



## Mémoire de Master

Présenté par :

-M<sup>lle</sup>: Meziane Kahina.

-M<sup>lle</sup>: Challali Souad.

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

*Spécialité : Chimie.*

*Option : Analyses Chimiques.*

**Thème :**

*Extraction et caractérisation des huiles  
essentielles des graines de cresson*

**Soutenu le : 18 /09/2021**

**Devant le jury composé de :**

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
Mme : ISSAADI HAMIDA	Chimie	Présidente
Mme : BOUKEHIL GHOUZALA	Chimie	Examinatrice
Mme : KHERFELLAH SORAYA	SNC PREVOLAB	Co-Encadreur
Mme : BENKHODJA-GRABA Zahra.	Chimie	Encadreur

## *Remerciements*

*Nous remercions tout d'abord Dieu le tout puissant de nous avoir guidé vers le chemin du savoir et de nous avoir donné la santé et la patience pour réaliser ce modeste travail.*

*Nous remercions*

*Notre encadreur Mme **BENKHODJA-GRABA Z.** pour avoir accepté de nous encadrer ainsi que pour ses conseils et ses orientations.*

*On tient aussi*

*à exprimer notre gratitude à Mme **ISSAADI HAMIDA** pour l'honneur qu'elle nous a fait en acceptant de présider le jury.*

*Nous tenons à remercier vivement*

*Mme **BOUKEHIL GHOUZALA***

*d'avoir accordé de son temps et d'avoir accepté de juger notre travail.*

*Un grand merci s'adresse aussi*

*à Mme **KHERFELLAH SORAYA**, à Mme **DENDOUNE DRIFA** et à toute l'équipe de laboratoire SNC PREVOLAB; qui n'ont pas hésité un instant pour nous orienter, et mettre à notre disposition tous les moyens nécessaires pour la réussite et la réalisation de travail*

*Merci à toute personne qui nous a aidé dans la réalisation de travail*

## Dédicaces

Du profond de mon cœur, je dédie ce travail à tous ceux qui me sont chers,

**A ma très chère mère** Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours. Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, puisse dieu, le haut vous accorder santé, bonheur et longue vie.

**A mon très cher père** Tu as toujours été à mes cotés pour me soutenir et m'encourager. Que ce travail traduit ma gratitude et mon affection.

A mes très chers frères, Ferhat, Idir, Rayane et Abad rahim et mes belles sœurs silya et taous puisse Dieu vous donne santé, bonheur et courage.

A ma grand-mère, mes oncles, mes tantes, mes cousins et les voisins. Que Dieu leur donne une longue et joyeuse vie.

A ma cher tante Hassina qui m'a en courage à aller de l'avant. Que Dieu la protège et leur offre la chance et le bonheur.

A mon cher oncle Saïd et sa femme takelithe

A mon cher beau-frère Hamza et sa famille.

J'adresse aussi mes remerciements a Madames : Soraya, Drifa, Nassima et Nouria, à ses multiples activités et missions, arrivait à résoudre les difficultés que nous avons rencontrées et avec tant de calme.

Aussi pour la joie et les beaux moments que vous m'avais offert durant la période de stage.

A ma cher binôme Souad pour ton soutien moral, ta patience et ta compréhension tout au long ce mémoire, et sa famille.

A vous Hamza et Salim le temps adorable que nous avez passé durant le stage, nous sommes la meilleure équipe.

A Tous mes amies soraya, Wahiba, Taous et Manel

A Tous mes amis de promotion de 2<sup>ème</sup> année master chimie analytique et matériaux.

*Kahina*



## Dédicaces

Je dédie ce travail :

A la mémoire de celui qui me manque énormément, **mon très cher papa**, que la clémence de Dieu soit sur lui. Mon cher papa même si t'es pas là aujourd'hui mais ton existence est éternelle dans mon cœur.

A mon âme, au plus cher être de mon existence, à ma chère mère FATIMA :

**Maman**, je ne trouve pas aujourd'hui les mots exacts pour vous remercier pour tous ce que vous avez fait pour nous. Votre souci primordial a toujours été la réussite de tes enfants. Que vos sacrifices, vos peines et vos privations trouvent leur récompense dans l'aboutissement de ce modeste travail qui est le fruit de votre : amour, courage, bénédictions et surtout de votre éducation. Que DIEU vous protège et vous garde en bonne santé.

A mon très cher frère Mohand Seghir et à mes adorables sœurs Tounes, Salima, Hasina, Ouiza et Malika, je vous aime énormément, je vous souhaite toute la joie du monde.

A mon cher beau-frère Farid.

A vous mes oncles et tantes, que DIEU protège et vous garde.

A vous cousins et cousines, je vous aime et je vous souhaite une vie pleine de succès.

A vous : **Soraya, Drifa, Nassima** et **Nouria** je vous remercie non seulement pour vos orientations et conseils mais aussi pour la joie et les beaux moments que vous m'avais offert durant la période de stage, sans oublier le petit chouchou Radouane.

A ma très chère et adorable amie Kahina avec laquelle j'ai partagé ce travail, je la remercie pour sa gentillesse, compréhension et sa persévérance, « Puisse ALLAH le tout puissant pérenniser notre lien d'amitié » et aussi à toute sa famille.

A toutes mes amies : Cylia, Nouara, Manel, Hanane, Siham, Zakia, Sabrina, Kenza, chahinez, Lamia, Lydia.

Avous Salim et Hamza, nous sommes la meilleure équipe.

A toute la promotion M2 chimie analytique (2020-2021)



Souad

<b>Tableau 1 :</b> Composition chimique des graines de cresson.....	15
<b>Tableau 2 :</b> Principaux composants chimiques de l'huile des graines de cresson.....	27
<b>Tableau 3 :</b> Quelques caractéristiques des produits chimiques utilisés.....	25
<b>Tableau 4 :</b> Effet du temps et de la nature du solvant d'extraction sur le rendement en absolue.....	43
<b>Tableau 5 :</b> Quelques propriétés des solvants utilisés.....	43
<b>Tableau 6 :</b> Influence de la masse de la matière végétale, sur le rendement de l'absolue récupérées.....	44
<b>Tableau 7 :</b> Effet de la température, sur le rendement de l'absolue récupérée.....	44
<b>Tableau 8 :</b> Résultats de l'extraction par macération.....	45
<b>Tableau 9 :</b> Influence de procédé d'extraction sur la couleur de l'huile.....	45
<b>Tableau 10 :</b> Densité de l'extrait obtenu par soxhlet.....	46
<b>Tableau 11 :</b> Valeurs des absorbances à différentes longueurs d'ondes.....	47
<b>Tableau 12 :</b> pH de l'extrait obtenu par Soxhlet.....	47
<b>Tableau13 :</b> Position et identification des bandes observées sur l'huile essentielle extraite par Soxhlet.....	54
<b>Tableau14 :</b> Le taux d'humidité et en matière sèche pour les graines broyée.....	55

<b>Figure 1</b> : Formule de triglycérides.....	3
<b>Figure 2</b> : Une structure d'isoprène.....	5
<b>Figure 3</b> :Structure de quelques composés mono-terpéniques.....	7
<b>Figure 4</b> : Plante de cresson alénois.....	13
<b>Figure 5</b> :Aspect morphologique de <i>Lepidium sativum</i> .....	14
<b>Figure 6</b> :Graines de cresson alénois.....	14
<b>Figure 7</b> :Schéma d'un montage Soxhlet.....	18
<b>Figure 8</b> :Schéma d'un montage de macération.....	20
<b>Figure 9</b> :Schéma simplifié d'un montage d'hydro-distillation.....	21
<b>Figure 10</b> : Hydro-distillation assistée par micro-ondes.....	22
<b>Figure 11</b> :Schéma de la technique d'extraction par le CO <sub>2</sub> supercritique.....	23
<b>Figure 12</b> :Densimètre électronique.....	23
<b>Figure 13</b> :Diffraction d'un faisceau monochromatique.....	33
<b>Figure 14</b> :Protocole de dosage des polyphénols.....	37
<b>Figure 15</b> :Protocole de dosage des flavonoïdes.....	37
<b>Figure 16</b> :Schéma illustrant un faisceau monochromatique.....	39
<b>Figure 17</b> : Effet de la granulométrie sur la masse de l'absolue.....	42
<b>Figure 18</b> :Courbe d'étalonnage des polyphénols.....	50
<b>Figure 19</b> :Courbe d'étalonnage des flavonoïdes.....	51
<b>Figure 20</b> :Courbe d'étalonnage de la vitamine E.....	52
<b>Figure 21</b> : Spectre UV-Visible de notre huile.....	53
<b>Figure 22</b> : Spectre infrarouge de notre huile.....	54

**AFNOR** : Association Française de Normalisation.

**°C** : Degré celsius.

**mm** : Millimètre.

**µm** : Micromètre.

**µg/mL** : Microgramme par millilitre.

**g** : Gramme.

**kg** : Kilogramme.

**UV-Visible** : Ultraviolet-visible.

**IR** : Infrarouge.

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

**km** : Kilomètre.

**h** : Heure.

**min** : Minute.

**pH** : Potentiel hydrogène.

**mL** : Millilitre.

**g/mol** : Gramme par mole.

**N** : Normalité.

**nm** : Nanomètre.

**cm** : Centimètre.

**T** : Transmittance.

**MV** : Matière végétale.

**HE** : Huile essentielle.

**d** : Diamètre.

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

**ISO** : Organisation Internationale de Normalisation.

**méq O<sub>2</sub>/Kg** : Milliéquivalent de O<sub>2</sub> par kilogramme.

**méq/l** : Milliéquivalent par litre.

**IA** : Indice d'acide.

**IP** : Indice de peroxyde.

**IE** : Indice d'ester.

**λ** : Longueur d'onde.

**A (%)** : Pourcentage d'acidité.

**CPG** : Chromatographie en phase gazeuse.

**HPLC** : Chromatographie liquide haute performane

Remerciement

Dédicaces

Liste des tableaux

Liste de figures

Liste des abréviations

## SOMMAIRE

Introduction.....1

### Partie I : Synthèse bibliographique

#### Chapitre I : Généralités sur les huiles essentielles

I.1. Définition d'une huile végétale.....3

I.2. Les huiles essentielles..... 3

I.2.1. Définition.....3

I.2.2. Historique .....4

I.2.3. Composition.....4

I.2.3.1. Les composés terpéniques.....5

I.2.3.1.1. Monoterpène.....5

I.2.3.1.2. Les sesquiterpènes.....6

I.2.3.2. Composés aromatiques dérivés du phénylpropane.....6

I.2.4. Propriétés.....8

I.2.4.1. Chimique .....8

I.2.4.2. Physiques.....8

I.2.4.3. Organoleptique.....8

I.2.4.4. Médicinale.....9

I.2.5. Facteurs de variabilité.....9

I.2.5.1. Origine.....9

I.2.5.2. Organe producteur.....9

I.2.5.3. Cycle végétatif.....	9
I.2.5.4.Existence de chimiotypes.....	9
I.2.5.5. Température, Rayonnement solaires.....	10
I.2.5.6. Mode d'obtention.....	10
I.2.5.7. Facteur génétiques.....	10
I.2.6. Principaux domaines d'application.....	10
I.2.6.1. Cosmétologie et parfumerie.....	10
I.2.6.2. Aromathérapies.....	11
I.2.6.3. Agro-alimentaire.....	11
I.2.6.4. Pharmacologie.....	11
I.2.6.7. Toxicité des huiles essentielles.....	11

## Chapitre II : Généralités sur le cresson

II.1. Le cresson .....	13
II.1.1. Historique.....	13
II.1.2.Définition et description de la plante.....	13
II.2. les graines de cresson.....	14
II.2.1. Description.....	14
II.2.2. Condition de la récolte.....	14
II.2.3. Composition.....	15
II.2.4. Usage traditionnels.....	16
II.2.5. Intérêts médicaux.....	16
II.3. Huile essentielle.....	16
II.3.1. Principaux composants chimiques.....	16

## Chapitre III : Technique d'extraction

III.1. Extraction par soxhlet.....	18
III.1.1. Description et principe de la méthode .....	18

III.1.2. Avantages.....	19
III.1.3. Inconvénients.....	19
III.2. Macération.....	19
III.2.1. Description de la méthode.....	19
III.2.2. Principe.....	19
III.2.3. Avantages.....	20
III.2.4. Inconvénients.....	20
III.3. Autre techniques .....	20
III.3.1. Distillation .....	20
III.3.2. Techniques de la pression... ..	21
III.3.3. Extraction par solvant.....	21
III.3.4. Extraction à l'eau surchauffée.....	22
III.3.5. Extraction assistée par micro-onde.....	22
III.3.6 Extraction par fluide supercritique.....	23
III.4. Qualité et rendement des huiles essentielles.....	23
III.5. Facteurs influençant l'extraction .....	24
III.5.1. Mode de culture.....	24
III.5.2. Choix des plantes .....	24
III.5.3. Mode de cueillette.....	24
III.5.4. Provenance (région d'origine).....	24
III.5.5. Stade végétatif.....	24
III.5.6. Période de la journée.....	24
III.5.7. La nature du solvant.....	24
III.5.8. La température.....	25
III.5.9. Temps d'extraction.....	25
III.5.10. Agitation.....	25
III.5.11. Humidité.....	25
III.5.12. Granulométrie.....	26

