3	4	5	6	7
masse d'EG (g)	96	85	81	76	75	75	75

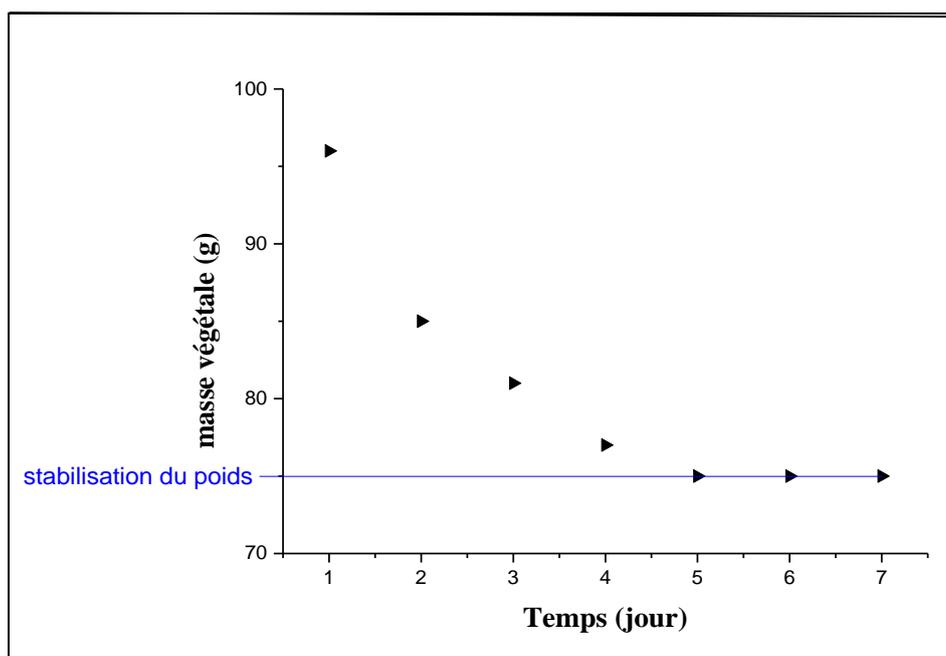


Figure 23 : Cinétique du séchage de l'eucalyptus globulus

La teneur en eau et le taux d'humidité de l'eucalyptus radié et globulus sont présentés dans le tableau ci-dessous :

Une fois le poids constant est obtenu, nous avons pu calculer le taux d'humidité en appliquant la formule citée dans la partie matériel et méthodes et nous avons obtenu 25% et 21% avec l'eucalyptus globulus et radié respectivement. .

Tableau XIII : Teneur en eau et le taux d'humidité d'ER et EG

	m(g)	m_s(g)	Teneur en eau (w)	Taux d'humidité (y)
ER	156	116	0,34	25%
EG	96	75	0,27	21%

Ces résultats ne sont pas en accords avec les résultats trouvés par (BOUKHALFOUN ; 2012) qui a obtenu 14.96% avec l'eucalyptus globulus et les données de la littérature qui prévoit des valeurs comprises entre 12 à 15 %. Cette différence est probablement due aux différentes régions de récolte.

V.A.2. Rendement de l'huile essentielle

Pour atteindre les conditions optimales permettant d'aboutir aux meilleurs résultats possibles, il faut effectuer une optimisation du procédé étudié. Son principe consiste à faire varier un des

paramètres tout en gardant les autres paramètres constants et estimer l'influence de ses variations.

Dans ce travail, le paramètre soumis à des variations est celui de la masse végétale, tandis que le volume d'eau et le temps de distillation sont maintenus constants.

V.A.2.1. Rendement de l'huile essentielle des feuilles d'eucalyptus radié

Dans cette partie on retrouve les résultats obtenus avec l'ER frais et séché

V.A.2.1.1. Rendement de l'huile essentielle des feuilles d'eucalyptus radié frais

Le tableau suivant récapitule le ratio masse végétale/volume d'eau et les rendements obtenus

Tableau XIV : Rendement de l'HE d'eucalyptus radié frais par hydrodistillation

Essais	1	2	3	4	5	6	7
Volume d'eau (ml)	250	250	250	250	250	250	250
Masse Végétale (g)	60	80	90	100	120	130	140
Masse d'HE (g)	0,16	0,28	0,35	0,43	0,6	0,58	0,19
Volume d'hydrolat (ml)	150	149	148	145	143	148	150
Durée de distillation moyenne (min)	38	38	38	38	38	38	38
M/V	0,24	0,32	0,36	0,4	0,48	0,52	0,56
Rendement (%)	0,26	0,35	0,39	0,43	0,5	0,45	0,13

M: masse initiale du végétal (g)

V: volume d'eau (ml)

a- Représentation graphique du rendement d'ER frais en fonction du rapport M/V

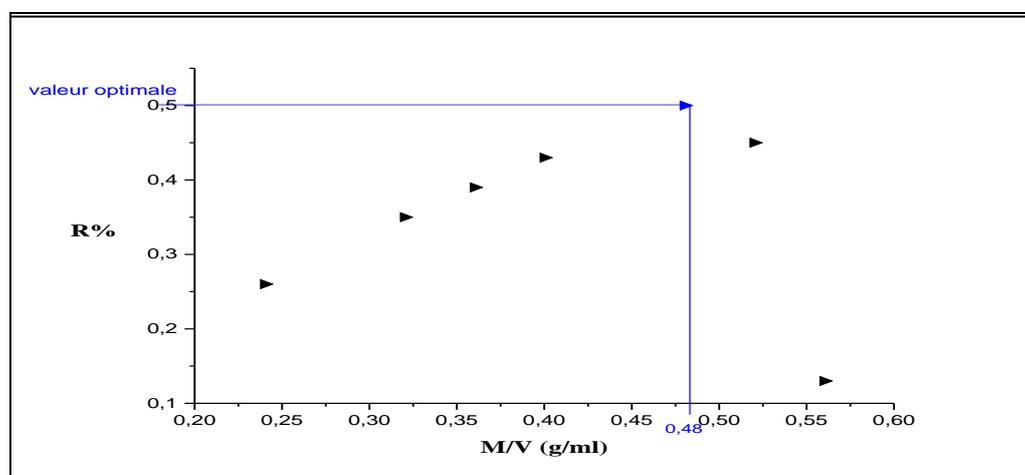


Figure 24 : évolution du rendement en HE d'ER frais en fonction du rapport M/V

b-Calcul du rendement :

Le rendement est le rapport entre la masse de l'HE et la masse initiale du végétale

Exemple :

$$\text{Essai 3 : } R = (m_{HE} / m_v) * 100 \longrightarrow R = (0,28/80)*100 = 0,35\%$$

Pour chaque rapport nous avons obtenu des rendements différents, plus au moins significatifs pour certains. Le meilleur rendement obtenu est celui du rapport 120/250 (Essai 5).

Au delà de la valeur optimale, on remarque sur la **Figure 24** que les rendements décroissent ce qui signifie que la quantité de solvant n'est pas suffisante pour pouvoir extraire de grandes quantités d'HE et l'équipement n'est pas adapté à ces quantités.

V.A.2.1.2. Rendement en l'huile essentielle des feuilles d'eucalyptus radié séchée

Le tableau suivant récapitule le ratio masse végétale/volume d'eau et les rendements obtenus

Tableau XV : Rendement de l'huile essentielle d'eucalyptus radié séchée par hydrodistillation

Essais	1	2	3	4	5	6
Volume d'eau(ml)	250	250	250	250	250	250
Masse Végétale (g)	60	80	90	100	120	140
Masse de HE (g)	0,13	0,36	0,45	0,5	0,3	0,22
Volume d'hydrolat (ml)	150	114	112	110	152	160
Durée de distillation moyenne (min)	37	37	37	37	37	37
M/V	0,24	0,32	0,36	0,4	0,48	0,56
Rendement (%)	0,29	0,6	0,67	0,66	0,43	0,23



Figure 25 : Huile essentielle d'ER séché

a- Représentation graphique du rendement d'ER frais en fonction du rapport M/V

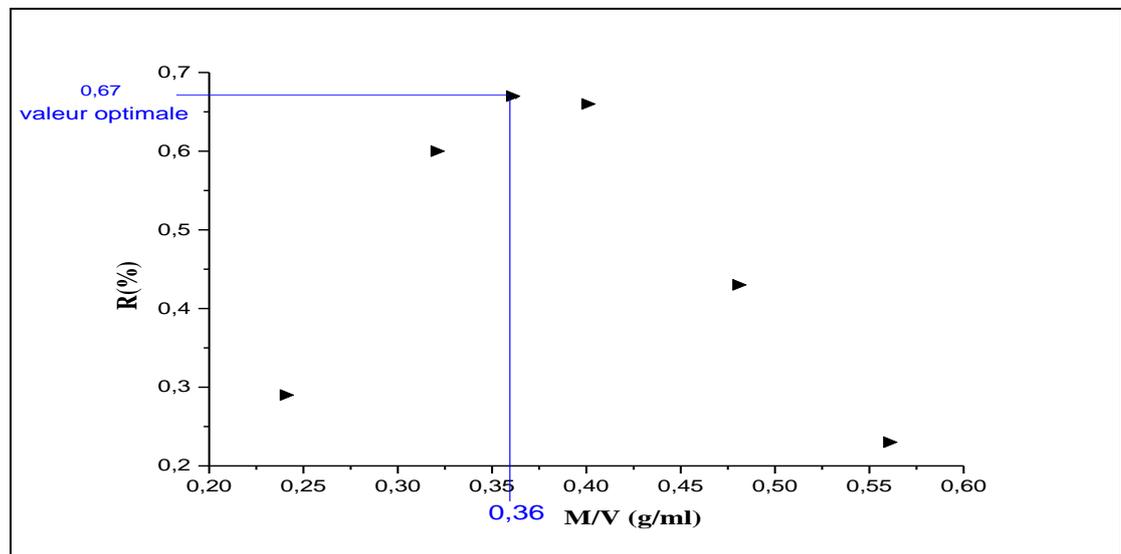


Figure 26 : Evolution du rendement en HE d'ER séché en fonction du rapport M/V

b-Calcul du rendement :

$$R (\%) = \frac{m_a}{m_c \cdot (1-y)} * 100$$

$$\text{Donc : } R = \frac{0.45}{90 \cdot (1-0.25)} * 100 = 0,67\%$$

Pour estimer les rendements pour l'HE d'ER séché nous avons pris en compte l'humidité enlevée après le séchage des feuilles d'ER. Les résultats obtenus des rendements de l'HE augmentent proportionnellement avec les masses du végétal jusqu'à la valeur optimale puis décroît après cette valeur comme le montre la **Figure 26**. Le meilleur rendement obtenu est celui du rapport 90/250 (essai 3).