III.6. Contrôle et conservation des huiles essentielles.....	24
III.6.1. Conservation.....	24
III.6.2. Contrôle.....	25

## Partie pratique

### Chapitre I : Méthodes d'extraction et de caractérisation

I.1. Matériel et produits chimiques utilisés .....	28
I.2. Présentation de la graine utilisée .....	29
I.3. Méthodes d'extraction .....	30
I.3.1. Soxhlet .....	30
I.3.1.1. Solvants utilisés.....	30
I.3.1.2. Mode opératoire .....	30
I.3.1.3.Effet des différents paramètres sur le rendement en absolue (huile essentielle).....	31
I.3.1.3.1. Effet de la granulométrie.....	31
I.3.1.3.2. Influence de la durée et de la nature du solvant d'extraction.....	31
I.3.1.3.3. Effet de la masse de la matière végétale.....	31
I.3.1.3.4.Effet de la température .....	31
I.3.2. Traitement de la concrète.....	31
I.4. Macération .....	31
I.5. Calcul de rendement.....	32
I.6. Méthodes de caractérisation .....	32
I.6.1. Paramètres organoleptiques .....	32
I.6.2. Analyse physiques .....	32
I.6.2.1. La densité.....	32
I.6.2.2. Indice de réfraction.....	33
I.6.3. Analyses chimiques.....	33
I.6.3.1. pH (potentiel hydrogène).....	33
I.6.3.2. Indice d'acide.....	33

I.6.3.3. Pourcentage d'acidité (%).....	34
I.6.3.4. Indice de peroxyde.....	34
I.6.3.5. Indice de saponification.....	35
I.6.3.6. Indice d'iode.....	36
I.7. Les analyses biochimiques.....	36
I.7.1. Les antioxydants .....	36
I.7.1.1. Extraction.....	36
I.7.1.1.1. Dosage de polyphénol .....	37
I.7.1.1.2. Dosage flavonoïdes .....	37
I.7.2. Vitamine E.....	38
I.8. Méthodes spectroscopiques.....	38
I.8.1. Spectrophotométrie UV-visible .....	38
I.8.1.1. Absorbance spécifique au rayonnement UV .....	39
I.8.2. Spectroscopie infrarouge a transformée de Fourier .....	40
I.8.2.1. Principe de l'ATR.....	40
I.9. Analyses effectuées sur les graines de cresson .....	40
I.9.1. PH (potentiel hydrogène).....	40
I.9.2. Taux d'humidité (%).....	41

## Chapitre II : Résultats et discussion

II.1. Techniques d'extraction .....	42
II.1.1. Extraction par Soxhlet.....	42
II.1.1.1. Effet de la granulométrie .....	42
II.1.1.2. Effet du temps et du milieu d'extraction.....	43
II.1.1.3. Effet de la masse .....	44
II.1.1.4. Effet de la température.....	44
II.1.2. Extraction par macération.....	45
II.2. Caractérisation.....	45
II.2.1. Paramètres organoleptiques.....	45

II.2.1.1. La couleur.....	45
II.2.1.2. Aspect.....	46
II.2.2. Paramètres physico-chimiques .....	46
II.2.2.1. Physiques.....	46
II.2.2.1.1. Densité.....	46
II.2.2.1.2. Indice de réfraction.....	46
II.2.2.1.3. Indice de couleur .....	47
II.2.2.2. Analyses chimiques .....	47
II.2.2.2.1. pH (potentiel hydrogène).....	47
II.2.2.2.2. Indice d'acide .....	47
II.2.2.2.3. Acidité (%) .....	47
II.2.2.2.4. Indice de peroxyde.....	48
II.2.2.2.5. Indice saponification.....	48
II.2.2.2.6. Indice d'iode.....	49
II.2.2.2.7. Indice d'ester .....	49
II.2.3. Teneur en antioxydants.....	49
II.2.3.1. Les polyphénols.....	51
II.2.3.2. Les flavonoïdes.....	52
II.2.4. La vitamine E.....	53
II.3. La spectroscopie UV- Visible.....	54
II.3.1. Absorbance spécifique au rayonnement UV.....	55
II.4. La spectroscopie infrarouge.....	55
II.5. Analyses effectués sur les graines.....	55
II.5.1. pH.....	55
II.5.2. Taux d'humidité (%).....	55
CONCLUSION.....	57
Références bibliographiques	

# **Introduction**

Les plantes ont toujours émerveillé l'Homme par la beauté de leurs couleurs, la forme de leurs fleurs et le goût de leurs fruits. Il les considère comme des compagnes fidèles vers lesquelles il se retourne en raison des bienfaits qu'elles lui procurent et pour leurs grandes utilités, ce sont de vrais panacées et de véritables pharmacies naturelles.

Plusieurs recherches s'orientent vers les plantes médicinales qui sont considérées comme une source énorme de multiples substances phytothérapeutiques, telles que les huiles essentielles qui suscitent un intérêt croissant pour les industriels de l'agro-alimentaire, la pharmaceutique et la cosmétique.

La plupart des végétaux renferment des huiles essentielles, ce qui leur confère un pouvoir odorant et aromatique. Elles sont produites par la plante comme moyen de défense contre les ravageurs phytophages. La teneur des plantes en huiles essentielles est généralement faible, de l'ordre de 1% avec quelques exceptions comme le bouton floral « *Clou de girofle* ». Après leur production, elles sont stockées dans diverses parties de la plante : bois, feuilles, fruits, graines et racines. Leur extraction à partir de ces différentes parties se fait par plusieurs méthodes telles que : l'hydro-distillation, le soxhlet ou la macération, etc.

A l'échelle mondiale, la production des huiles essentielles est d'environ 30 tonnes par année, les principaux pays producteurs sont : les Etats-Unis, la Chine, le Maroc, la Bulgarie, l'Inde, la France, l'Égypte et l'Espagne. La production de ces huiles en Algérie est limitée à quelques producteurs privés artisanaux, généralement issues des cultures familiales ou des plantes spontanées, tels que la menthe, le jasmin, la lavande, le romarin, le thym, l'origan...de ce fait, la recherche de nouvelles plantes comme sources des huiles essentielles est indispensable.

Le cresson est une plante de la famille des *brassicacées* sa graine est très connue pour ses effets thérapeutiques vue sa composition très riche en substances bioactives, cependant il n'y a pas de grandes recherches consacrées aux huiles essentielles des graines de cresson à part quelques études préliminaires. C'est dans ce contexte que nous avons entrepris ce travail dont le but est : l'extraction et la caractérisation des huiles essentielles des graines de cresson.

Ce travail est constitué de deux parties, une partie théorique et une partie expérimentale. La partie expérimentale a été réalisée au laboratoire d'analyse et contrôle de qualité alimentaire ( SNC PREVOLAB, Elkseur wilaya de Béjaia)

### **Partie théorique**

On y trouve une synthèse bibliographique, organisée autour de trois chapitres :

- Le premier sera consacré aux huiles essentielles : Composition, propriétés et leurs différents domaines d'application ;
- Dans le deuxième chapitre nous donnerons des généralités sur la matière végétale utilisée (les graines de cresson) ;
- Le chapitre trois traitera des différentes techniques d'extraction des huiles essentielles et les facteurs les influençant.

### **Partie expérimentale**

Elle comporte deux chapitres

- Le premier est consacré à décrire le matériel, les méthodes et les protocoles expérimentaux utilisés pour l'extraction et la caractérisation des huiles essentielles des graines de cresson ;
- Dans le deuxième chapitre nous exposerons et discuterons les résultats obtenus au cours de notre étude expérimentale.

Nous terminerons notre travail par une conclusion générale et quelques perspectives.

# **Partie I**

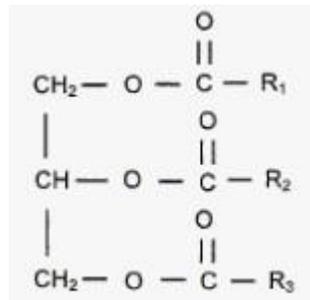
## **Synthèse bibliographique**

# **Chapitre I**

## **Généralités sur les huiles essentielles**

## I.1. Définition d'une huile végétale

En général, le mot « huile » se rapporte aux triglycérides qui se trouvent dans leur état liquide à température ambiante. On les trouve dans plusieurs plantes notamment les légumineuses (arachide, soja), les graines (de colza, de tournesol), les fruits (amande, olive, palme, pépins de raisin), les céréales (maïs) ou encore dans le coton. Leur formule générale s'écrit :



**Figure 1** : Formule des triglycérides

Les huiles végétales sont des composés organiques non-volatiles, hydrophobes et parfois amphiphiles. Elles sont insolubles dans l'eau, solubles dans les solvants organiques non-polaires et font fait partie de la constitution naturelle de certaines plantes cultivées ou non. Une huile végétale est extraite de la plante par pression à froid à partir de deux organes principaux, les graines et les fruits. Les plantes riches en huile sont appelées des oléagineux ou plante oléagineuses [1].

## I.2. Les huiles essentielles

### I.2.1. Définition

Les huiles essentielles ou essence végétale sont des produits huileux, volatils, odorants et incolores ou légèrement teintés [1]. Le terme « huile » soulignant le caractère visqueux et hydrophobe de ces substances. Le terme « essentielle » se comprenant comme la caractéristique principale de la plante [2]. Elles se trouvent dans tous les organes de la plante : racines, fruits, graines, feuilles, écorces, bois, etc... [3]. Il faut aussi une très grande quantité de plantes fraîches pour obtenir quelques millilitres d'huiles essentielles [4], de nouvelles techniques permettant d'augmenter le rendement de production, ont été développées, comme l'extraction au moyen de dioxyde de carbone liquide à basse température et sous haute pression [5], ou l'extraction assistée par ultrasons ou micro-ondes [6]. Elles se différencient des huiles grasses, par leur propriétés physiques et leur composition, du fait qu'elles se volatilisent à la chaleur et que leurs taches sur le papier sont passagères [7]. Elles se caractérisent par leurs propriétés organoleptiques (odeur, couleur et goût). A température ambiante, elles sont ininflammables et

généralement liquides de densité souvent inférieure à celle de l'eau. Elles sont incolores ou jaune pâle, sauf quelques exceptions comme les huiles essentielles de la cannelle (orange), de l'absinthe (vert) ou de la camomille (bleu). Elles sont peu solubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques (éther, alcool, hexane...) [8]. Selon la pharmacopée européenne, l'huile essentielle est un produit odorant, généralement complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par distillation, ou par un procédé mécanique approprié sans chauffage. Une huile essentielle est le plus souvent séparée de la phase aqueuse par un procédé physique n'entraînant pas de changement significatif de sa composition [9].

Selon l'AFNOR (l'Association Française de Normalisation), ce sont des produits généralement odorants, obtenus soit par entraînement à la vapeur d'eau, de végétaux ou de parties de végétaux, soit par expression du péricarpe frais de certains citrus. Cette définition excluant les essences obtenues par d'autres procédés d'extraction [10].

### **I.2.2. Historique et origine**

Utilisées depuis des millénaires en Chine (cannelle, anis, gingembre), en Inde, au Moyen Orient (pin, fenouil...), en Egypte, en Grèce, en Amérique et en Afrique, les huiles essentielles tombent dans l'oubli au Moyen Âge. A ce moment, l'Europe connaît un retour à la barbarie avec un déclin général du savoir. Il faudra attendre l'arrivée des Arabes pour assister à un nouvel essor de la médecine par les plantes qui retrouvent alors une place de choix dans l'arsenal thérapeutique de l'époque.

Au début du XX<sup>ème</sup> siècle, des chercheurs (Chamberland, Cadéac, Martindale) démontrent, par leurs expérimentations, le pouvoir antiseptique des huiles essentielles. Mais les véritables pères de l'aromathérapie sont, Gattefossé puis Valnet et ses disciples. R.M. Gattefossé, pionnier de la parfumerie moderne se brûlant les mains lors d'une explosion dans son laboratoire, a eu le réflexe génial de plonger ses mains dans un récipient rempli d'huile essentielle de lavande. Soulagé instantanément, sa plaie se guérit avec une rapidité déconcertante. Etonné par ce résultat, il décide d'étudier les huiles essentielles et leurs propriétés. Aujourd'hui, des médecins (Valnet, Duraffourd, Lapraz, d'Hervincourt, Belaiche) et des chercheurs de haut niveau (P. Franchomme), des pharmaciens (D. Baudoux) ont définitivement assis la réputation, l'efficacité et l'extraordinaire richesse des huiles essentielles [5].

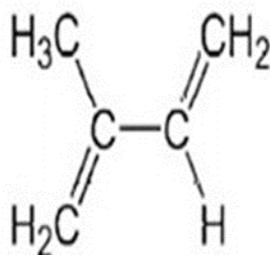
### **I.2.3. Composition**

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes et variables de constituants appartenant exclusivement à deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques

distinctes : les terpènes volatils et les composés aromatiques dérivés du phénylpropane [11].

### I.2.3.1. Les composés terpéniques

Il s'agit d'une famille de composés largement répandus dans le règne végétal. Ils sont formés par la combinaison de 5 atomes de carbone (C5) nommée : isoprène [12].



**Figure 2** : Structure de l'isoprène (C5H8) [13]

Il convient à souligner que seuls les terpènes de faible masse moléculaire (mono-terpènes et sesquiterpènes) sont rencontrés dans les huiles essentielles [14] leur conférant un caractère volatil et des propriétés olfactives [15].

#### I.2.3.1.1. Monoterpènes

Ils sont constitués par le couplage de deux unités isopréniques (C10) et forment 90% des huiles essentielles avec une grande diversité de structures [13]. Ils comportent plusieurs fonctions [16] :

\*Carbures : Peuvent être de structure acyclique, monocyclique ou bicyclique :

- Acyclique : Exemple : « myrcène », « ocimène », etc.
- Monocyclique : Exemple : « terpènes », « P-cimène », « phellandrenes », etc.
- Bicyclique : Exemple : « pinènes », « camphène », « sabinène », etc.

Exemple: Huiles essentielles de térébenthine : contient « alpha-pinène » et « camphène »

\*Alcools

- Acyclique : Exemple : « geraniol », « linalol », « citronellol », « lavandulol », « nerol », etc.
- Monocyclique : Exemple : « menthol », « a-terpineol », « carveol »
- Bicyclique : Exemple : « borneol », « fenchol », « chrysanthol », « thuyon-3-ol », etc.

Ex : les huiles essentielles de coriandre : contient « linalol »

\*Aldéhydes

- Acyclique : Exemple : « geraniol », « neral », « citronellal » etc.

Exemple : Huile essentielle de citronnelle : contient « citral » et « citrannal ».

**\*Cétones**

-Acyclique : Exemple : « tegetone », etc.

-Monocyclique : Exemple : « menthones », « carvone », « pulegone », « piperitone », etc.

-Bicyclique : Exemple : « camphor », « fenchone », « thuyone », « ombellulone », « pinocamphone », « pinocarvone », etc.

Exemple : Huile essentielle de sauge : contient « thuyone ».

**\*Esters**

-Acyclique : linalylacetate or propionate, citronellylacetate, etc.

-Monocyclique : menthyl or a-terpinylacetate, etc.

-Bicyclique : isobornylacetate, etc.

Ex : huile essentielle de menthe bergamote : contient « acétate de linalyle »

\*Ethers : Exemple : « 1,8-cineol », « menthofurane », etc.

Ex : Huile essentielle d'eucalyptus globulus : contient « eucalyptol »

\*Phénols : « thymol », « carvacrol », etc.

Ex : huile essentielle de thym : contient « thymol »

\*Peroxydes : Exemple : « ascaridole », etc.

Exemple : Huile essentielle de chénopode : contient « ascaridol ».

**I.2.3.1.2. Les sesquiterpènes**

Ils sont formés par l'assemblage de trois unités isopréniques (C<sub>15</sub>). Cependant leur structure ainsi que leur fonction restent similaires à celles des monoterpènes [13]. On trouve quelques exemples des sesquiterpènes caractéristiques des huiles essentielles : carbures mono- ou polycycliques ( $\beta$ -bisabolène,  $\beta$ -caryophyllène, longifolène), alcools (farnésol, carotol,  $\beta$ -santalol, patchoulol), cétones ( $\beta$ -vétinone), esters (acétate de cédryle), aldéhydes (sinensals) [14].

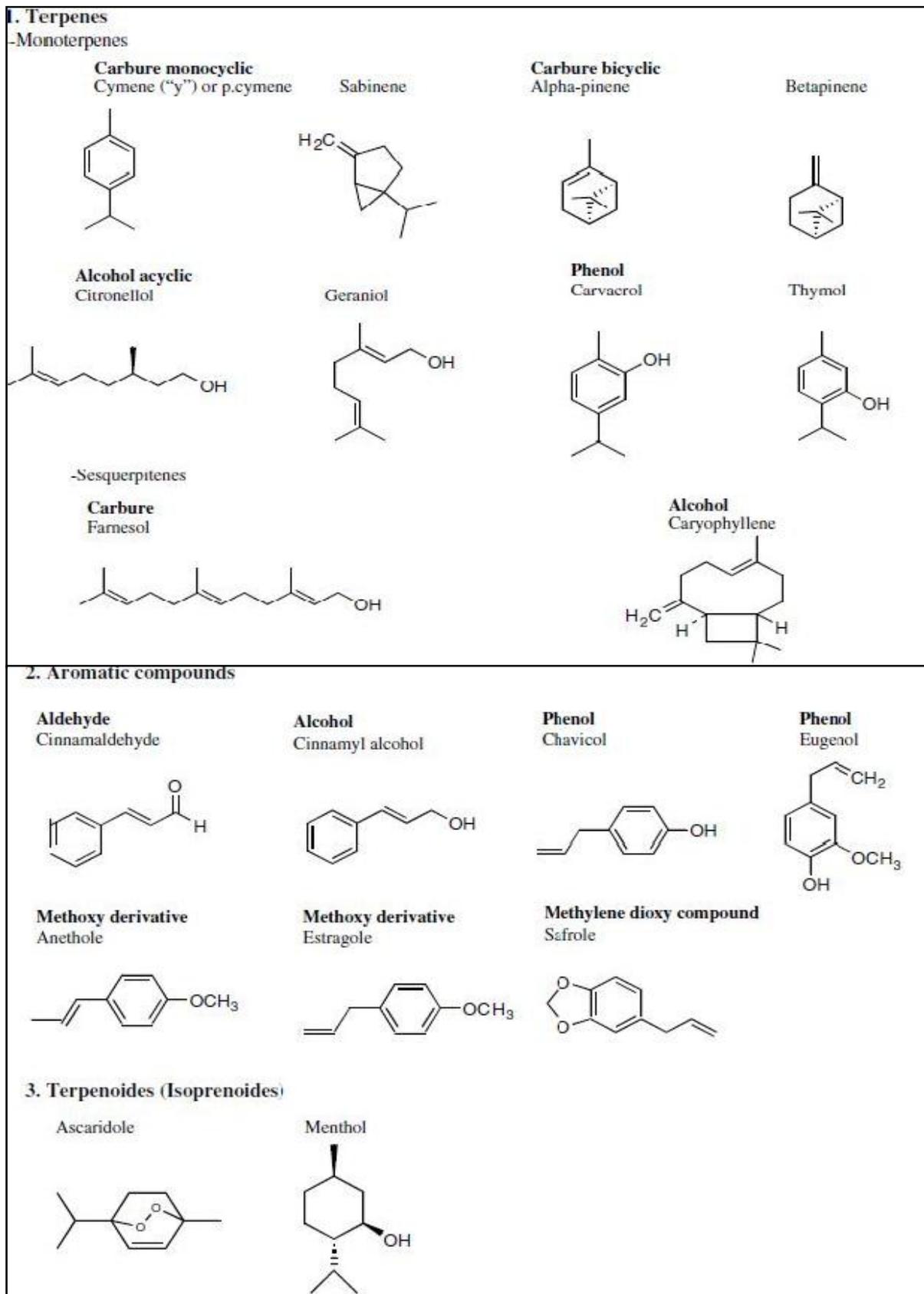
**I.2.3.2. Composés aromatiques dérivés phénylpropane**

Ils sont beaucoup moins fréquents dans les huiles essentielles que les composés terpéniques. Ils comprennent :

- Aldéhyde : « cinnamaldehyde », Exemple : huile essentielle de cannelle.
- Alcool : « cinnamic alcohol »
- Phénols : « chavicol », « eugénol », exemple : Huile essentielle de girofle (eugénol).
- Dérivés méthoxy : « anéthole », « élémicine », « estragole », « méthyleugénols », exemple : Huile essentielle de fenouil (anéthol).

- Composés de méthylène dioxy: « apiole », « myristicine », « safrole »,  
exemple : huile essentielle de persil (apiole)

Figure 3 : Structure de quelques composés mono-terpéniques [17]



**I.2.4. Propriétés****I.2.4.1. Chimiques**

Les huiles essentielles sont altérables et sensibles à l'oxydation. Par conséquent, leur conservation nécessite de l'obscurité et de l'humidité. De ce fait, l'utilisation de flacons en verre opaque est conseillé [18]. Elles sont constituées de molécules à squelette carboné, le nombre d'atomes de carbone étant compris entre 5 et 22 (le plus souvent 10 ou 15) [19]. Elles absorbent le chlore, le brome et l'iode avec un dégagement de chaleur. Elles peuvent se combiner à l'eau pour former des hydrates, elles sont biodégradables et renouvelables dans la nature [20].

**I.2.4.2. Physiques**

Les huiles essentielles sont liquides à température ambiante mais aussi volatiles, ce qui les différencie des huiles dites fixes. Elles sont liposolubles et solubles dans les solvants organiques usuels ainsi que dans l'alcool, entraînaibles à la vapeur d'eau mais très peu solubles dans l'eau [19]. Il faut donc impérativement un tensioactif pour permettre leur mise en suspension dans l'eau. Elles présentent une densité en général inférieure à celle de l'eau et un indice de réfraction élevé. Elles sont pour la plupart colorées : ex : rougeâtre pour les huiles de cannelle et une variété de thym, jaune pâle pour les huiles de sauge sclarée et de romarin officinal [18].

**I.2.4.3. Organoleptique**

Chaque extrait est caractérisé par ses propriétés organoleptiques telles que l'odeur, l'aspect et la couleur.

## a) L'odeur

L'odorat est un sens chimique très sensible et l'habileté des parfumeurs à classer et caractériser des substances chimiques parviennent à doser les produits naturels et leur perception peut aller jusqu'au dix millionnièmes de grammes par litre d'air.

## b) La couleur

La coloration d'une huile essentielle dépend des produits qui la constituent. Certains solvants ont le pouvoir d'extraire beaucoup de pigments, ce qui intensifie la couleur d'une huile donnée.

## c) L'aspect

L'aspect d'un extrait dépend des produits qui la constituent, qui peuvent nous apparaître sous forme solide, liquide ou bien solide- liquide [9].

**I.2.4.4. Médicinales**

Les huiles essentielles ont des propriétés médicinales nombreuses et variées. La plupart des constituants des huiles essentielles ont un pouvoir antimicrobien d'où leur usage comme antiseptiques [20]. D'autres possèdent des propriétés digestives ou des propriétés antispasmodiques, sédatives, cicatrisantes, etc. ces activités sont dues surtout à leurs constituants terpéniques.

En outre, de nombreuses huiles essentielles présentent une activité contre tous les différents types de douleurs et sont très utilisées pour traiter les troubles articulaires inflammatoires. Elles ont la propriété de renforcer et de relancer les défenses immunitaires de l'individu [21]. C'est dans ce sens que l'on a pu dire que les essences aromatiques étaient cytophylactiques (protectrices des cellules vivantes).

Par ailleurs, certaines huiles essentielles présentent des activités anti-tumorales et sont adoptées dans le traitement préventif de certains types de cancers (Nigelle, Mélisse officinale) [22].

**I.2.5. Facteurs de variabilité****I.2.5.1. Origine botanique**

La composition d'une huile essentielle varie selon l'espèce productrice. Par exemple l'huile essentielle de deux espèces de sauge : la sauge officinale (*Salvia officinalis*) et la sauge sclarée (*Salvia sclarea*), qui peuvent être vendus sous l'appellation d'essence de sauge. La première, riche en cétones neurotoxiques, peut provoquer des épilepsies, alors que la deuxième possède des esters aromatiques antiépileptiques [23].

**I.2.5.2. Organe producteur**

La composition et le rendement d'une huile essentielle varie selon la partie de la plante à partir de laquelle elle est extraite. Exemple : le bigaradier [24].

**I.2.5.3. Cycle végétatif**

Pour une espèce donnée, la proportion des différents constituants d'une huile essentielle peut varier tout au long du développement, des variations parfois très importantes sont couramment observées dans certaines espèces, par exemple pour la coriandre, la teneur en linalol est 50% plus élevée dans le fruit mur que dans le fruit vert. De ce fait le choix d'une date de récolte s'impose [25].