V.A.2.2. Rendements des feuilles eucalyptus radié frais et sec

Le tableau ci dessous présente les rendements de l'ER frais et sec :

Tableau XVI : Rendements des huiles essentielles pour le végétale
Frais et sec d'ER.

Masse végétal d'ER (g)	Rendement d'ER Frais (%)	Rendement d'ER Séchée (%)
60	0,26	0,29
80	0,35	0,6
90	0,39	0,67
100	0,43	0,66
120	0,5	0,43
140	0,13	0,23

Représentation graphique des rendements en fonction de la masse végétale fraîche et sèche d'ER

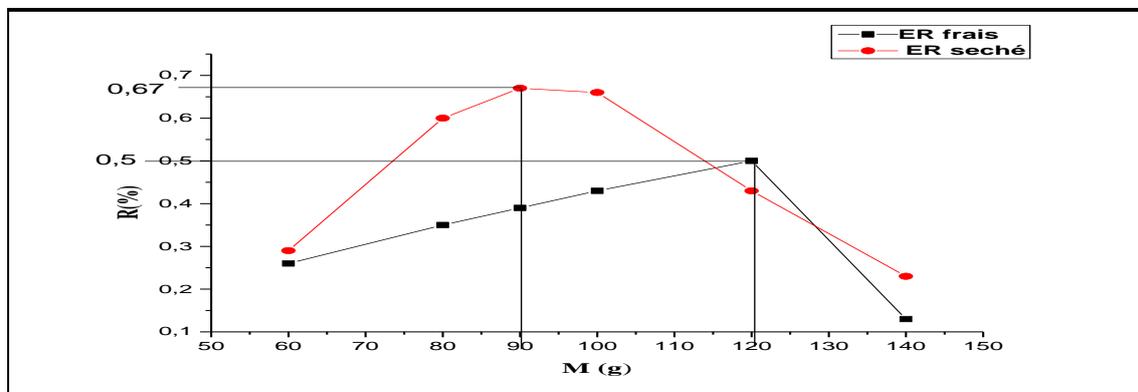


Figure 27: Les rendements d'ER frais et sec en fonction de la masse végétale

ERF: Eucalyptus radié frais.

ERS: Eucalyptus radié sec.

On remarque par la comparaison du végétal frais et sec de variété ER que les meilleurs rendements sont obtenus par le végétal sec comme l'indique les résultats et la représentation graphique ci-dessus.

La valeur optimale obtenue avec l'ER séché est de 0.67% avec 90g de végétal.

La valeur optimale obtenue avec l'ER frais est de 0.5% avec 120g de végétal.

V.A.2.3. Rendement de l'huile essentielle des feuilles eucalyptus globulus

Dans cette partie on retrouve les résultats obtenus avec l'EG frais et séché.

V.A.2.3.1. Rendement de l'huile essentielle des feuilles d'eucalyptus globulus frais

Le tableau suivant récapitule le ratio masse végétale/volume d'eau et les rendements obtenus

Tableau XVII : Rendement de l'huile essentielle d'eucalyptus globulus frais par hydrodistillation

Essais	1	2	3	4	5	6
Volume d'eau (ml)	500	500	500	500	500	500
Masse Végétale (g)	40	50	60	70	80	100
Masse de HE (g)	0,21	0,28	0,63	0,4	0,41	0,49
Volume d'hydrolat (ml)	350	320	310	312	353	353
Durée de distillation (min)	76	76	76	76	76	76
M/V	0,08	0,1	0,12	0,14	0,16	0,2
Rendement (%)	0,53	0,56	0,78	0,57	0,51	0,49

Représentation graphique du rendement d'EG frais en fonction du rapport M/V :

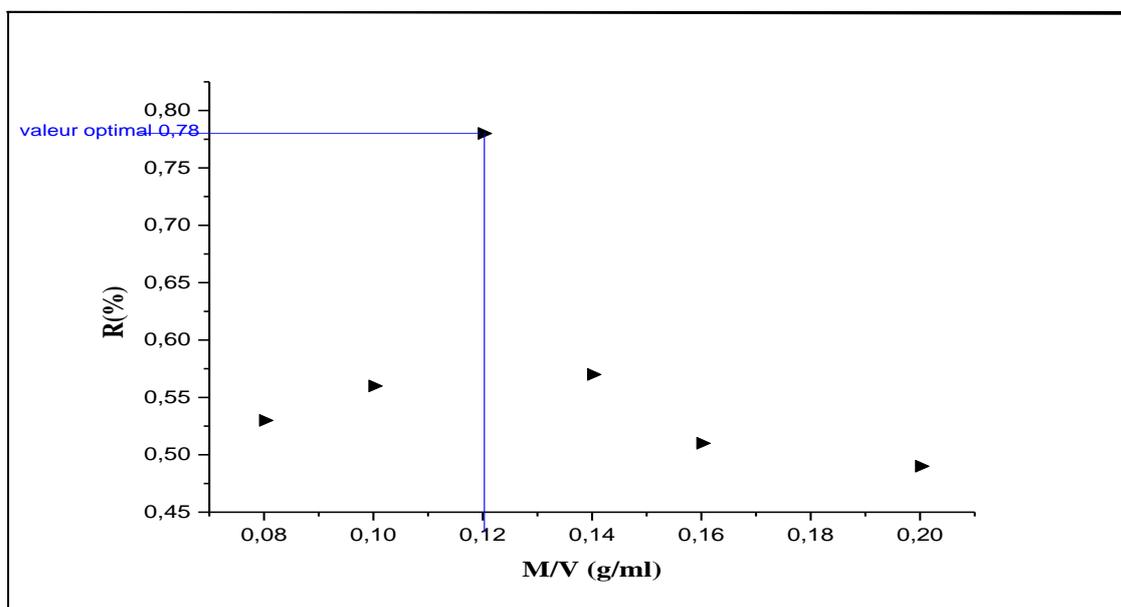


Figure 28 : Evolution du rendement en HE d'EG frais en fonction du rapport M/V.

V.A.2.3.2. Rendement en l'huile essentielle des feuilles eucalyptus globulus séché

Le tableau suivant récapitule le ratio masse végétale/volume d'eau et les rendements obtenus

Tableau XVIII : Rendement de l'HE d'EG séché par hydrodistillation

Essais	1	2	3	4	5
Volume d'eau (ml)	500	500	500	500	500
Masse Végétale (g)	50	60	70	80	100
Masse de HE (g)	0,28	1	0,99	0,71	0,7
Volume d'hydrolat (ml)	329	320	310	325	248
Durée de distillation moyenne (min)	63	63	63	63	63
M/V	0,1	0,12	0,14	0,16	0,2
Rendement (%)	0,7	1,6	1,96	1,51	0,89

Représentation graphique du rendement d'EG séchée en fonction du rapport M/V :

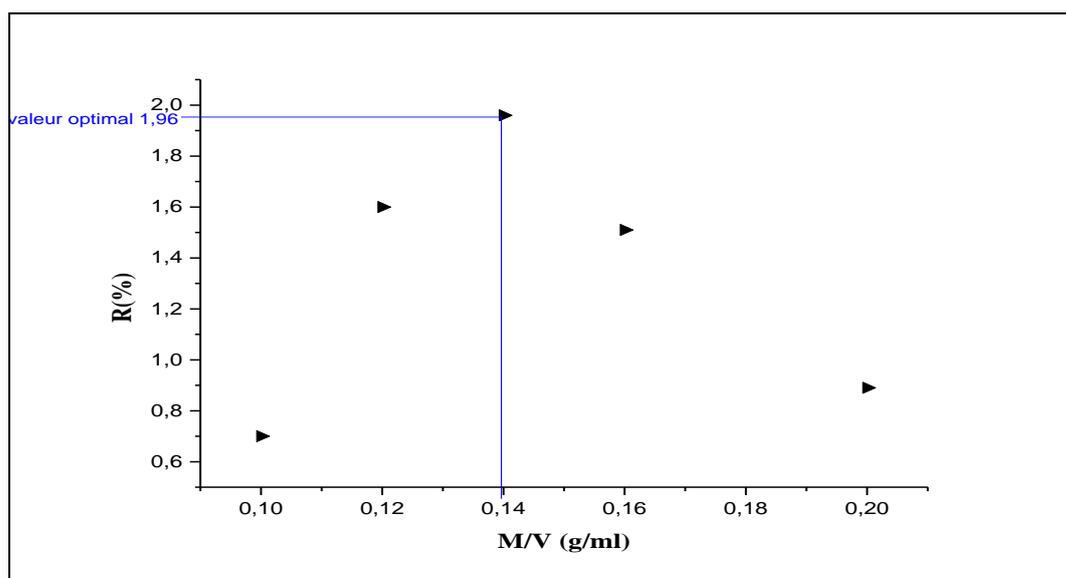


Figure 29 : Evolution du rendement en HE d'EG séché en fonction du rapport M/V.