**I.2.5.4. Existence de chimiotypes**

Les chimiotypes ou races chimiques sont très fréquents chez les plantes à huiles essentielles. Ce sont des plantes appartenant à la même espèce botanique présentant des

compositions différentes en fonction des conditions écologiques (écologie locale, terrain, exposition, altitude...), également en raison de la légère différence dans les voies de biosynthèse ce qui peut avoir une influence sur leur activité thérapeutique. L'exemple démonstratif est celui du thym (*thymus vulgaris*L) de la Méditerranée occidentale. On compte pour cette espèce, Morphologiquement homogènes et caryologiquement stables, sept chimiotypes différents : 5 à alcools (géraniol, linalol, thuyanol, terpéniol, myrcénol), leurs huiles sont douces, jaune, ayant une faible activité bactéricide et irritante ; 2 thymes sont à phénol (thymol et carvacrol) leur huile est rouge et elle est un puissant bactéricide et irritant [26].

#### **I.2.5.5. Température, Rayonnement solaires**

Ce sont les plus influents sur la composition des huiles essentielles, d'ailleurs ils agissent sur celle-ci simultanément [26]. Quelques exemples illustrent cette influence : Dans la menthe poivrée, les jours longs et les nuits tempérées conduisent à des rendements en HE plus élevé et à une augmentation de la teneur en menthofuranes. Au contraire, les nuits froides favorisent la formation de menthol. Chez certains citrus, la teneur en huile essentielle est d'autant plus élevée que la température est importante [26, 27].

#### **I.2.5.6. Mode d'obtention**

La labilité des constituants des huiles essentielles explique que la composition du produit obtenu par hydrodistillation, soit le plus souvent différente de celle du mélange initialement présent dans les organes sécréteurs du végétal. Au cours de l'hydrodistillation, l'eau, l'acidité et la température peuvent induire l'hydrolyse des esters mais aussi des réarrangements, isomérisations, des racémisations et des oxydations. Donc, pour assurer la qualité du produit et sa constance, il est important d'étudier, de définir et de contrôler l'ensemble des paramètres de la culture à l'élaboration du produit final [26].

#### **I.2.5.7. Facteurs génétiques**

- Les hybridations : Elles introduisent l'hétérogénéité dans se qui situe en général entre celles des huiles essentielles mères.

- Les mutations : Par mutation, une nouvelle race chimique peut apparaitre. Elle peut être à peine perceptible dans les caractères morphologiques, alors qu'elle est susceptible de provoquer de profondes modifications dans la composition de l'huile essentielle [25].

### **I.2.6. Principaux domaines d'application**

En raison de leurs diverses propriétés, les huiles essentielles sont devenues une matière d'importance économique considérable avec un marché en constante croissance. En effet, elles sont commercialisées et présentent un grand intérêt dans divers secteurs industriels comme en

pharmacie pour leurs pouvoirs antiseptique, analgésique, antispasmodique, apéritif, antidiabétique..., en alimentation par leur activité anti-oxydante et leur effet aromatisant, en parfumerie et en cosmétique par leur propriété odoriférante.

### **I.2.6.1. Cosmétologie et parfumerie**

Les huiles essentielles sont recherchées dans l'industrie des parfums et des cosmétiques en raison de leurs propriétés odoriférantes. L'industrie de la parfumerie consomme d'importants tonnages d'essences (60%) en particulier celles de la rose, du jasmin, de la violette, de la verveine, Les huiles essentielles sont aussi consommées en cosmétologie pour parfumer les produits cosmétiques : les dentifrices, les shampoings, les crèmes solaires, les rouges à lèvres, les savons, etc. [28]

Les produits d'hygiène, détergents et lessives par exemple, consomment eux aussi beaucoup d'huiles essentielles pour masquer les odeurs (souvent peu agréables) des produits purs.

### **I.2.6.2. Aromathérapies**

L'aromathérapie est une forme de médecine alternative dans laquelle les ont une grande importance car elles induisent de nombreux effets. Ainsi elles s'utilisent de plus en plus dans diverses spécialités médicales telles que : la podologie, l'acupuncture, la masso-kinésithérapie, l'ostéopathie, la rhumatologie ainsi que dans l'esthétique [29].

### **I.2.6.3. Agro- alimentaire**

En vertu de leurs propriétés antiseptiques et aromatisants, les huiles essentielles sont employées quotidiennement dans les préparations culinaires (ail, laurier, thym...). Elles sont également très prisées en liquoristerie (boissons anisées, kummel) et en confiserie (bonbons, chocolat...). Leur pouvoir antioxydant leur permet de conserver les aliments en évitant les moisissures, conservation du smen par exemple par le thym et le romarin [30].

### **I.2.6.4. Pharmacologie**

Les essences issues des plantes sont utilisées en grande partie dans la préparation d'infusion (menthe, verveine, thym...) et sous la forme de préparations galéniques [27]. Plus de 40% des médicaments sont à base de composants actifs de plantes, par exemple gastralgine est un digestif anti-acide qui se compose d'huiles essentielles de carvi [31].

De même, elles permettent par leurs propriétés aromatisants de masquer l'odeur désagréable des médicaments absorbés par voie orale. Ainsi beaucoup de médicaments vendus en pharmacie sont à base d'huiles essentielles comme par exemple les collyres, les crèmes, les élixirs... [32].

**I.2.7. Toxicité des huiles essentielles**

Les huiles essentielles sont des substances puissantes et très actives. Elles représentent une source inépuisable de remèdes naturels. Néanmoins, il est important de souligner que l'automédication fréquente et abusive surtout en ce qui concerne le dosage ainsi que le mode d'application interne ou externe par les essences est nocive. Elle engendre des effets secondaires plus ou moins néfastes dans l'organisme (allergies, coma, épilepsie, etc.) Principalement chez les populations sensibles (enfants, femmes enceintes et allaitantes, personnes âgées ou allergiques) [33]. L'accumulation des essences dans l'organisme par des prises répétées peut conduire à des nausées, des céphalées, L'ingestion de plus de 10 ml d'huile essentielle est neurotoxique et épiléptogène par inhibition de l'apport d'oxygène au niveau des tissus encéphaliques [34].

## **Chapitre II**

### **Généralités sur le cresson**

## II.1. Le cresson

### II.1.1. Historique

Le cresson (*Lepidium sativum*), appartient à la famille des Brassicacées (famille des choux) et est communément appelé "cresson alénois", "cresson de jardin". La graine est appelée "Hab el Rashaad" ou "hurf" en arabe et Belachaquine en berbère. L'origine du cresson alénois est assez floue en Afrique du Nord ou de l'Est, au Moyen Orient et en Asie de l'Ouest. Il était cultivé dans l'Antiquité en Grèce et en Italie et peut-être aussi en Egypte. On le cultive aujourd'hui dans le monde entier, y compris dans la plupart des pays africains, mais surtout à petite échelle dans les jardins familiaux [35]. On le trouve aussi dans la nature, échappé des cultures, mais on ne sait pas s'il existe quelque part à l'état sauvage [36].

### II.1.2. Définition et description de la plante

Le cresson est une plante annuelle de croissance rapide. Il se développe en quelques mois et devient une plante haute de 20 à 50 cm au moment de la floraison. Cultivé pour la salade, il forme une petite rosette de feuilles très découpées et tendres, au goût bien relevé. Les inflorescences sont apicales : quelques groupes de petites fleurs blanches à 4 pétales. Les graines sont produites par 2 dans de petites siliques dressées, longue de 2 à 3 cm, elles sont allongées, brun rouge, elles ont un goût de moutarde [37]. Nous représentons respectivement sur les figures 4 et 5 la plante de cresson et les différents parties de la plante.



**Figure 4 :** Plante de cresson alénois [37]



**Figure 5 :** Aspect morphologique de *Lepidium sativum* a : feuilles ; b:tiges; c:fleurs; d:grains [37]

## II.2. Les graines de cresson

### II.2.1. Description

Les graines de cresson sont petites, de forme ovale, pointues et triangulaires à une extrémité, lisses, d'environ 3-4 mm de long, 1-2 mm de large, de couleur brun rougeâtre. Un sillon présent sur les deux surfaces s'étendant jusqu'aux deux tiers vers le bas, une légère extension en forme d'aile présente sur les deux bords de la graine. En trempant dans l'eau, le tégument se gonfle et se recouvre d'un mucilage transparent, incolore et mucilagineux [38].



**Figure 6 :** Graines de cresson alénois [39]

### II.2.3. Conditions de la récolte

La récolte des plantes médicinales est une étape très importante, notamment en médecine traditionnelle. Elle doit être effectuée au moment le plus favorable afin de conserver l'efficacité des principes actifs. . Chaque partie de la plante concentre le maximum de principes actifs à une période précise de l'année, à laquelle il s'agit de faire la récolte. le bon moment de

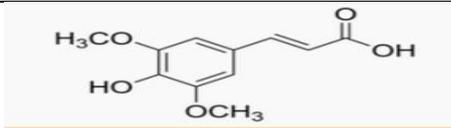
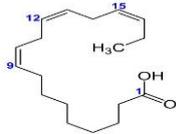
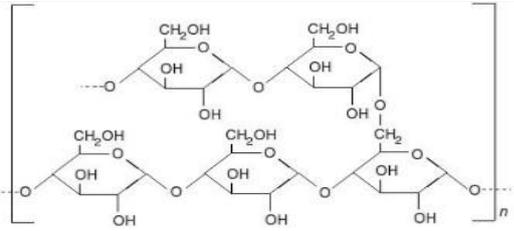
cueillette peut varier selon l'altitude, particulièrement les périodes de floraison[40]. Il est toujours préférable de procéder à la récolte par un temps sec et chaud, le matin est le moment le plus favorable, mais toutefois cueillir aussi le soir, avant la fraîcheur[41]. *Lepidium sativum* peut être cultivé à toutes les altitudes, tout au long de l'année, mais la meilleure récolte est obtenue en hiver. Il a besoin de ressources agricoles minimales, il pousse bien dans les régions semi-arides et ne nécessite pas beaucoup d'engrais, ses graines peuvent être récoltées en 70-90 jours pour donner 800-1000 Kg/ha[42].

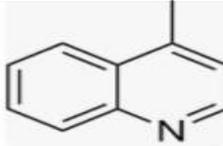
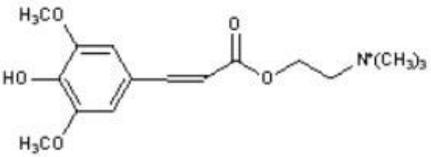
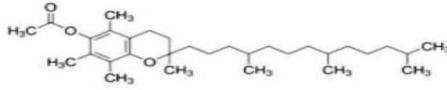
### II.2.3. Composition

Les graines de cresson contiennent 27 % de protéines, 14 à 26 % de lipides, 35 à 54 % de glucides et 8 % de fibres brutes [43], 20-25% d'huile et le principal acide gras est l'acide linoléique (32-35%). Elles contiennent également des antioxydants naturels (tocophérols et caroténoïdes), des alcaloïdes imidazoles, de la lépidine, des alcaloïdes monomères, de l'acide sinapique, de la sinapine [44], de L $\alpha$ -tocophérol et le  $\beta$ -sitostérol[45]. Les glucides des graines de sont composés à 90 % de polysaccharides non amyliques et à 10 % d'amidon. La graine de cresson peut être utilisée comme une riche source de fibres alimentaires [46].

Nous donnons dans le tableau 1, la composition chimique des graines de cresson.

**Tableau 1 :** Composition chimique des graines de cresson.

Nom	Description	Formule Brute	Formule développée
Acide sinapique	Il fait partie des acides phénoliques	$C_{11}H_{12}O_5$	
Acide linoléique	Acide gras essentiels de la famille des Oméga-3	$C_{18}H_{30}O_2$	
Amidon	Un glucide complexe, élément courant de l'alimentation humaine	$(C_6H_{10}O_5)_n$	

Lepidine	Composé organique aromatique hétérocyclique	$C_{10}H_9N$	
Sinapine	Un antioxydant, peut se trouver	$C_{16}H_{24}NO_5$	
L'α-tocophérol	Une forme de vitamine E	$C_{29}H_{50}O_2$	

## II.2.4 Usages traditionnels

*Lepidium sativum* est une plante herbacée populaire cultivée dans de nombreuses régions de l'Arabie saoudite, par exemple le Hijaz, AL-Qasim, et les provinces de l'Est. Dans l'Europe et en Amérique, les feuilles sont utilisées en salade. Dans divers pays d'Afrique, des graines de *Lepidium sativum* sont un remède médicinal efficace pour soigner les troubles respiratoires, comme la bronchite et l'asthme. La plante est cultivée comme légume culinaire dans toute l'Asie. En Asie du Sud, elle est utilisée en médecine traditionnelle pour traiter l'asthme, la bronchite et la toux et est considéré comme abortif, antibactérien, aphrodisiaque, diurétique, expectorant, stimulant digestif, gastro-protecteur et laxatif [47].

## II.2.5. Intérêts médicaux

*Lepidium sativum* est une plante médicinale bien connue. Cette plante se révèle efficace contre de nombreux troubles digestifs en raison de son action stimulante, laxative et diurétique. De plus, il lutte contre la constipation et les hémorroïdes et il apaise les maux de ventre. Par ailleurs, le *Lepidium sativum* est utile en cas d'asthme ou de toux [35] Le Cresson alénois est un puissant antiscorbutique. Il se montre aussi "apéritif, diurétique et dépuratif. Il se consomme frais, en salade. Sa croissance est extrêmement rapide. La gaine s'est vue également préconisée comme "stomachique, expectorante et emménagogue [47].

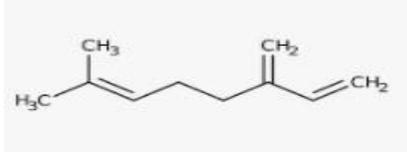
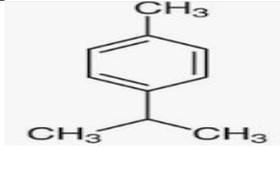
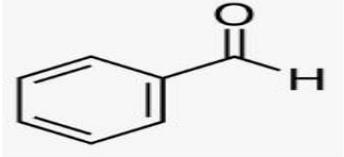
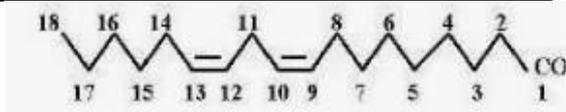
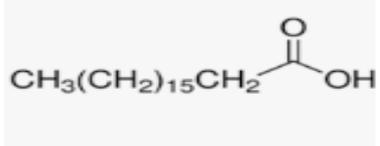
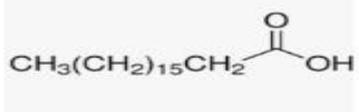
## II.3. Huile essentielle

### II.3.1. Principaux composants chimiques

Les principaux composants de l'huile essentielle des graines de cresson sont regroupés

dans le tableau 2 [46].

**Tableau 2 :** Principaux composants chimiques de l'huile des graines de cresson.

Nom	Description	Formule brute	Formule développée
Thuyène	Un monoterpène qui contribue à la saveur piquante de certaines herbes	$C_{10}H_{16}$	
Myrcène	Un monoterpène utilisé dans la fabrication de parfums	$C_{10}H_{16}$	
p-cymène	Un monoterpène aromatique	$C_{10}H_{14}$	
Benzaldéhyde	Un liquide incolore, c'est l'aldéhyde aromatique le plus simple	$C_7H_6O$	
Acide linoléique	Un acide gras insaturé à chaîne longue	$C_{18}H_{32}O_2$	
Acide stéarique	Un acide gras saturé à chaîne moyenne	$C_{18}H_{36}O_2$	
Isothiocyanate de benzyle	Un composé aromatique	$C_8H_7NS$	

## **CHAPITRE III**

### **TECHNIQUES D'EXTRACTION**

Il existe différentes techniques d'extraction : le soxhlet, la macération, la distillation la technique de la pression, l'extraction par solvant, Micro-onde...

### III.1. Extraction par soxhlet

#### III.1.1. Description et principe de la méthode

Le soxhlet se compose d'un corps en verre (4) dans lequel est placée une cartouche en papier-filtre épais en forme d'un bâtonnet (5), d'un tube siphon (6-7) et d'un tube d'adduction (3). Dans le montage, l'extracteur est placé sur un ballon (2) contenant le solvant d'extraction (1). Dans l'extracteur est insérée une cartouche dans laquelle est placée la poudre contenant l'espèce à extraire, puis un réfrigérant (9-10-11) est adapté au-dessus de l'extracteur (il est également souhaitable d'utiliser un chauffe-ballon avec agitation magnétique intégrée, afin d'éviter des à-coups d'ébullition qui provoquent une remontée du liquide contenu dans le ballon et non de vapeurs de solvant pures. À défaut on peut placer des billes de verres dans le ballon). Quand le ballon est chauffé, les vapeurs de solvant 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 (chauffé par les vapeurs se trouvant en dessous). Le solvant condensé s'accumule dans l'extracteur jusqu'à atteindre le sommet du tube-siphon, qui provoque alors le retour du liquide dans le ballon, accompagné des substances extraites, et le solvant contenu dans le ballon s'enrichit donc progressivement en composés solubles. Le solvant continue alors de s'évaporer, alors que les substances extraites restent dans le ballon (leur température d'ébullition doit être nettement supérieure à celle du solvant extracteur). Le schéma du montage soxhlet est représenté sur la figure 7.

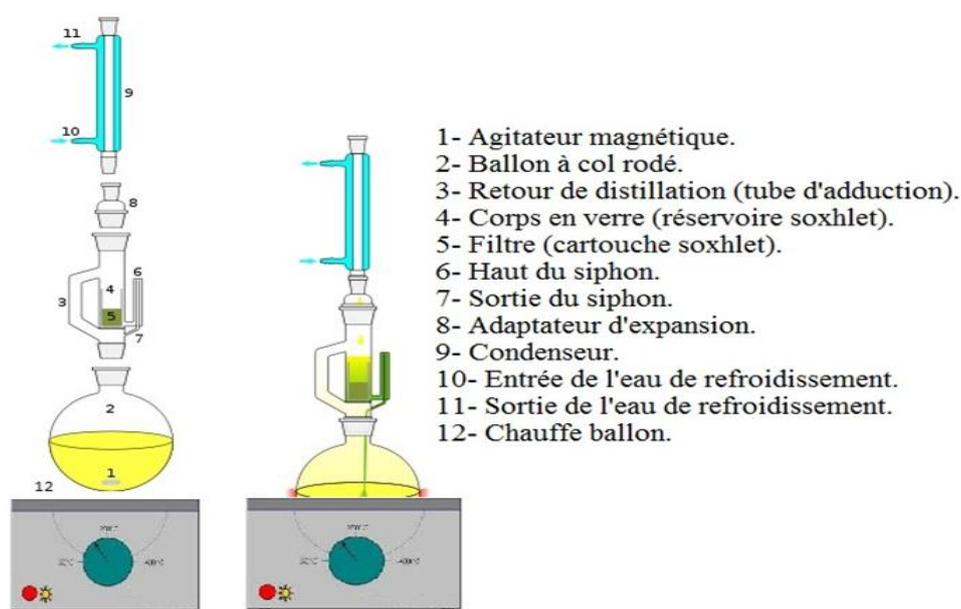


Figure 7 : Schéma d'un montage Soxhlet [48].

### III.1.2. Avantages

- Le maintien d'une température relativement élevée d'extraction avec la chaleur du ballon à distiller ;
- Le déplacement de l'équilibre de transfert en mettant à plusieurs reprises le solvant frais en contact avec la matrice solide ;
- La méthode de Soxhlet est très simple et bon marché [49] ;
- Son utilisation permet d'utiliser de petites quantités de solvant ce qui est avantageux ;
- Le chauffage fait que le solvant qui se condense est toujours pur ;
- Comme le solvant qui retombe sur l'échantillon est toujours pur, alors la solubilisation de la substance est favorisée grâce à de meilleurs coefficients de partage ;
- Il présente le plus grand taux de rendement de toutes les méthodes d'extraction qui existent [50].

### III.1.3. Inconvénients

- La taille de la cartouche étant limitée ;
- Il peut être nécessaire de réaliser plusieurs extractions successives avec plusieurs cartouches, ce qui prend un temps considérable ;
- L'extraction à chaud peut dégrader certaines substances chimiques.

## III.2. Macération

### III.2.1. Description de la méthode

La macération est un procédé qui consiste à laisser séjourner un solide dans un liquide froid pour en extraire les composés solubles, ou bien pour qu'il absorbe ce liquide afin d'en obtenir le parfum ou la saveur, pour le conserver ou pour qu'il s'y décompose [51]. La macération peut se faire dans une solution alcoolique (macération alcoolique), de l'eau, une saumure, de l'huile...

### III.2.2. Principe

La macération est un procédé d'extraction solide-liquide discontinu qui consiste à laisser tremper le solide dans un solvant à température ambiante (20), pour en extraire les constituants solubles. La matière végétale est mise dans un béccher, rempli d'un solvant organique, où l'eau est sous agitation pendant 3 heures, pour bien macérer. Après filtration, le résidu peut être remis dans le récipient d'extraction avec une nouvelle portion de solvant, le processus est répété plusieurs fois au besoin. Lorsque la macération est effectuée dans l'eau, l'isolement du composé nécessite l'extraction de la phase aqueuse par un solvant organique. Le schéma du montage de macération est représenté sur la figure 8.

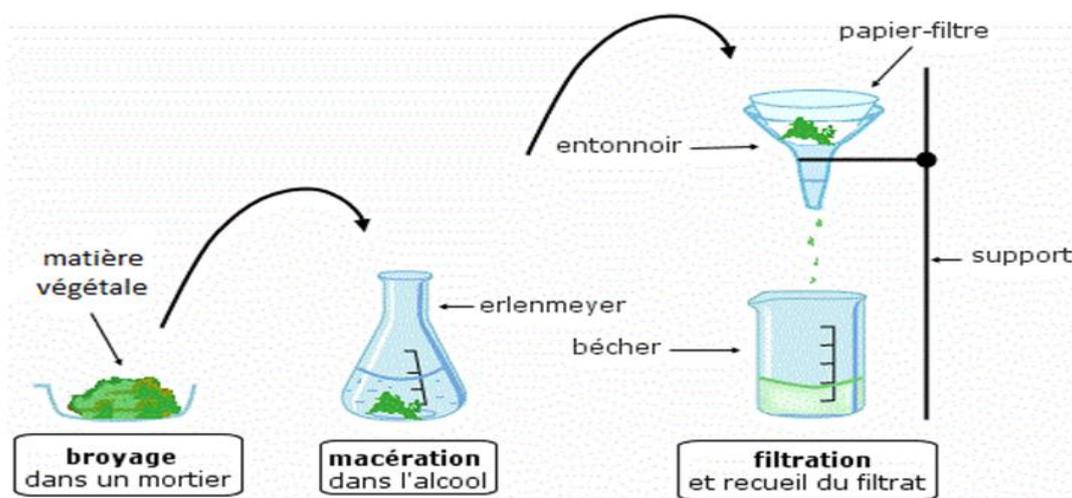


Figure 8 : Schéma d'un montage de macération [52].

### III.2.3. Avantages

- Utilisations de petites quantités de solvant ;
- Le procédé d'extraction se fait à froid ce qui évite toute dégradation de l'huile essentielle sous effet de la température ;
- Il ne nécessite pas de montage bien précis ou bien compliqué ;
- Les solvants utilisés sont disponibles ;
- Il vient en seconde position en ce qui concerne le taux de rendement [53].

### III.2.4. Inconvénients

- La macération est souvent longue (plusieurs heures voire plusieurs jours) ;
- En raison du temps qu'elle prend il y a risque de prolifération bactérienne ;
- A froid la solubilité est moins bonne.

## III.3. Autres techniques

### III.3.1. Distillation

La distillation convient aux huiles ayant une forte composante volatile et elle se fonde sur la caractéristique que possèdent ces composantes qui peuvent être facilement transportées par des particules de vapeur d'eau en mouvement [54]. La plupart des huiles essentielles sont obtenues par distillation, à l'exception des huiles essentielles d'hespéridés (citron, orange, ...). La vapeur pénètre les tissus de la plante et vaporise toutes les substances volatiles, une quantité suffisante de vapeur permet largement l'isolement des essences de la plante. Il existe trois modes de distillation (hydro-distillation, vapodistillation, distillation à vapeur directe) [55]. Les techniques d'extraction des huiles essentielles par hydro-distillation se sont avérées efficaces pour l'isolement d'huiles essentielles [56].