Les valeurs optimales de l'HE d'EG sont atteintes à partir de petites quantités de masses végétales (60g pour le frais et 70g pour le séché).

Les rendements obtenus par hydrodistillation pour ce type d'eucalyptus sont importantes comparé à celles obtenues à partir de l'ER .

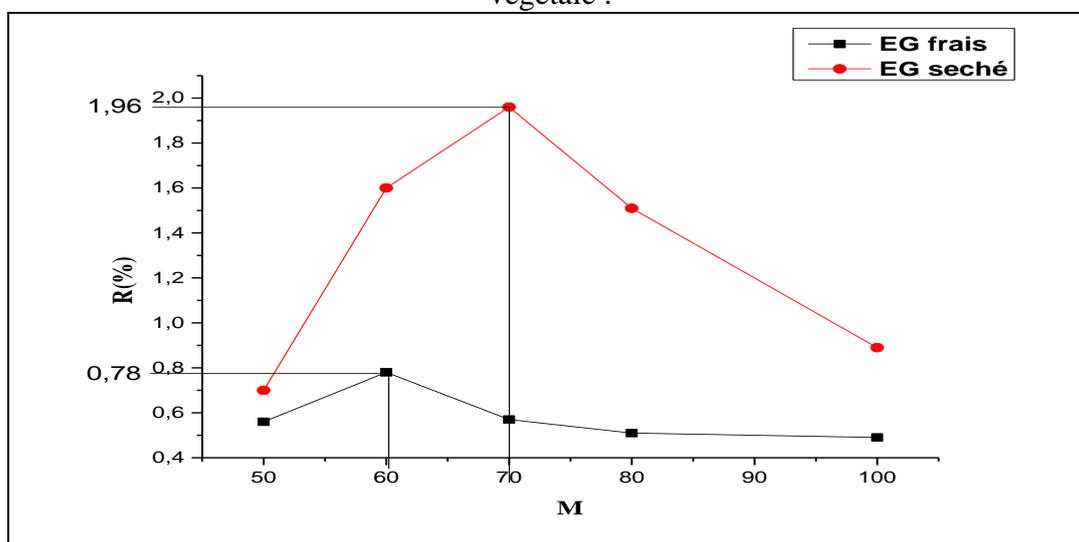
V.A.2.4. Rendements des feuilles l'eucalyptus globulus frais et sec

Le tableau ci dessous présente les rendements de l'EG frais et sec

Tableau XIX : Rendements des HE pour le végétal frais et sec d'EG

Masse végétale d'EG (g)	Rendement d'EG Frais (%)	Rendement d'EG Séché (%)
50	0,56	0,7
60	0,78	1,6
70	0,57	1,96
80	0,51	1,51
100	0,49	0,89

Représentation graphique de la comparaison des rendements en fonction de la masse végétale :

**Figure 30** : Rendements d'EG frais et sec en fonction de la masse végétale

EGF: Eucalyptus globulus frais

EGS: Eucalyptus globulus sec

On remarque par la comparaison du végétal frais et séché du type EG que les meilleurs rendements de l'HE obtenus par le végétal séché à une différence assez importante entre les deux genres comme l'indique la représentation graphique ci-dessus.

La valeur optimale obtenue avec l'EG séché est de 1.96% avec 70g de végétal.

La valeur optimale obtenue avec l'EG frais est de 0.78% avec 60g de végétal.

V.A.3.Caractérisation des huiles essentielles des feuilles d'eucalyptus

V.A.3.1.-Caractérisation organoleptique

La caractérisation organoleptique des HE d'Eucalyptus consiste à évaluer ; l'aspect, la couleur et l'odeur, en utilisant les sens.

Les caractères organoleptiques de l'HE de l'EG et de l'ER obtenus par hydrodistillation, sont présentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau XX : Caractères organoleptiques de l'HE de l'EG et de l'ER

	Aspect	Couleur	Odeur
HE d'ER séché et frais	liquide	jaune pâle	fraîche
HE d'EG séché et frais	liquide	jaune marron	fraîche et camphrée
Norme AFNOR NFT7	Liquide limpide, fluide et mobile	jaune très pâle à transparent	fraîche et camphrée

Les résultats sont conformes à ceux rapportés par la norme **AFNOR NFT7**.

V.A.3.2. Caractérisation physico-chimique

V.A.3.2.1. Indice de réfraction et densité

V.A.3.2.1.1. Indice e réfraction

Exemple : indice de réfraction d'EGC à 25°C :

On a $n_T = 1,4688$

Donc : $n_{20} = 1,4688 + 0,00045 * (25 - 20) = 1,47105$.

V.A.3.2.2. densité

a- Les masses de pycnomètre vide et rempli :

Tableau XXI : Masses de pycnomètre

	m_0 (g)	m_1 (g)	m_2 (g)	d_{20}^{20}
EGC	14,9993	20,7133	19,7830	0.83
ERC	14,9993	20,7133	19,7870	0.83

EGC : HE d'eucalyptus globulus commercial

ERC : HE d'eucalyptus radié commercial

Ainsi la densité était calculée selon l'équation suivante :

$$d_{20} = dT + 0,0006(T - 20)$$

Exemple de densité d'EGC à 25°C :

$$d_{20} = 0,837 + 0,0006 (25 - 20) = 0,84$$

Le tableau suivant présente les indices de réfraction et la densité mesuré :

Tableau XXII : Les caractéristiques physico-chimiques d'EG, ER frais, séché et commercial sont représentées dans le tableau ci-dessous :

	Indice de réfraction	Densité
EGF	1,34715	
EGS	1,46815	
ERF	1,34725	
ERS	1,47825	
ERC	1,45405	0,84
EGC	1,47105	0,84
Normes ISO 719-1980	1,459-1,467	0,906-0,925
ISO 3065-1974	1,458-1,465	0,918-0,928

Les résultats obtenus ne sont pas totalement conformes avec les normes ISO 719-1980 et ISO 3065-1974. Il est possible que ces huiles essentielles sont des huiles légères ce qui explique la densité basse.

Les indices de réfractons de l'EGF et ERF sont faibles à cause des erreurs de manipulations, la décantation faite avec ces deux échantillons était mal faite.

V.A.4.Conclusion

L'examen des différents résultats expérimentaux montre que dans cette technique d'extraction choisi à savoir l'hydrodistillation, les rendements des HE en extrait varient de 0,49 à 0,78% pour l'EGF et 0,7 à 1,96% pour l'EGS ; de 0,13 à 0,45% pour l'ERF et de 0,23 à 0,67 % pour l'ERS.

Nous observons d'une manière générale que les rendements des essais effectués avec l'hydrodistillation et avec l'eucalyptus globulus sont plus importants. Par ailleurs, les résultats obtenus indiquent que les végétaux séchés apportent un meilleur rendement que les végétaux frais concernant les deux variétés.

Toutefois, il ne faut pas perdre de vue que l'utilisation de grandes quantités de masse végétale nécessite des quantités de solvant importantes d'où le besoin d'employer des équipements plus

grands adaptés à ces quantités, ce qui permet d'augmenter la surface d'échange entre le végétal et le solvant.

Partie B Entraînement à la vapeur

V.B.1. Rendement de l'huile essentielle

Nous avons procédé en se basant sur les résultats de l'hydrodistillation, alors nous avons pris les rapports M/V proches des valeurs optimales.

V.B.1.1. Rendement de l'huile essentielle des feuilles d'eucalyptus globulus

Dans cette partie on retrouve les résultats obtenus avec l'ER frais et séché

V.B.1.1.1. Rendement de l'huile essentielle des feuilles d'eucalyptus globulus frais

Le tableau suivant récapitule le ratio masse végétale/volume d'eau et les rendements obtenus

Tableau XXIII : Rendement de l'HE d'eucalyptus globulus frais par entraînement à la vapeur

Essais	1	2	3
Volume d'eau (ml)	500	500	500
Masse Végétale (g)	40	60	80
Masse de HE (g)	0,1	0,37	0,14
Volume d'hydrolat (ml)	320	290	330
Durée de distillation moyenne (min)	75	75	75
Rendement	0,25	0,62	0,17

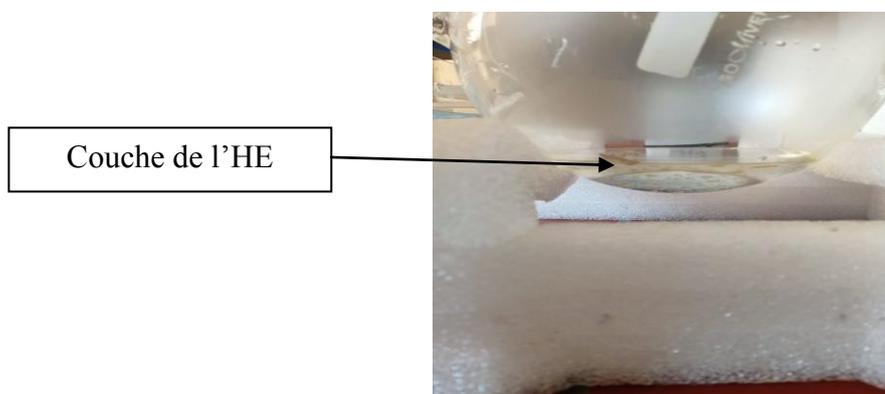


Figure 31: HE d'EG frais

V.B.1.1.2. Rendement de l'huile essentielle des feuilles d'eucalyptus globulus séchées

Le tableau suivant récapitule le ratio masse végétale/volume d'eau et les rendements obtenus

Tableau XXIV Rendement de l'HE d'eucalyptus globulus séché par entraînement à la vapeur.

Essais	1	2	3
Volume d'eau (ml)	500	500	500
Masse Végétale (g)	60	70	80
Masse de HE (g)	0,53	0,65	0,64
Volume d'hydrolat (ml)	120	170	200
Durée de distillation moyenne (min)	75	75	75
Rendement	1,23	1,19	1,12

Les quantités de l'HE obtenues sont intéressantes avec ce procédé et cette variété d'eucalyptus.

Nous avons remarqué que la valeur optimale du rapport M/V de l'hydrodistillation est la même pour l'entraînement à la vapeur. Ainsi les meilleurs rendements sont obtenus par le végétal séché.

V.B.1.2. Rendement de l'huile essentielle des feuilles d'eucalyptus radié

Nous avons procédé directement avec les valeurs optimales de l'hydrodistillation pour ce type d'eucalyptus et ce procédé.

Le tableau suivant récapitule le ratio masse végétale/volume d'eau et les rendements obtenus.

Tableau.XXV: Rendement de l'huile essentielle d'eucalyptus radié frais et séché par entraînement à la vapeur.

végétal	ER frais	ER séché
Volume d'eau(ml)	500	500
Masse Végétale (g)	120	90
Masse de HE (g)	0,42	0,37
Volume d'hydrolat (ml)	175	180
Durée de distillation moyenne (min)	75	75
Rendement	0,35	0,55

Les meilleurs rendements sont obtenus par le végétal séché.

V.B.2.Conclusion

L'examen des différents résultats montre que dans cette technique d'extraction choisie, à savoir l'entraînement à la vapeur, les rendements en extrait varient de 0,1 à 0,37% pour l'EGF et de 1,12 à 1,23% pour l'EGS ; de 0,35 à 0,55% pour l'ERF et l'ERS.

Nous observons d'une manière générale que les rendements des essais effectués avec l'entraînement à la vapeur et avec l'eucalyptus globulus sont plus importants.

Par ailleurs, les résultats obtenus indiquent que les végétaux séchés apportent un meilleur rendement que les végétaux frais concernant les deux variétés.

On remarque que les rendements sont faibles. Ceci est dû aux erreurs de manipulations et manque de matériel.

V.C. Analyse chromatographique haute performance (HPLC)

V.C.1.Les chromatogrammes des extraits des feuilles d'eucalyptus obtenus par hydrodistillation

Les figures suivantes présentent les chromatogrammes des extraits des feuilles d'eucalyptus globulus et radié frais et sec obtenu par hydrodistillation

a-EG séché

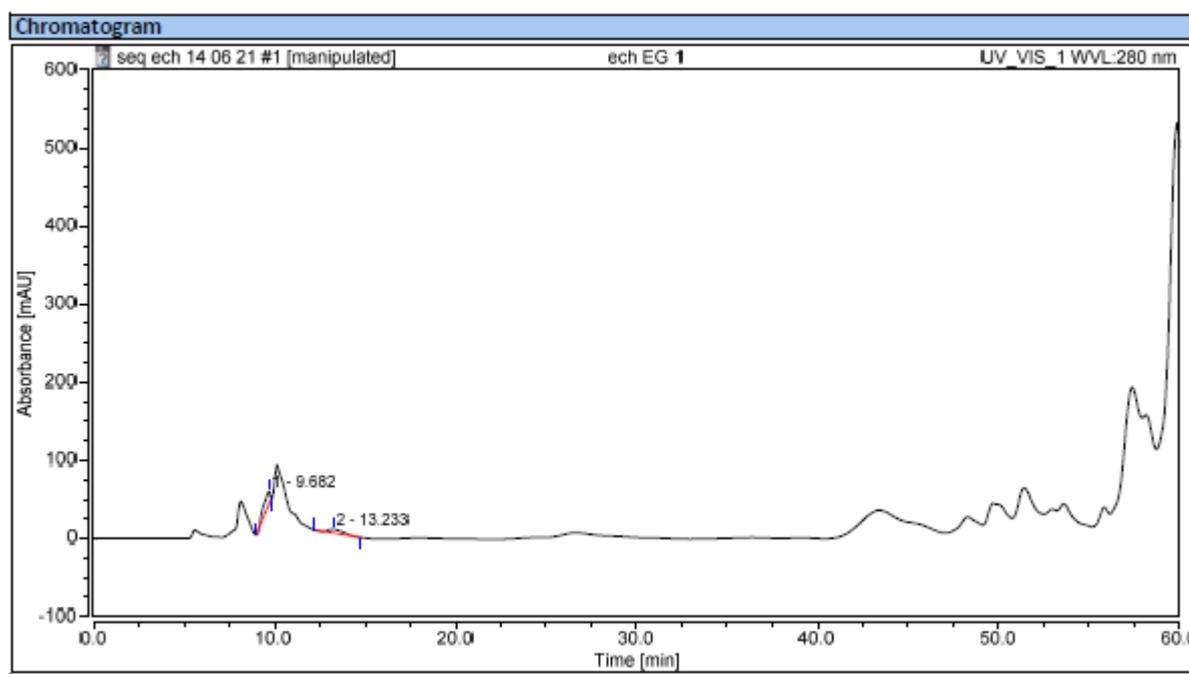


Figure 32 : Analyses chromatographique HPLC de l'extrait des feuilles d'eucalyptus globulus séchées obtenue par hydrodistillation

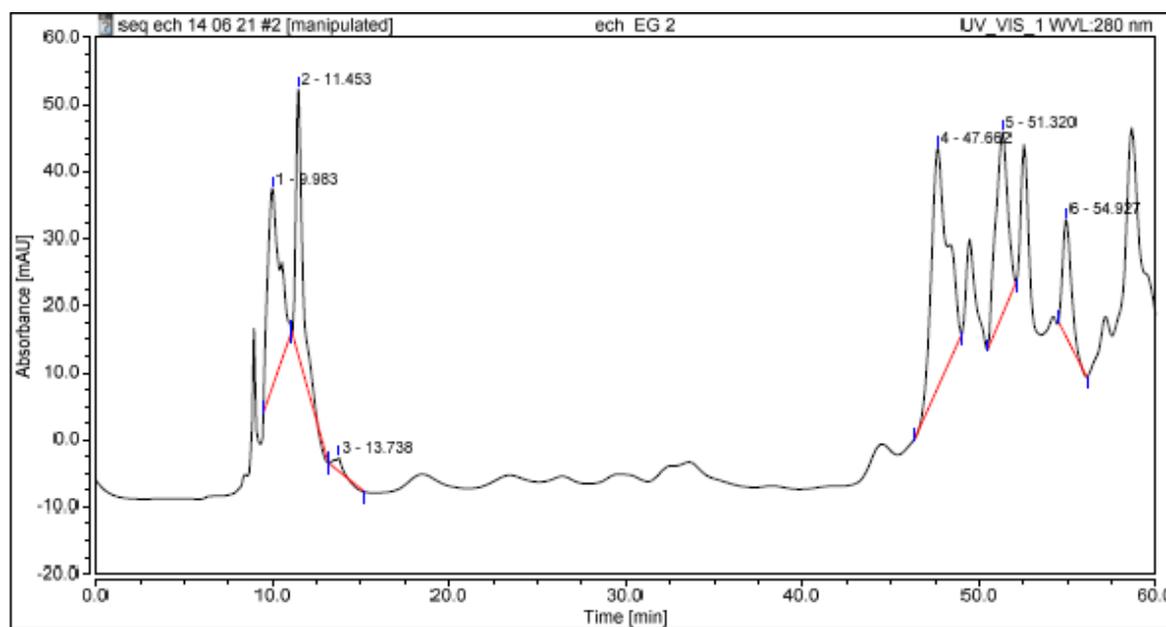
b-EG frais

Figure 33 : Analyses chromatographique HPLC de l'extrait des feuilles d'eucalyptus globulus frais obtenue par hydrodistillation

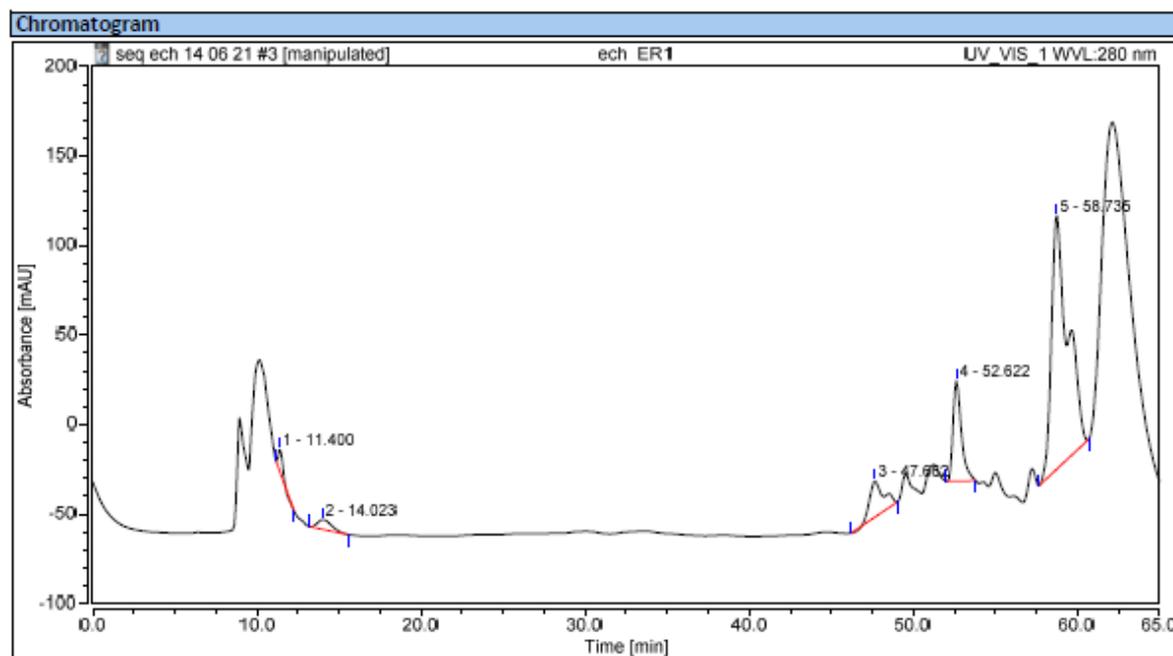
c-ER séché

Figure 34 : analyses chromatographique HPLC de l'extrait des feuilles d'eucalyptus radié séchées obtenue par hydrodistillation