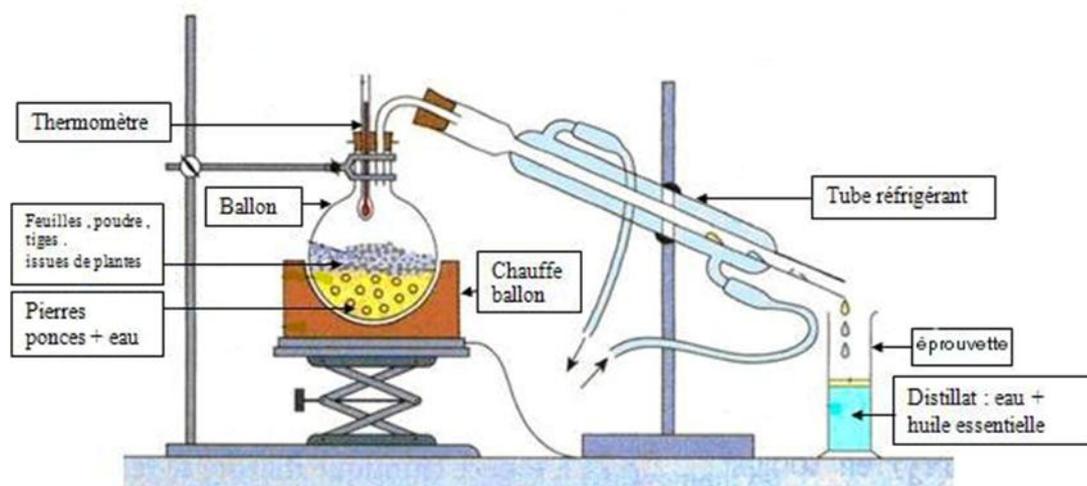


Figure 9 : Schéma simplifié d'un montage d'hydro-distillation [57].

### III.3.2. Technique de la pression

Peut être est-ce la plus ancienne : les Egyptiens utilisaient la pression à l'aide d'un sac pour extraire l'essence des pétales de fleurs. Cette méthode consistait à écraser les parties odorantes d'une plante fraîchement coupée puis à les enfermer dans un sac en lin que l'on tordait à l'aide de deux bâtons enfilés dans deux anneaux placés à l'extrémité du sac. L'essence filtrait à travers la toile et était recueillie dans un récipient placé en dessous [54]. Pour ce faire, on emploie des machines qui extraient l'huile essentielle en créant des zones de compression et de dépression suffisantes pour que l'huile puisse être libérée [58].

### III.3.3. Extraction par solvant

La technique d'extraction « classique » par solvant, consiste à placer dans un extracteur un solvant volatil et la matière végétale à traiter. Grâce à des lavages successifs, le solvant va se charger en molécules aromatiques, avant d'être envoyé au concentrateur pour y être distillé à pression atmosphérique. Le produit ainsi obtenu est appelé « concrète ». Cette dernière pourra être par la suite brassée avec de l'alcool absolu, filtrée et glacée pour en extraire les cires végétales. Après une dernière concentration, on obtient une « absolue ». Les rendements sont généralement plus importants par rapport à la distillation et cette technique évite l'action hydrolysant de l'eau ou de la vapeur d'eau. En effet, l'intervention de solvants organiques peut entraîner des possibilités de contamination de l'échantillon par des impuretés parfois difficiles à éliminer. Le solvant choisi, en plus d'être autorisé devra posséder une certaine stabilité face à la chaleur, la lumière ou l'oxygène, sa température d'ébullition sera de préférence basse afin de faciliter son élimination, et il ne devra pas réagir chimiquement avec l'extrait. Parmi les solvants les plus utilisés, on recense : le méthanol, l'éthanol, l'éther de pétrole [59].

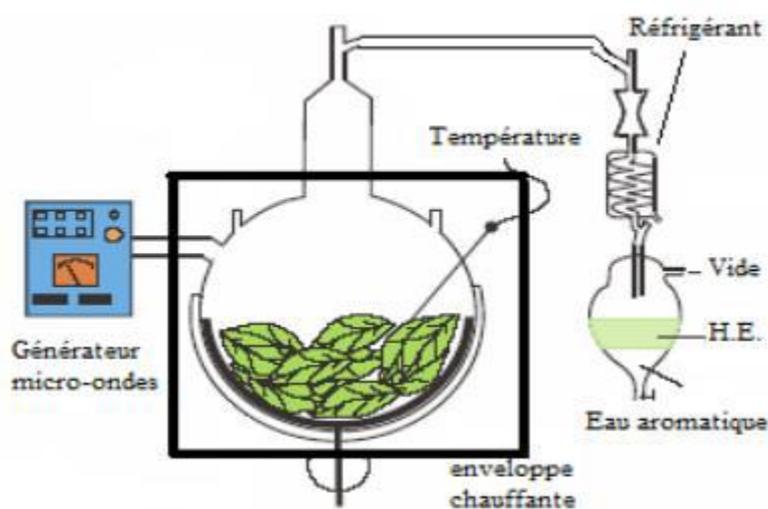
### III.3.4. Extraction à l'eau surchauffée

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

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

### III.3.5. Extraction assistée par micro-onde

C'est une nouvelle technique qui combine l'utilisation des micro-ondes et d'autres méthodes traditionnelles. Dans ce procédé, la matière végétale est chauffée par micro-ondes dans une enceinte close dans laquelle la pression est réduite de manière séquentielle. Les composés volatils sont entraînés par la vapeur d'eau formée à partir de l'eau propre à la plante. Ils sont ensuite récupérés à l'aide des procédés classiques, condensation, refroidissement, et décantation. Des études démontrent que cette technique possède plusieurs avantages tels que le gain de temps d'extraction, utilisation de petites quantités de solvant, et un rendement d'extraction élevé [61]



**Figure 10 :**Hydro-distillation assistée par micro-ondes [62].

Les auteurs de ce procédé lui attribuent certains avantages tels que le temps d'extraction (dix à trente fois plus court), l'économie d'énergie et une dégradation thermique réduite.

### III.3.6. Extraction par fluide supercritique

Cette technique d'extraction a pris ces dernières années, beaucoup d'essor concernant l'extraction des extraits végétaux. Le principal avantage de cette technique est celui de combiner les caractéristiques des gaz et des liquides pendant le processus d'extraction (figure 4). En outre tous les processus de dégradation possibles tels que l'oxydation ou isomérisation sont réduits au minimum du fait que le temps d'extraction y'est réduit. Toutefois, cette technique d'extraction présente un inconvénient, la basse polarité du dioxyde de carbone supercritique qui est le solvant d'extraction le plus employé. Au-delà du point critique ( $P= 73,8$  bars,  $T= 31,1^{\circ}\text{C}$ ), le  $\text{CO}_2$  possède les propriétés intermédiaires entre celles des liquides et celles des gaz, ce qui lui confère un bon pouvoir d'extraction [63]

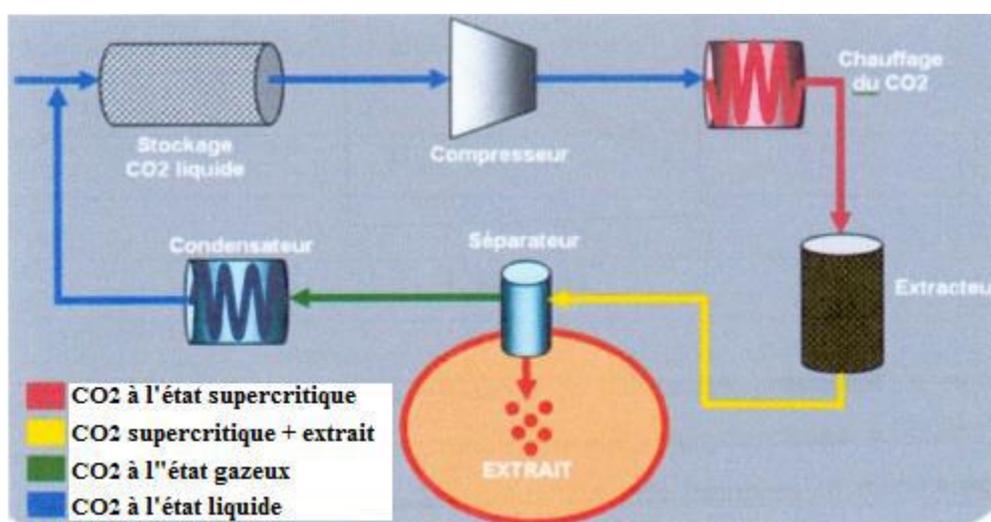


Figure 11 : Schéma de la technique d'extraction par le  $\text{CO}_2$  supercritique [63]

### III.4. Qualité et rendement des huiles essentielles

La qualité de l'huile dépend de plusieurs facteurs dont le procédé d'obtention, l'état de maturation, de conservation et sa provenance. En effet, pour être pleinement efficace, les plantes doivent provenir de lieux de culture favorables et avoir été cueillies, préparées et conservées avec soin. Tel n'est pourtant pas toujours le cas et l'on trouve donc souvent, dans le commerce, des huiles essentielles qui n'ont d'essentiel que le nom [54]. Les teneurs en huiles essentielles sont généralement très faibles. Ainsi, le rendement peut varier de 1 à 10%, c'est-à-dire que la quantité des huiles essentielles comme en toutes choses, doit obligatoirement se payer [60]. En effet, pour obtenir quelques grammes d'essence, il faut une grande quantité de végétaux. Par exemple pour 100 kg de plantes, on obtient :

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

- Ylang-ylang : 1.5 kg.

Pour des essences plus prisées, telles que celles de rose, de jasmin ou de fleur d'oranger, le rendement est encore plus faible. Il faut au moins trente roses pour extraire une seule goutte d'essence et 1000 kg de fleurs de jasmin pour en obtenir un litre [54].

### **III.5. Facteurs influençant l'extraction**

#### **III.5.1. Mode de culture**

Le mode de culture influence grandement la qualité des huiles essentielles. Seules les huiles essentielles provenant de plantes cueillies à l'état sauvage ou cultivées biologiquement devraient être utilisées en aromathérapie.

#### **III.5.2. Choix des plantes**

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

#### **III.5.3. Mode de cueillette**

De préférence, les plantes doivent être cueillies à la main. Cette méthode est plus écologique et permet d'obtenir des huiles essentielles de meilleure qualité.

#### **III.5.4. Provenance (région d'origine)**

Le terroir où a poussé une plante détermine en grande partie la qualité de l'essence qu'elle produit.

#### **III.5.5. Stade végétatif**

La récolte doit avoir lieu pendant le stade végétatif où la plante est la plus riche en essence. Ce moment varie d'une plante à l'autre ; par exemple, la menthe doit être récoltée avant la floraison, c'est-à-dire avant qu'elle ne développe des cétones toxiques.

#### **III.5.6. Période de la journée**

La qualité de l'essence d'une plante varie en fonction de la période de la journée où elle est récoltée. Ainsi, la lavande sauvage et les roses doivent être cueillies le matin après la rosée et le thym, de préférence l'après-midi.

#### **III.5.7. La nature du solvant**

Un solvant est, par définition, un fluide qui a le pouvoir de solubiliser d'autres substances menant à une solution homogène [64]. Le choix du solvant se fait selon plusieurs critères [65] :

- L'état physique du solvant ; liquide à température et pression de l'extraction ;
- Le non miscibilité du solvant avec l'eau ;
- La solubilité de l'espèce à extraire : l'espèce extraite doit être plus soluble dans le solvant que dans l'eau.

Il faut de surcroît connaître la densité du solvant pour connaître la position de la phase organique (qui contient le solvant) par rapport à la phase aqueuse (qui contient l'eau).

### **III.5.8. La température**

Il est difficile de cerner de façon simple l'influence de la température sur l'extraction. Dans la plupart des cas, les gammes élevées de température sont favorables au rendement d'extraction et ceci pour quatre principales raisons :

- La chaleur facilite l'extraction en perméabilisant les parois cellulaires par dénaturation ;
- La gamme des hautes températures usuelles, augmente la solubilité des matières à extraire ;
- Elle augmente les coefficients de diffusion ;
- Enfin, elle diminue la viscosité des solvants d'extraction, ce qui facilite non seulement le passage du solvant à travers la masse de substrat solide, mais aussi les opérations ultérieures de séparation.

La limite supérieure de la température est imposée par le point d'ébullition du solvant, par les risques de dégradation thermique du soluté, risques d'extraire des composés [66].

### **III.5.9. Temps d'extraction**

Les quantités de substances extraites sont fonction du temps de séjour de la matière au sein du solvant (temps nécessaire à la pénétration du solvant à l'intérieur des vacuoles, dissolution du composé etc.). Généralement, une élévation de la température traduisant l'agitation moléculaire permet de diminuer les temps de contact et ce, sans diminution notable du rendement. A titre indicatif, une méthode comme la macération dure environ 8 à 10 jours, par contre des méthodes comme la décoction ne nécessitent que des temps de contact rapides de l'ordre d'une dizaine de minutes [67]

### **III.5.10. Agitation**

L'agitation mécanique des particules dans le solvant, qui permet leur maintien en suspension et l'homogénéisation du milieu, a un effet toujours favorable sur l'opération. Dans le cas de l'extraction aqueuse, l'agitation permet de réduire la résistance au transfert de soluté au niveau de l'interface solide liquide (couche limite) et d'augmenter le coefficient de transfert. Si l'agitation est maintenue durant une longue période, elle va favoriser les chocs entre les différentes particules et permettre ainsi l'éclatement de certaines cellules qui vont libérer leur contenu cellulaire dans le milieu [68].