d- ER frais

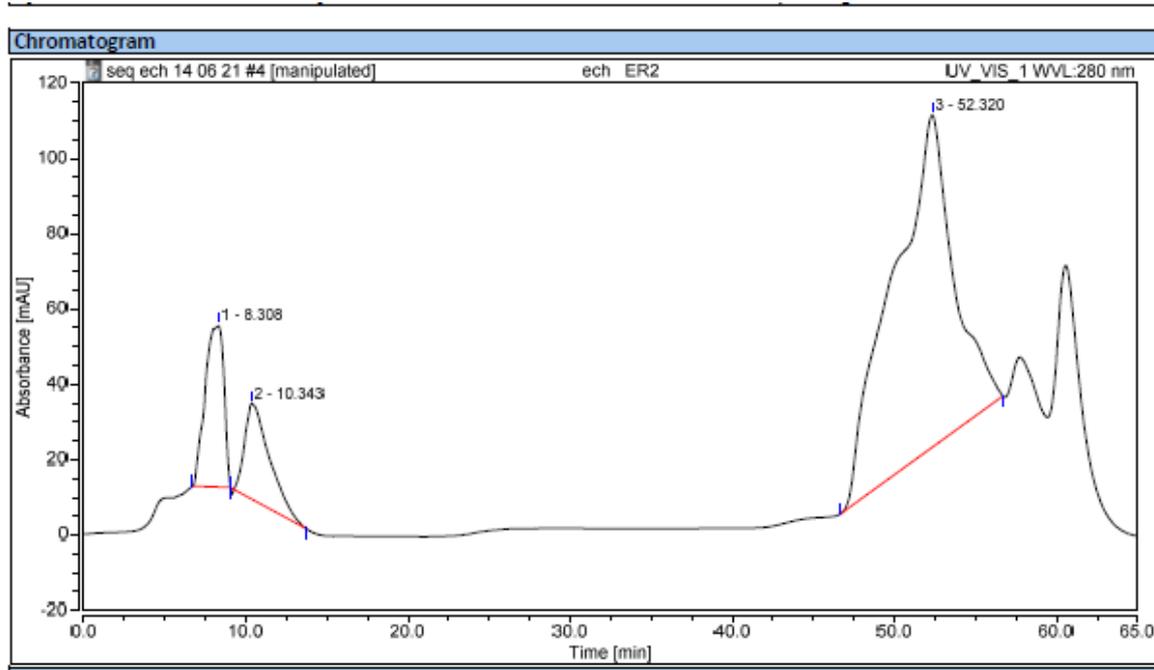


Figure 35 : Analyses chromatographique HPLC de l'extrait des feuilles d'eucalyptus radié séchées obtenue par hydrodistillation

V.C.2. Les chromatogrammes des échantillons obtenus par entraînement à la vapeur

Les figures suivantes présentent les chromatogrammes des extraits des feuilles d'eucalyptus globulus sec obtenu par entraînement à la vapeur

a-EG séché

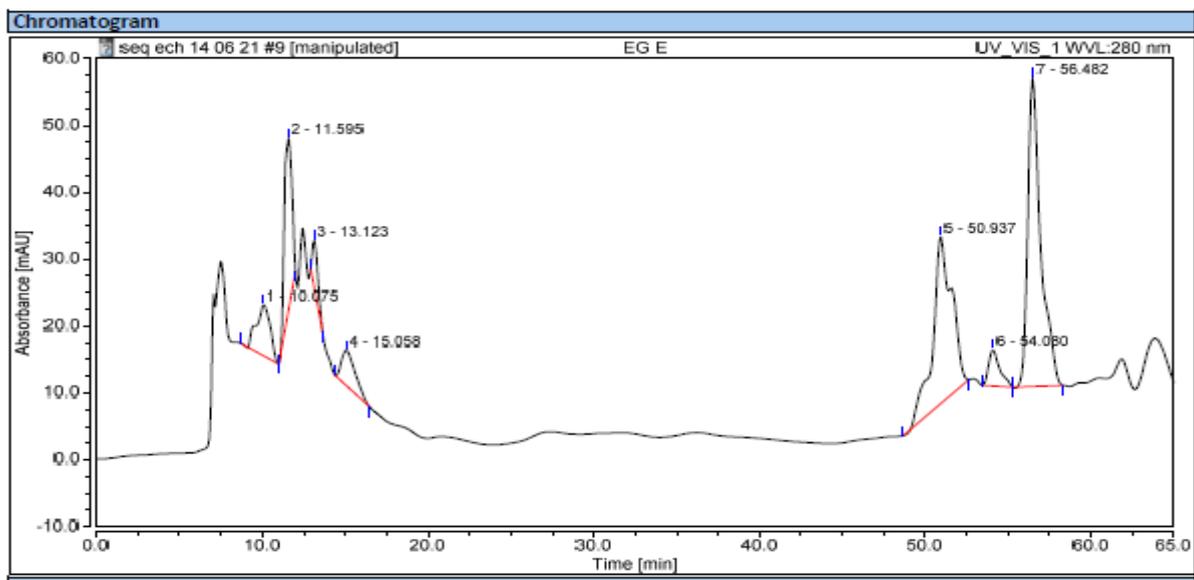


Figure 36 : Analyses chromatographique HPLC de l'extrait des feuilles d'eucalyptus globulus séchées obtenu par entraînement à la vapeur

La figure suivante présente le chromatogramme d'eucalyptus globulus commercial obtenu par entraînement à la vapeur

b-EG commercial

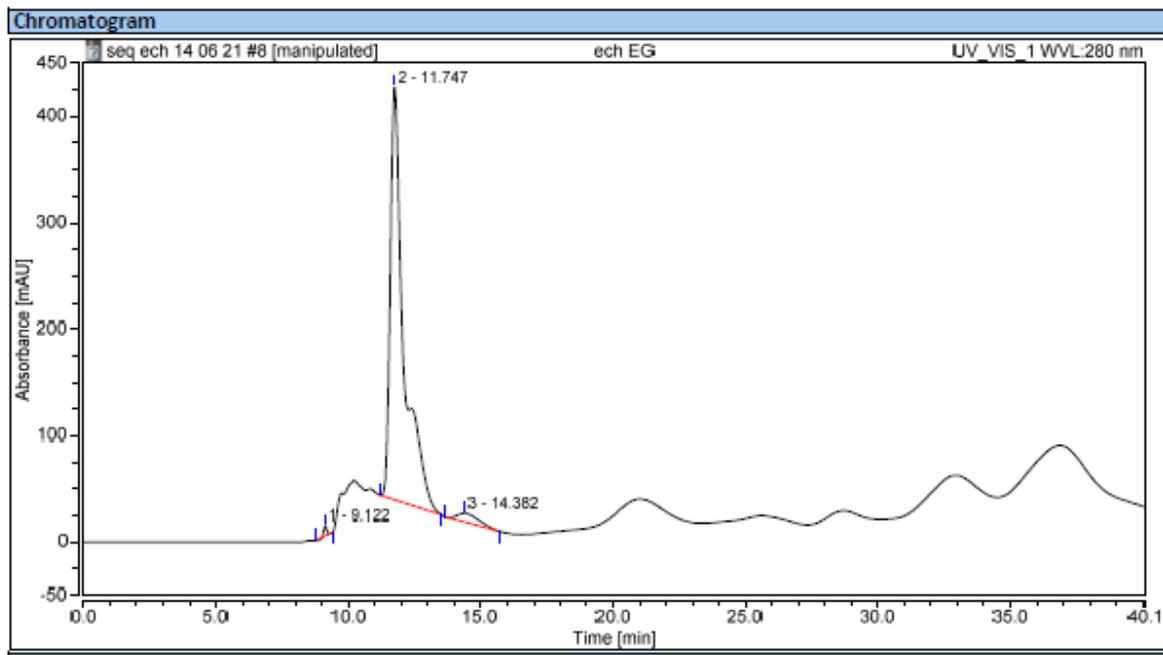


Figure 37 : Analyses chromatographique HPLC de l'extrait des feuilles d'eucalyptus globulus commercial

V.C.3. Les chromatogrammes des standards utilisés

Les figures suivantes présentent les chromatogrammes des standards utilisés (catéchine, acide caféique, acide gallique)

a-Acide gallique

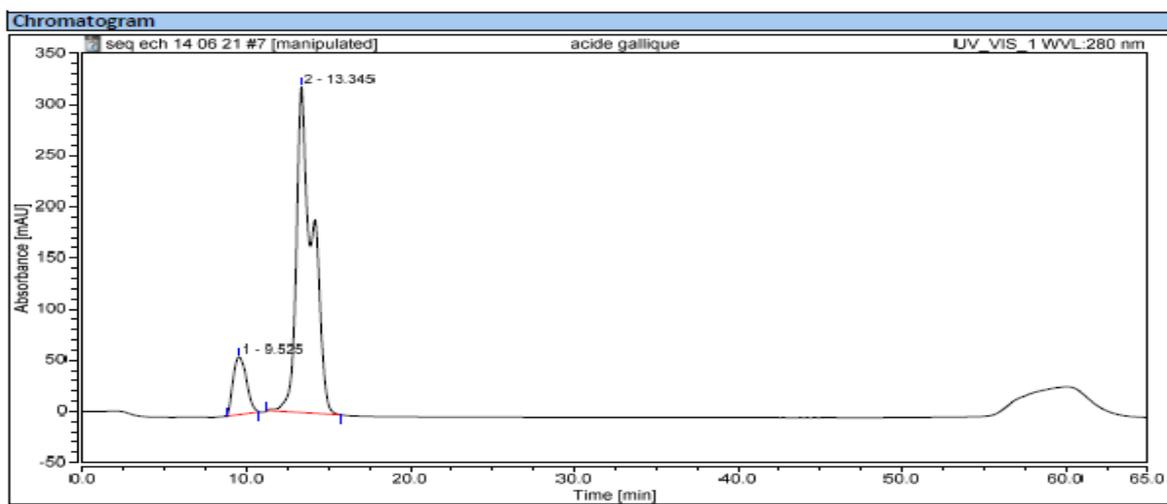


Figure 38 : Chromatogramme HPLC de l'Acide gallique

b-acide caféique

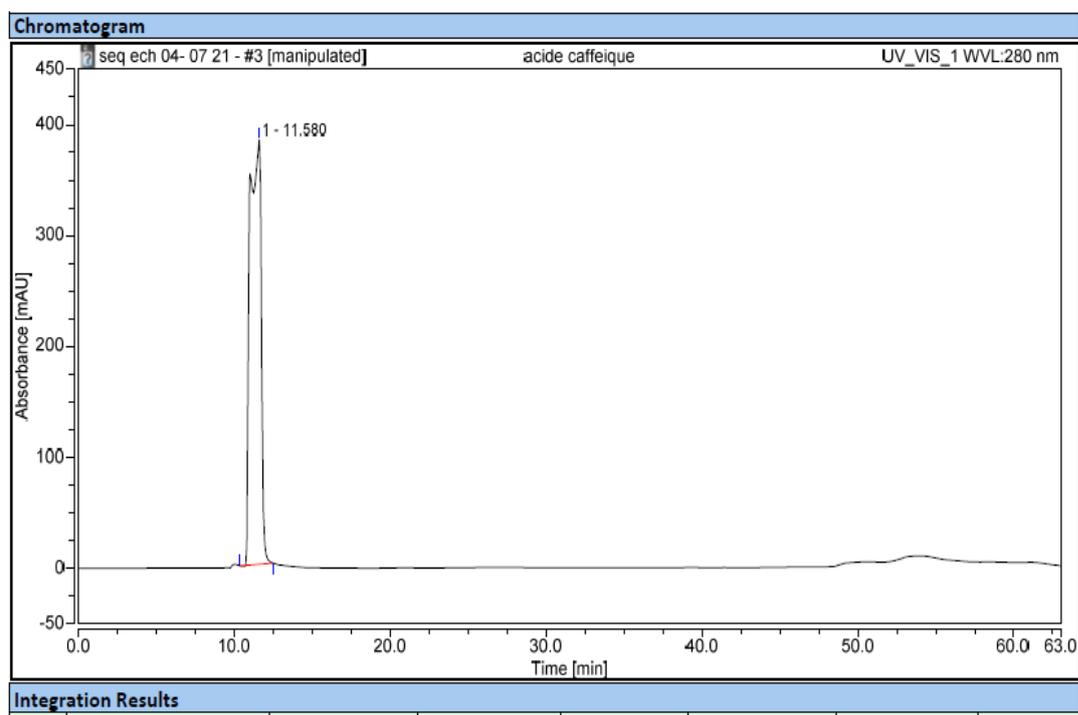


Figure 39 : Chromatogramme HPLC de l'Acide caféique

c-Catéchine

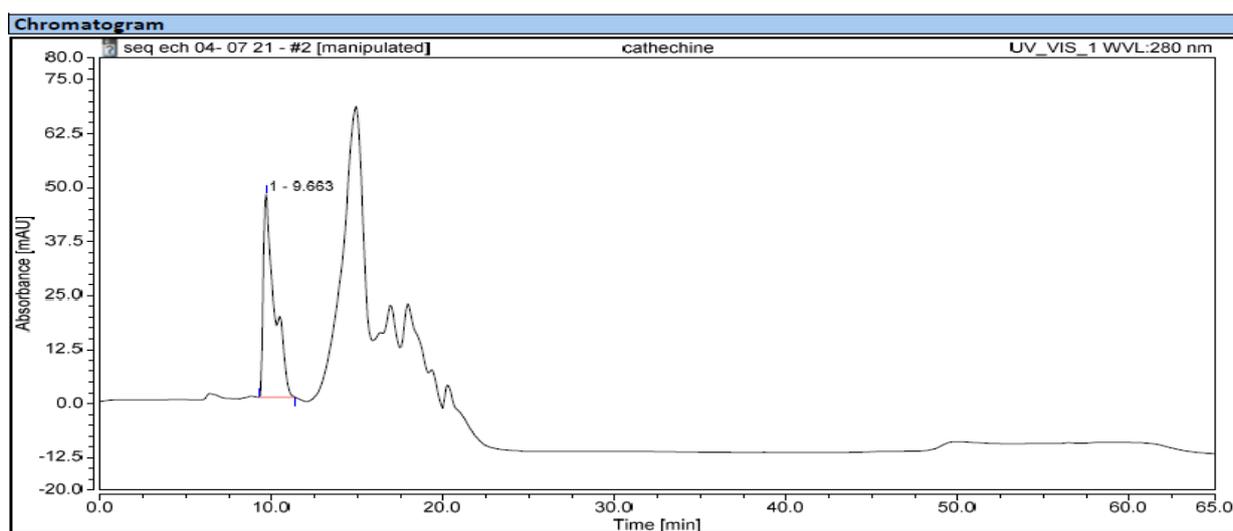


Figure 40 : Chromatogramme HPLC de la catéchine

Les chromatogrammes obtenus sont portés dans les figures [32-40]. A partir des chromatogrammes obtenus nous remarquons quelques pics plus ou moins bien séparés

distingués et dont certains correspondent à des composés en très faible concentration, ce qui complique d'avantage leur identification.

L'examen des résultats de l'analyse HPLC nous a permis de déterminer la présence des acides phénoliques par comparaison des temps de rétentions des pics des échantillons avec ceux des standards (catéchine, acide gallique, acide caféique).

Tableau XXVI. Temps de rétention

procédés Echantillon Standard	Hydrodistillation				Entraînement à la vapeur	
	EG séché	EG frais	ER séché	ER frais	EG commercial	EG séché
Catéchine Tr (9,663 min)	9,682	9,983			9,122	
Acide gallique Tr (13,345 min)	13,233	13,738				13,123
Acide caféique Tr (11,580 min)		11,453	11,400		11,747	11,595

Les résultats d'HPLC nous montrent la présence des composés suivants :

- L'acide caféique dans EG frais, ER séché, EG commercial et l'EG séché avec entraînement à la vapeur.
- La catéchine dans EG séché/ frais et le EG séché avec entraînement à la vapeur.
- L'acide gallique dans le EG frais/ séché/ et commercial.

D'après les chromatogrammes obtenus on remarque que le nombre de composés présents dans EG frais sont plus importants que ceux retrouvés dans EG séché. Ce qui veut dire que l'EG frais est plus riche en acides phénoliques.

On suppose que le procédé de séchage fait disparaître quelques composés, par exemple c'est le cas de l'acide caféique qu'on ne retrouve pas dans EG séché mais il est présent dans EG frais.

Les chromatogrammes de l'EGS obtenus avec le procédé d'entraînement à la vapeur, montre que le nombre de composés est plus importants avec ce dernier que celui obtenu avec le procédé d'hydrodistillation. Ce qui signifie que le procédé d'entraînement à la vapeur est mieux adapté pour préserver plus d'acides phénoliques.

Conclusion générale

Conclusion générale

Les teneurs en huiles essentielles sont généralement très faibles, il faut parfois plusieurs tonnes de plantes pour obtenir un litre d'huile essentielle. La composition et le rendement des huiles essentielles peuvent varier d'une plante à une autre selon : l'âge, le cycle végétatif de l'organe, le mode d'extraction, les facteurs climatiques et la nature du sol.

Dans notre cas, les rendements obtenus se situent dans les variations indiquées par la pharmacopée européenne (2008) et l'association AFNOR.

Les résultats obtenus indiquent que les végétaux séchés apportent un meilleur rendement que les végétaux frais concernant les deux variétés (radié et globulus).

Les deux procédés nous donnent approximativement les mêmes résultats c'est-à-dire le meilleur rendement est obtenu avec les mêmes quantités de végétales et pour le même état de la plante. Par contre les quantités de l'HE obtenues avec l'entraînement à la vapeur sont faibles comparées à celles obtenues avec l'hydrodistillation ; On suppose que ceci est dû à l'échappement des vapeurs lors de la manipulation.

Le séchage et le choix du procédé peut influencer la qualité de l'HE ceci est aperçu par l'identification faite par la chromatographie HPLC qui montre l'absence de quelques composés dans le végétal séché mais leur disponibilité dans le végétal frais.

Les prix du marché varient selon le type d'essence. D'une part, il est constaté que si le bio est exigé, il coûtera un peu plus cher. D'autre part, plus le procédé de fabrication est coûteux, plus le prix sera élevé ou plus les quantités extraites sont faibles et la plante est difficile à récolter – ou est rare – plus le coût sera important. Ce qui est le cas avec les deux variétés d'eucalyptus ER et EG. Le prix du ER est plus cher que celui du EG en raison des faibles quantités de l'HE extraites avec ce type et au fait que la plante séchée donne un meilleur rendement ce qui veut dire qu'il faut rajouter les coûts du procédé de séchage au procédé initial (la distillation). Cependant, les coûts du procédé de séchage se rentabilisent en partie, du fait que l'extraction de l'huile essentielle à base de plante sèche ne nécessite pas de grande quantité de matière première.

Une partie des résultats sur les analyses physico-chimiques des huiles essentielles de ER et EG, sont conformes aux normes. Il est nécessaire de faire appel à d'autres techniques de caractérisation (pouvoir rotatoire, indice d'acide, d'ester et de saponification) afin d'obtenir plus d'informations sur ces huiles essentielles.