### **III.5.11. Humidité**

En règle générale, les matières végétales sont séchées pour faciliter leur conditionnement

et surtout leur stockage. Un surplus d'humidité peut donc détériorer le substrat. De plus, lors de l'utilisation de solvants hydrophobes, la diffusivité est inversement proportionnelle à la teneur en eau du solide [69]. Donc, l'extraction par solvant est gênée par l'humidité, le rendement en huile est lié au taux d'humidité dans la matière à traiter, mais d'un autre côté, un séchage très intense produit la contraction des membranes cellulaires et rend difficile le processus d'extraction [70].

### **III.5.12. Granulométrie**

Tous les auteurs s'accordent sur l'effet généralement positif du broyage sur les opérations d'extraction. Le broyage du solide permet d'intensifier les phénomènes de transfert du solvant à travers l'augmentation de la surface spécifique (surface d'échange entre le solvant et le solide), mais également par la réduction de la distance de pénétration dans le matériel. En effet, à taux de solide donné, la surface de contact entre le solide et le liquide augmente lorsque la taille de la particule diminue à travers l'augmentation de la surface spécifique [71]. Cependant, il ne faut pas dépasser une certaine limite en ce qui concerne la finesse des particules : la présence de fines particules induit une exagération dans ce sens et implique une réduction notable de la perméabilité du lit de solides au solvant, ce qui entraîne l'établissement de courants préférentiels bloquant ainsi le processus d'extraction dans certains endroits où le solvant ne circule plus [72].

## **III.6. Contrôle et conservation des huiles essentielles**

### **III.6.1. Conservation**

Les huiles essentielles de bonne qualité peuvent se conserver plusieurs années. Seules les essences de Citrus se gardent un peu moins longtemps (trois ans). Les huiles essentielles sont volatiles, il ne faut donc pas oublier de bien fermer les flacons dans lesquelles elles sont contenues. Il est préférable de les conserver dans un flacon en aluminium ou en verre teinté (brun, vert, ou bleu) et de les garder à l'abri de la lumière à 20°C. Il existe des normes spécifiques sur l'emballage, le conditionnement et le stockage des huiles essentielles ainsi que sur le marquage des récipients contenant des huiles essentielles [73].

### **III.6.2. Contrôle**

Les huiles essentielles doivent répondre à des normes analytiques, établis par des Commissions nationales et internationales d'experts et imposés par les pays importateurs ou exportateurs. Les points de contrôle à effectuer pour se prémunir de la falsification des huiles essentielles et éviter les confusions entre les différentes espèces concernent l'origine géographique, l'espèce botanique, l'organe producteur (feuilles, fleurs, fruits, écorces...) et les

caractéristiques physico-chimiques (couleur, odeur, densité et indice de réfraction). Tout ceci permettra d'utiliser une appellation présente dans la nomenclature botanique et valable dans le monde entier. L'Institut de Normalisation Scientifique d'aromatologie INSA a retenu trois critères pour conférer aux huiles essentielles le label « HEBBD » : Huile Essentielle Botaniquement et Biochimiquement Définie [72].

## **Partie II**

### **Partie pratique**

# **Chapitre I**

## **Méthodes d'extraction et de caractérisation**

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

### I.1. Matériel et produits chimiques utilisés

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

. **Tamiseuse** : L'opération de tamisage a été réalisée à l'aide d'une tamiseuse de marque FRITSCH équipée d'une série de tamis AFNOR de différentes dimensions. La durée du tamisage est de dix minutes.

. **Balance** : Toutes les pesées ont été réalisées sur une balance analytique de marque SCALTEC SBC32, de précision égale à  $\pm 0.0001$  g

. **Plaque chauffante** : La température et la vitesse d'agitation ont été contrôlées à l'aide d'une plaque chauffante de marque SI Analytics GmbH.

. **Chauffe ballon** : Il a été utilisé dans le procédé d'hydrodistillation, il permet le chauffage d'eau, il est de marque Electromantle MV.

. **Spectrophotomètre UV-Visible** : Les absorbances des solutions d'huile essentielle, ont été mesurées par un spectrophotomètre UV-Visible mono-faisceau de marque SHIMADZU équipé d'un écran pour la lecture directe de la densité optique A ou de la transmittance T.

. **Etuve** : permet le séchage de notre graine, elle est de marque Memmert.

. **PH-mètre** : La mesure du PH et le lecteur de la température, ont été effectuées à l'aide d'un pH mètre à affichage numérique de marque HANNA instruments, muni d'une électrode combinée, l'une en verre pour la mesure du pH et l'autre en acier pour la température. L'appareil est préalablement étalonné avant chaque utilisation avec des solutions tampons de pH 4,7 et 9.

. **Spectrophotomètre infrarouge** : Les spectres IR de nos échantillons ont été enregistrés par un spectrophotomètre IR à technique ATR de marque Agilent Technologie Cary 630.

Nous donnons dans le tableau 3 quelques caractéristiques des produits chimiques utilisés.

**Tableau 3 :** Quelques caractéristiques des produits chimiques utilisés.

Produit chimique	Formule chimique	Masse molaire (g /mol)	Pureté (%)	Marque
Amidon	$(C_6H_{10}O_5)_n$	Si $n=1$ M=162	-	Biochem
Iodure de potassium	KI	166,0028	99%	SIGMA-ALDRICH
Phénolphtaléine	$C_{20}H_{14}O_4$	318.3228	-	BIOCHEM
Hydroxyde de potassium	KOH	56,11	-	BIOCHEM
Ethanol	$C_2H_5OH$	46.068	96	SIGMA-ALDRICH
Cyclohexane	$C_6H_{12}$	84,16	99,8	SIGMA-ALDRICH
Chloroforme	$CHCl_3$	119,38	99-99,4	SIGMA-ALDRICH
Acide acétique	$CH_3COOH$	60,05	99-100	SIGMA-ALDRICH
Thiosulfate de sodium	$Na_2S_2O_3$	158,11	99	LABOSI
Etherdiéthylique	$(C_2H_5)_2O$	74,12	99,5	SIGMA-ALDRICH
Hexane	$C_6H_{14}$	86,18	-	BIOCHEM
Chlorure d'hydrogéné	HCl	36,460	36,5-38	SIGMA-ALDRICH
Di-chlorurede calcium	$CaCl_2$	110,98	-	SIGMA-ALDRICH
Acétone	$C_3H_6O$	58.08	99%	BIOCHEM

## I.2. Présentation des graines utilisée

Dans le cadre de notre étude, nous nous sommes intéressés à l'extraction et à la caractérisation des huiles essentielles extraites des graines de cresson, vu leurs effets thérapeutiques et leur efficacité prouvée dans les divers domaines d'utilisation (pharmacologie,

cosmétologie, agro-alimentaire,). Nos échantillons ont été achetés en avril 2021 de la région Seddouk de wilaya Béjaia. Les graines ont été bien nettoyées puis broyées en poudre par un broyeur électrique, après stockées à l'abri de la lumière.

### **I.3. Méthodes d'extraction**

La diversité et la complexité des huiles essentielles rendent le choix des processus d'obtention délicat. La méthode choisie ne doit pas conduire à la discrimination entre les composés polaires et apolaires, ni induire des réactions biochimiques, dégradation thermique, changement de pH... [74].

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

#### **I.3.1. Soxhlet**

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

##### **I.3.1.1. Solvants utilisés**

Les solvants que nous avons utilisés pour extraire l'huile des graines de cresson sont l'hexane, l'éthanol, l'acétone.

##### **I.3.1.2. Mode opératoire**

La cartouche contenant la prise d'essai 15g est placée dans l'extracteur. Nous versons ensuite dans le ballon de 500 ml à fond plat, 130 ml de solvant d'extraction. Quand le ballon est chauffé, les vapeurs du solvant passent dans le tube large de l'extracteur, se condensent au niveau du réfrigérant et sont recueillies ensuite dans l'extracteur. Le niveau du solvant dans l'extracteur monte au fur et à mesure que les vapeurs se condensent. Une fois que l'extracteur est rempli, il se produit un transvasement à l'aide du siphon. Le solvant riche en huile est recueilli dans le ballon. L'extraction a eu lieu durant le temps de séjour du solvant dans l'extracteur. L'opération continue jusqu'à épuisement total de l'huile contenue dans l'échantillon.

La quantité d'huile extraite est déterminée en évaporant le solvant à l'aide d'une étuve. Après refroidissement, le ballon est pesé. L'opération chauffage et refroidissement continue jusqu'à obtention d'un poids constant du ballon.

**I.3.1.3. Effet des différents paramètres sur le rendement en absolue****I.3.1.3.1. Effet de la granulométrie**

Le but de cette étude est de déterminer l'effet de la granulométrie des graines de cresson sur le rendement en huile essentielle. Nous avons d'abord broyé les graines de cresson, puis nous avons procédé au tamisage en utilisant une série de tamis de différentes dimensions (0,12 ; 0,25 ; 0,5 ; 1) mm, puis nous avons réalisé un soxhlet pendant 1 heures pour chaque fraction à la température de 100°C et une masse de matière végétale de 15g.

**I.3.1.3.2. Influence de la durée et de la nature du solvant d'extraction**

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés à l'effet du temps et de la nature du solvant d'extraction (éthanol, hexane ou acétone) sur le rendement en absolue. Pour cela nous avons travaillé à des temps de 60, 120, 180, 240 et 300 minutes, une masse de matière végétale de 15 g à 100°C et pour la fraction la plus fine (0,12 mm).

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

Nous avons étudié dans cette partie l'influence de la masse de la matière végétale. Nous avons donc fait varier la masse des graines de cresson de 15g à 45g avec un pas de 15g. Le temps d'extraction et la température du milieu réactionnel, ont été fixés respectivement à 5 heures et 100°C.

**I.3.1.4. Effet de la température**

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés à l'influence de la température sur le temps d'extraction. Pour cela, nous avons fait varier la température de 100 à 200°C avec un pas de 50°C. Le temps d'extraction est de cinq heures et la matière végétale utilisée est de 45g.

**I.3.2. Traitement de la concrète**

La concrète ainsi obtenue contient des cires végétales qui sont éliminées par traitement à l'éthanol. Pour cela, nous l'avons pesée, puis nous lui avons rajouté 04 fois sa masse d'alcool et avons laissé le mélange reposer pendant 10 minutes et filtré sous vide. Le filtrat est ensuite mis dans de l'eau glacée à 0°C pendant 3 heures, puis mis a dans l'étuve pour éliminer complètement le solvant utilisé.

**I.4. Macération**

Dans notre étude, nous avons réalisé des macérations à froid avec trois solvants différents (l'éthanol, hexane et l'acétone).

**a) Mode opératoire**

Nous avons mélangé dans un bécher de 500 mL, 15g de matière végétale et 200mL d'un solvant organique (éthanol, hexane ou acétone). L'ensemble est soumis à une agitation pendant

20 minutes, puis nous avons laissé macérer pendant 24h. Ensuite nous avons filtré la solution à l'aide d'un papier filtre, puis nous l'avons séché à l'aide d'une étuve pour obtenir la concrète qui est traitée par la suite de la même manière que celle par extraction au soxhlet.

### I.5. Calcul du rendement

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

#### 1. Pour la concrète

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

#### 2. Pour l'absolue

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

### I.6. Méthodes de caractérisation

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

#### I.6.1. Paramètres organoleptiques

L'examen organoleptique est l'un des critères d'évaluation de la qualité des huiles. Il porte sur l'odeur, la couleur et l'aspect.

#### I.6.2. Analyses physiques

Les paramètres physico-chimiques étudiés sont :

##### I.6.2.1. La densité

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

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

Avec :

$d_{20}$  : Densité à 20°C ;

$M_0$  : Masse du pycnomètre vide (g) ;

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

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

#### Mode opératoire

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

l'écran du densimètre. La photo du densimètre électronique utilisé est représentée sur la figure 12.



Figure 12 : Densimètre électronique.

### I.6.2.2. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est le rapport entre les sinus de l'angle d'incidence de longueur d'onde déterminée [75]. L'indice de réfraction d'un milieu déterminé pour une radiation monochromatique est égal au rapport suivant :

$$\eta = \frac{\sin i}{\sin r} \quad (4)$$

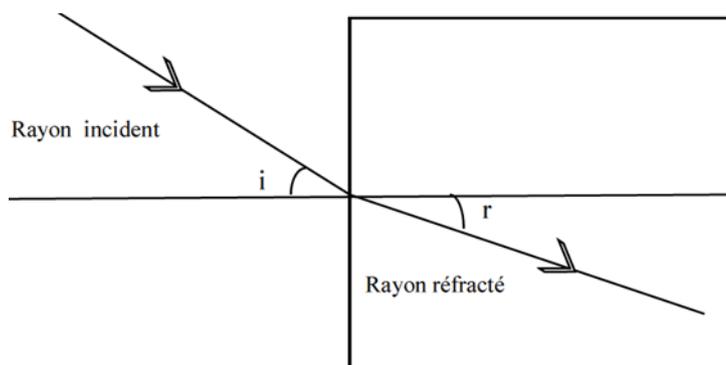


Figure 13 : Diffraction d'un faisceau monochromatique.