Les extraits naturels issus des végétaux (HE) contiennent une variété de composés phénoliques auxquels on attribue un pouvoir inhibiteur des microorganismes et des capacités

Conclusion générale

antioxydantes, ceci prévient l'apparition de plusieurs maladies telles que: le cancer, des maladies cardiovasculaires et des maladies liées au vieillissement...etc). Les analyses faites par HPLC montrent la présence des acides phénoliques (catéchine, acide caféique et acide galique) ce qui prouve que les deux types d'eucalyptus radié et globulus possèdent la propriété antioxydante.

En perspectives il serait intéressant de faire plus d'études en variant par exemple: la provenance des plantes, les saisons de récolte, en changeant d'équipements et de procédés.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] : Lardry J-M, Haberkorn V. L'aromathérapie et les huiles essentielles. Kinesither Rev 2007.
- [3] : Fernandez X, Chémat F. La chimie des huiles essentielles : tradition et innovation. Edition Vuilbert. Paris; 2012.
- [4] : EDQM. *Huiles essentielles – Aetherolea*. Pharmacopée Européenne (2017). 9ème éd.
- [6] : Duval L. Les huiles essentielles à l'officine. Sciences pharmaceutiques. 2012.
- [7] : P. Franchomme, R. Jollois, D. Péroël, l'aromathérapie exactement Encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles fondements, démonstration, illustration et applications d'une science médicale naturelle, Roger Joll, 2001.
- [8] : Bensouda Z. Extraction, caractérisation et potentiel inhibiteur des huiles essentielles contre la corrosion d'aciers doux dans une solution chlorhydrique molaire.2018
- [9] : Modzelewska, A.; Sur, S.; Kumar, K.S.; Khan, S.R. 2005. Sesquiterpenes: Natural products that decrease cancer growth. *Curr. Med.Chem.- Anti-cancer Agents* 5.
- [10]: Eder B, Walimir SG, Lidilhone H, Caroline T, Fernanda RG. 2008. Bioactive Pentacyclic Triterpenes from the Stems of *Combretum laxum*. *Molécules*.
- [11] :Vila, R.; Mundina, M.; Tomi, F.; FurSan, R.; Zacchino, S.; Casanova, J.; Canigüeral, S. 2002. Composition and antifungal activity of the essential oil of *Solidago chilensis*. *Planta med.*
- [12]: Kurkin, V.A. Phenylpropanoids from medicinal plants. Distribution, classification, structural analysis and biological activity. 2003. *Chem. Nat. Compd.*
- [14]: L.S. Padua, N. Bunyapraphatsara, R.H.M.J. Lemmens, *Plant Resources of South-East Asia*, 1999.
- [15] : Wichtl M, Anton R. *Plantes thérapeutiques - Tradition, pratique officinale, science et thérapeutique - (2° Edition)*. Editions TEC & DOC-EM inter. 2003.
- [16]: Barnes J, Anderson L, Phillipson JD. *Herbal Medicines, Third Edition*. Pharmaceutical Press; 2007.
- [19] : Deschepper R. variabilité de la composition des huiles essentielles et intérêt de la chemotype en aromathérapie .2017.
- [20] :M. Yann-Olivier, Marie Hay .la complexité des simples - caractérisation chimique et Biologique de combinaison hydrolat-huiles essentielles et huiles essentielles –huiles essentielles pour l'objectivation d'effets conservateurs de produits phytothérapeutiques . novembre 2015.

Références bibliographiques

- [21] : Piochon M. Étude des huiles essentielles d'espèce végétales de la flore laurentienne .2018
- [22] : Fernandez et Cabrol-Bass .analyse des aromes .2007
- [23] : Bousbia N. Extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires .2013 .
- [24] : Salle J-L. Les huiles essentielles, synthèse d'aromathérapie. Editions Frison-Roche, 2ème édition. 2004. 220 p.
- [25] : Moller K.La distillation à l'alambic, un art à la portée de tous. Editorial UNICO. 2008.152 P.
- [26] : J. et Fremeaux P. Extraction solide-liquide, aspect théorique.Techniques de l'ingénieur J 2780 pp 7-8.1990.
- [27] : Cicile J.-C.Distillation. Absorption Etude pratique. Techniques de l'ingénieur J 2610 pp 1-20.2002.
- [29] : Normes française : Huiles essentielles.Détermination de l'indice de réfraction NF ISO 279 (T 75-111), 1999.
- [30] : Normes française : Huiles essentielles.Détermination du pouvoir rotatoire. NF ISO 592 (T 5-113), 1999.
- [31] : AFNOR. Norme NF ISO 1242 - Huiles essentielles -- Détermination de l'indice d'acide 1999.
- [32] : AFNOR. Norme NF ISO 1241 - Huiles essentielles -- Détermination de l'indice d'ester, avant et après acétylation, et évaluation de la teneur en alcools libres et en alcools totaux. 1996.
- [33]: Disponibles Lehotay SJ, Hajšlová J. Application of gas chromatography in food analysis. TrAC Trends in Analytical Chemistry. 2002.
- [34] : Schwedt G: Méthodes d'analyse. Ed. Flammarion Plusieurs méthodes existent. 1993.
- [35] : Analyse chromatographique et microscopique des drogues « manuel pratique pour la pharmacopées européennes » par EGON STAHL et E.dumont,H .JORK ,Lj.KRAUS , k.-E.ROZUMEK et P.-J .schorn entreprise moderne d'édition 4).
- [38] :Arpino P ., Prévôt A., Serpinet J., Tranchant J., Vergnol A., Witier P., Manuel pratique de chromatographie en phase gazeuse, Masson, Paris, 1995.
- [40] : A Jardy,I Ménier . (Chroma liquide). 1997
- [42] :Boukhatem M-N , Ferhat A et Kameli A .méthodes d'extraction et de distillation des huiles essentielles : revue de littérature accepté le 03/09/2019

Références bibliographiques

- [40] : Chebira B. Détection et quantification par chromatographie liquide haute performance(HPLC) de quelques antibiotique utilisés en apiculture en algérie.2018 .
- [43] : Franchomme, P.; Pénéol, D. L'aromathérapie exactement. Encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles. Roger Jallois éditeur. Limoges. 445 p. 1990.
- [44]: Roux D. Conseil en aromathérapie - 2e édition. Pro-Officina. 2008.
- [47] :Farhat, A.Vapo-diffusion assistée par micro-ondes: conception, optimisation et application. Thèse de Doctorat en Sciences (option : Sciences des Procédés, Sciences des Aliments), Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse (France) & Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès (Tunisie). 2010.
- [48] : Herzi, N. Extraction et purification de substances naturelles : comparaison de l'extraction au CO₂-supercritique et des techniques conventionnelles.2013
- [49]: Laurent J. Conseils et utilisations des huiles essentielles les plus courantes en officine.2017.
- [50]: Lucchesi, M. E., Chemat, F., & Smadja, J. Solvent-free microwave extraction of essential oil from aromatic herbs: comparison with conventional hydro-distillation. *Journal of Chromatography A*, 1043(2). 2004.
- [52]: Thermal solar energy applications on eco-extraction and drying of orange peels and rosemary leaves par Soukaina HILALI. 2020.
- [55]: Lucchesi, M. E., Chemat, F., & Smadja, J. Solvent-free microwave extraction of essential oil from aromatic herbs: comparison with conventional hydro-distillation. *Journal of Chromatography A*, 1043(2).2004.
- [56]: Olivero-Verbel, J., González-Cervera, T., Güette-Fernandez, J., Jaramillo-Colorado, B., & Stashenko, E. (2010). Chemical composition and antioxidant activity of essential oils isolated from Colombian plants. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 20(4).
- [57] :PERRUT M.: Extraction par fluide supercritique. Les techniques de l'ingénieur. J 2 770. 1999 .
- [58]: Gaspar F., Leeke G. *Comparison Between Compressed CO₂ Extracts and Hydrodistilled Essential Oil*. *Journal of essential oil research*, , 2004.
- [60] : thèse Étude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions (TOULOUSE.)
- [61]: A.E. Pharmaceutical and therapeutic potentials of essential oils and their individual volatile constituents: A review. *Phytother. Res.* 21, 308-323. 2007.
- [63]:Maruyama, N.; Sekimoto, N.; Ishibashi, H. Suppression of neutrophil accumulation in mice by cutaneous application of geranium essential oil. *J. inflamm*, 2,1-11. 2005.

Références bibliographiques

- [64] : Chanegriha N., Foudil-cherif Y., Baaliouamer A., Meklati B.Y., Rivista Italiana E.P.P.O.,2511-16.1998.
- [65]:Rios , J.L., Recio, M.C. and Villar, A. Journal of Ethnopharmacology, 23, 127- 149.1988.
- [66] : Bensouda Z . Extraction, caractérisation et potentiel inhibiteur des huiles essentielles contre la corrosion d'aciers doux dans une solution chlorhydrique molaire.2018
- [67] Festy, Danièle. Je ne sais pas utiliser les huiles essentielles spéciales enfants. Paris : Quotidien malin éditions .2013.
- [68] :Baudoux, Dominique. L'aromathérapie se soigner par les huiles essentielles. Bruxelles : Ed. Amyris, 2008.
- [69] :Baudoux, Dominique. Les cahiers pratiques d'aromathérapie selon l'école française. Vol. 1, Vol. 1., Luxembourg : Ed. Inspir, 2001.
- [70] : Les cahiers pratiques d'aromathérapie selon l'école française. Vol. 5, Vol. 5., Luxembourg; Bruxelles : Éd. Inspir%; Éd. Amyris, 2006.
- [71] : Smith, C.K.; Moore, C.A.; Alahi, E.N.; Smart, Â.T.; Hotchkiss, S.A. Human skin absorption and metabolism of the contact allergens, cinnamic aldehyde and cinnamic alcohol. Toxicol.S.Appl. Pharmacol. 168,189-9 .2000.
- [72] : Centre antipoison et de toxicovigilance 2011)
- [73]: Rajeswara Rao, B. Hydrosols and water-soluble essential,oils: their medicinal and biological properties., in,J. Govil and S. Bhattacharya (eds), Recent Progress in Medicinal Plants: Essential Oils I, 1st edn, Vol. 36, Studium Press LLC, Houston, chapter 1st, pp. 119–140.2013.
- [74]: Catty, S. Hydrosols: The next aromatherapy, original ed.edition edn, Healing Arts Press, Rochester, Vt.2001.
- [75]:Rajeswara Rao, B. Hydrosols and water-soluble essential,oils: their medicinal and biological properties., in,J. Govil and S. Bhattacharya (eds), Recent Progress in Medicinal Plants: Essential Oils I, 1st edn, Vol. 36, Studium Press LLC, Houston, chapter 1st, pp. 119–140. 2013.
- [76] :Charles P .huiles essentielles et leurs expérimentations dans les services hospitaliers de France exemples d'applications en gériatrie-gérontologie et soins palliatifs .2018.
- [77] : Danielle H, *Guide pratique des Huiles Essentielles*, Edit :Europ Media Duplication S.A.S / France-2005.
- [78] :G_eraldine Chabert. Myrtac_ees et aromath_erapie. Sciences pharmaceutiques. 2013.

Références bibliographiques

- [79] :Bessah,R.El-Hadi Benyoussef. La filière des huiles essentielles Etat de l'art, impacts et enjeux socioéconomiques : Revue de littérature. *Revue des Energies Renouvelables*, 18(3), 513 – 528.2015.
- [80] :A. Lubbe and R. Verpoorte, 'Cultivation of Medicinal and Aromatic Plants for Specialty Industrial Materials', *Industrial Crops and Products*, Vo34, N°1, pp. 785 – 801, 2011
- [81]: M.F. Balandrin, J.A. Klocke, E.S. Wurtele and W.H. Bollinger, 'Natural Plant Chemicals: Sources of Industrial and Medicinal Materials', *Science*, Vol. 228, N°4704, pp. 1154 – 1159, 1985.
- [82]: C. Shahi, M. Leitch and S. Laforest, 'Marketing Intelligence System for Small-Scale Essential Oils Industry of North-Western Ontario', *IUFRO 3.08 Small Scale Forestry Symposium Proceedings*, pp. 227 – 236, Morgantown, West Virginia, June 7-11, 2009.
- [83]: M. Iqbal, 'International Trade in Non-Wood Forest Products: An Overview', Food and Agriculture Organization of the United Nations, 1993.
- [84]: P. Quezel and S. Santa, 'Nouvelle Flore de l'Algérie et des Régions Désertiques Méridionales', Editions du Centre National de la Recherche Scientifique, Vol. 2, 1170 p., 1962.
- [85] : Rapport, 'Programme de la Biodiversité en Afrique du Nord' - Phase III', International Union for Conservation of Nature (IUCN), 2003.
- [86] :Erau pauline .thèse l'eucalyptus : botanique, composition chimique, utilisation thérapeutique et conseil à l'officine .2019.
- [87] : Pharmacopée européenne. 2011. 7. 07/2010 :0390 pages 1219-1220 et 01/2008:1329 pages 1218-1219
- [89] : Dellile. Les plantes médicinales d'Algérie.2007.
- [90] : Nathalie Koziol. Huiles essentielles d'Eucalyptus globulus, d'Eucalyptus radiata et de Corymbia citriodora : qualité, efficacité et toxicité. Sciences pharmaceutiques. 2015.
- [91] : Virginie Laguerre. Huiles essentielles et 1,8-cinéole. Sciences pharmaceutiques. 2015.
- [92] : Werner M, von Braunschweig R. L'aromathérapie principes, indications, utilisations. Paris: Vigot; 2008.
- [95] : Berthélémy S. Conseils à un patient se plaignant d'un rhume. *Act Pharm*. 2013;52(524):45-8
- [96] :D.J.Boland ,J.J.Borphy and A.P.N.House,Eucalyptus leaf oils. Use, chemistry, Distillation and Marketing,1991,Inkata press, Melbourn, Sydney.
- [97] : Boukhalfoun L .extraction des composés actifs chez eucalyptus globulus . mémoire de magister. université SAAD DAHLEB DE BLIDA. 2012.

Références bibliographiques

WEB bibliographie

- [2] : Référence électronique. <https://www.pasolo.com/jeminforme/post/les-bienfaits-de-leucalyptus-contre-le-rhume.html>. 06/11/2014 09:24
- [5]: Bousbia,N. <https://www.semanticscholar.org/paper/Extraction-des-huiles-essentielles-riches-en-%C3%A0-deBousbia/92f91c92a161c6849317b46586980decc5847435?fbclid=IwAR2HfIpTUyzfuHPwMSrBmC0jUs4YFtRKHgXQtZqXbrxl7D7220Fmx25d-T0.2011>.
- [13]: Référence électronique. <https://fr.wikipedia.org/wiki/Terp%C3%A8ne>.
- [17]: <https://booksofdante.wordpress.com/2014/03/24/les-huiles-essentielles-a-sesquiterpenes/> BENCHETRIT Dominique 21juillet 2015.
- [18]: Sigma-Aldrich; France [Internet]. Sigma-Aldrich. [cité 19 nov 2017]. Disponible sur:<https://www.sigmaaldrich.com/france.html>
- [28] : caroline lucas. Les Huiles Essentielles : définition et qualité. <https://www.herbarom-laboratoire.com/blog/huiles-essentielles-definition-qualite>.8 janvier 2021
- [36] : <https://www.kartable.fr/ressources/physique-chimie/exercice/analyser-le-resultat-dune-chromatographie-1/20424/132507>
- [37] : A. Bourgeais. E. Florentin. (C.C.M.), filmée par l'équipe de la diffusion des savoirs de l'ENS.2007 <http://www.spc.ac-aix-marseille.fr>
- [39] :https://www.researchgate.net/figure/Schema-de-principe-dun-systeme-CPG-III22-Chromatographie-en-phase-liquide-CPL-La_fig1_275156019
- [41] : référence électronique. <https://www.chimix.com/an10/concours10/ing90.html>.
- [46] :<http://www.horsessentials.com/fr/content/20-aromatherapie-distillation>
- [51]: <http://www.vaucanson.org/php5/Accueil/index.php/comment-adapter-le-four-solaire-a-la-l-hydrodistillation/698-les-techniques-de-distillation> Écrit par Théo le 5 avril 2014
- [53]: (https://www.researchgate.net/figure/montage-dhydrodiffusion-Lavantage-de-cette-methode-est-detre-plus-rapide-donc-moins_fig4_325202773)
- [54]:https://www.researchgate.net/figure/Schema-du-montage-de-l'expression-a-froid-32_fig5_278635494
- [59] : <http://tpehuilessentiellesetsante.emonsite.com/page/i-les-huiles-essentielles-une-utilisation-millenaire/definition/b-les-differentes-techniques-d-extraction-des-huiles-essentielles.html>
- [61]:référenceélectronique .https://www.researchgate.net/figure/extracteur-de-Soxhlet_fig40_315842186

Références bibliographiques

[84] : Ph.D. Stéphane Bastianetto. Passeportsanté.net . mai 2015.

[88] <https://arhub.ru/fr/its-interesting/evkalipt-opisanie-rasteniya-derevo-evkalipt---opisanie-osobennosti.html> . 17.06.2019

[92]: Hilpipre C.Passeportsanté.net.octobre 2014.

[93] : Couic-Marinier F. Actualités pharmaceutiques. N° 575 .avril 2018.

Résumé

Les eucalyptus sont de grands arbres originaires d'Australie qui sont implantés en Algérie depuis 1856 et elles sont disponibles sur tout le littoral algérien.

L'huile essentielle d'eucalyptus est obtenue par différentes méthodes d'extraction.

Notre travail a consisté à l'extraction et l'optimisation des procédés de distillation par l'hydrodistillation et l'entraînement à la vapeur des feuilles d'eucalyptus globulus et radié à l'état frais et sec.

Les résultats obtenus montrent que le rendement d'extraction l'eucalyptus à l'état sec est meilleur que celui obtenu avec l'eucalyptus frais. Les résultats respectifs en huile essentielles d'eucalyptus globulus et radié sont 1.96% et 0.67%.

Les quantités obtenues avec l'entraînement à la vapeur sont faibles comparées à celles obtenues avec l'hydrodistillation.

Les analyses physico-chimiques des huiles essentielles obtenues ont été menées par la mesure de la densité et de l'indice de réfraction.

En fin quelques composés ont été identifiés par la chromatographie HPLC qui montrent que les deux types d'eucalyptus radié et globulus possèdent la propriété antioxydante.

Mots clés : Entraînement à la vapeur, Globulus, Huile essentielle , hydrodistillation, HPLC, Radié.

Abstract

Eucalyptuses are large trees native to Australia which have been established in Algeria since 1856 and they are available all over the Algerian coast.

Eucalyptus essential oil is obtained by different extraction methods.

Our work consisted in the extraction and optimization of the distillation processes by hydrodistillation and steam training of the leaves of eucalyptus globulus and radiated in a fresh and dry state.

The results obtained show that the extraction yield of eucalyptus in the dry state is better than that obtained with fresh eucalyptus. The respective results for eucalyptus globulus and radiata essential oils are 1.96% and 0.67%.

The amounts obtained with steam training are small compared to those obtained with hydrodistillation.

The physico-chemical analyzes of the essential oils obtained were carried out by measuring the density and the refractive index.

Finally, some compounds were identified by HPLC chromatography which shows that the two types of radiata eucalyptus and globulus possess the antioxidant property.

Keywords: Steam training, Globulus, Essential oil, hydrodistillation, HPLC, Radié.