### I.6.3. Analyses chimiques

#### I.6.3.1. pH (potentiel hydrogène)

Le pH mesure l'activité chimique des ions  $H^+$  en solution, plus couramment, le pH mesure l'acidité ou la basicité d'une solution, ce paramètre est très important pour déterminer la qualité de notre huile [71].

$$pH = -\log[H_3O^+] \quad (5)$$

#### I.6.3.2. Indice d'acide ( $I_A$ ) :

C'est le nombre de milligrammes de potasse (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres dans un gramme de corps gras. L'indice d'acide permet donc de juger de leur état de détérioration [71].



Cet indice est calculé selon l'équation 5 :

$$I_A = \frac{V \times \frac{M}{m}}{100} \quad \text{mg KOH/ 1g d'huile} \quad (6)$$

Avec :

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

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

m : Masse d'huile essentielle (g).

### I.6.3.3. Pourcentage d'Acidité :

C'est le pourcentage d'acide gras libre exprimé conventionnellement selon la nature du corps gras, calculé selon l'équation (7) :

$$A(\%) = \frac{V_{\text{KOH}} \times N_{\text{KOH}} \times 280}{m_{\text{éch}} \times 10} \quad (7)$$

Avec :

$V_{\text{KOH}}$  : Volume de KOH (mL) ;

$N_{\text{KOH}}$  : Normalité de KOH (N) ;

280 : Masse molaire de l'acide oléique (g/mol) ;

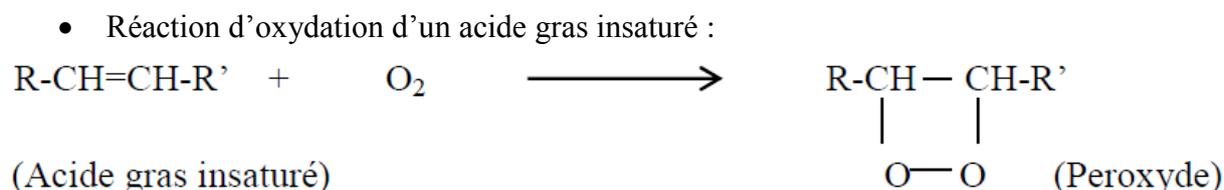
$m_{\text{éch}}$  : Masse de la prise d'essai d'huile (g) ;

### a) Mode opératoire

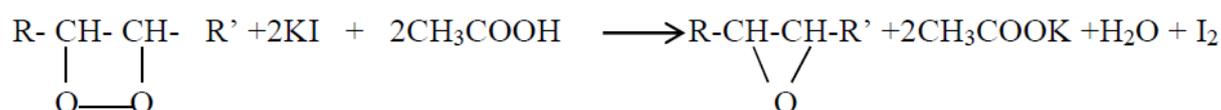
Nous mettons en solution 2g d'huiles dans un mélange de solvant contient 20ml d'éthanol puis nous titrons les acides gras présents à l'aide d'une solution d'hydroxyde de Potassium (0,1N) en présence de la phénolphtaléine comme indicateur coloré.

### I.6.3.4. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est la masse en microgrammes d'oxygène actif pour un gramme de matière grasse [72]. Il permet d'apprécier le degré d'oxydation d'une huile. Il permet de suivre l'état de conservation d'une huile ou état d'avancement de l'oxydation [73]. En présence de l'oxygène de l'air, les acides gras insaturés s'oxydent en donnant les peroxydes selon la réaction suivante :



- Réaction d'oxydation d'un iodure :



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



L'indice de peroxyde (IP), exprimée en (meq O<sub>2</sub>/kg d'huile), selon la relation (8) :

$$I_p = \frac{V \cdot N \cdot 1000}{m} \tag{8}$$

Avec :

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

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

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

### a) Mode opératoire

Nous avons mélangé dans un erlenmeyer 3g d'huile essentielle avec 10 mL de chloroforme et 15mL d'acide acétique pure. Ensuite nous avons rajouté 1mL de solution d'iodure de potassium, bouché et agité pendant une minute et laissé reposer pendant cinq minutes à l'abri de la lumière puis nous avons rajouté 75 mL d'eau distillée. Nous avons titré tout en agitant vigoureusement en présence d'empois d'amidon comme indicateur, l'iode libéré, avec la solution de thiosulfate de sodium 0.01 N (jusqu'un disparition de la couleur). Nous avons effectué le même procédé mais cette fois sans le corps gras (essai à blanc).

### I.6.3.5. Indice de saponification

L'indice de saponification est la masse en milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et saponifier les triglycérides existants dans 1g de substance [74].

Cet indice est calculé par la relation(9) :

$$I_s = \frac{(V_0 - V_1) \cdot (M \cdot N)}{m} \tag{9}$$

Avec :

V<sub>0</sub> : Volume de HCl utilisé pour l'essai à blanc (mL) ;

V<sub>1</sub> : Volume de HCl utilisé pour l'échantillon d'huile (mL) ;

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

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

**a) Mode opératoire**

Nous avons ajouté 25 mL de solution éthanoïques de KOH à 2 g d'huile essentielle. L'ensemble est chauffé à reflux 1 heure. Nous avons titré avec HCl (0,5) en présence de phénophtaléine jusqu'à disparition de la couleur rose. Nous avons effectué le même procédé mais cette fois sans le corps gras (essai à blanc).

**I.6.3.6. Indice d'iode**

L'indice d'iode d'un lipide est la masse de d'iode ( $I_2$ ), exprimée en grammes, capable de se fixer sur les insaturations (doubles liaisons le plus souvent) des acides gras contenus dans cent grammes de matière grasse.

Cet indice est calculé par la relation (10) :

$$I_I = 12,69 \times N \times \frac{(V_b - V_E)}{m_{éch}} \quad (10)$$

Avec :

N : normalité de thiosulfate de sodium ;

$V_1$ : Volume de thiosulfate utilisé pour l'essai à blanc (mL) ;

$V_2$ : Volume de thiosulfate utilisé pour l'échantillon d'huile (mL) ;

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

**a) Mode opératoire**

Nous avons introduit dans un erlenmeyer 0,2 g d'huile essentielle avec 25 mL de réactif de wijs. Après avoir couvert l'erlenmeyer, agité énergétiquement ce mélange, nous l'avons laissé reposer pendant 1 heure à l'obscurité en secouant de temps en temps. Nous avons ensuite ajouté 20 mL d'iodure de potassium de concentration 150 g/L en présence d'empois d'amidon 0,5% (3 à 5 gouttes) et agité pendant 5 minutes. Nous avons ensuite dosé l'iode formé par le thiosulfate de sodium (0,1N). Nous avons réalisé dans les mêmes conditions un témoin en utilisant les mêmes réactifs mais sans corps gras.

**I.7. Les analyses biochimiques****I.7.1. Les antioxydants**

Un antioxydant est un agent qui empêche ou ralentit l'oxydation en neutralisant des radicaux libres.

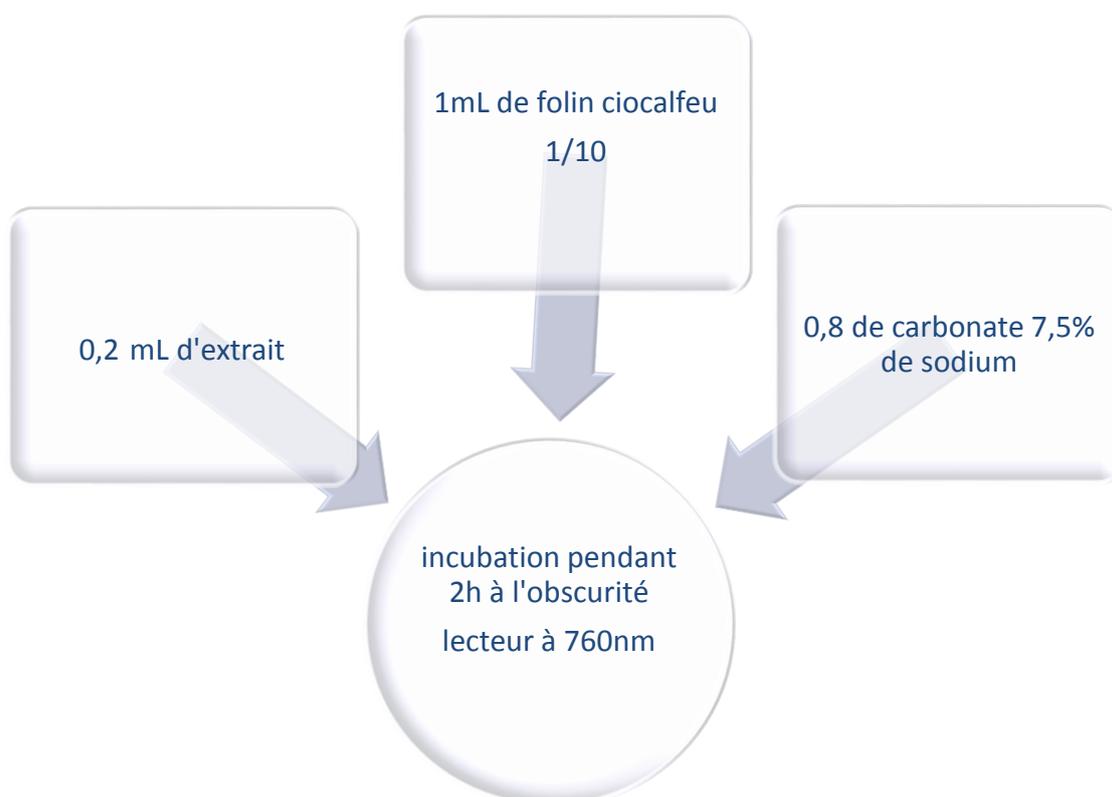
**I.7.1.1 Extraction**

Nous avons mélangé dans un bécher de 250mL, 10g d'huile essentielle que nous avons dissout dans 50 mL du méthanol a 80%. Agité pendant 1 heure à température ambiante. Ensuite nous avons filtre le mélange. Nous avons titré le résidu avec 50ml de méthanol à 80 % pendant

30 min à température ambiante nous avons filtré, récupéré le résidu et refait la manipulation. Nous avons regroupé les trois filtrats.

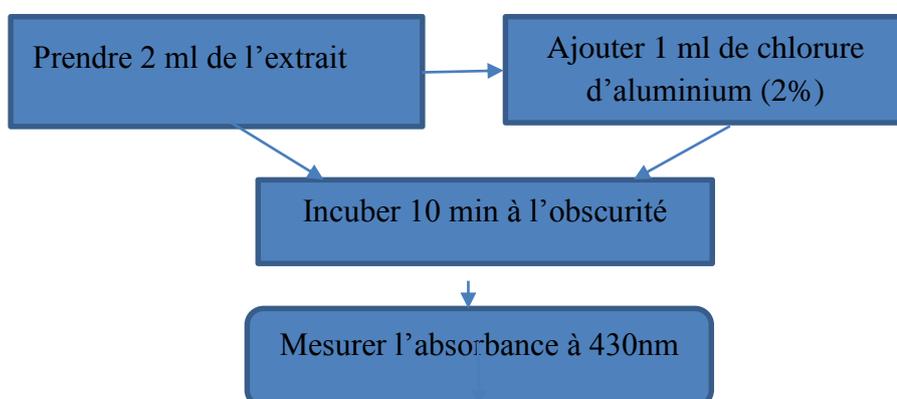
#### I.7.1.1.1. Dosage des polyphénols

Le protocole expérimental utilisé pour le dosage des polyphénols est représenté sur la figure 14.



**Figure 14** : Protocole de dosage des polyphénols [75]

#### I.7.1.1.2. Dosage de Flavonoïde



**Figure 15** : Protocole de dosage des flavonoïdes [76].

## I.7.2. La vitamine E

### a) Extraction

Dans bécher mise 5g d'huile essentielle que nous avons dissout dans 100mLd'une solution méthanolique d'acide ascorbique obtenu :

- 0,5g d'acide ascorbique
- 4mLd'eau distillée
- 20mL éthanol
- Ajuter a 100mL avec méthanol
- On met au bain marie 15 à 20min ;
- On remet au bain marie 40min ;
- On transvaser ensuite le contenu du ballon dans une ampoule à décanter en lavant le ballon avec 50ml d'eau distillée ;
- On ajoute 100ml d'éther éthylique et on agite le mélange ;
- On laisse décanter et on filtre sur  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ;
- On extrait à nouveau avec 120mL d'éther éthylique ;

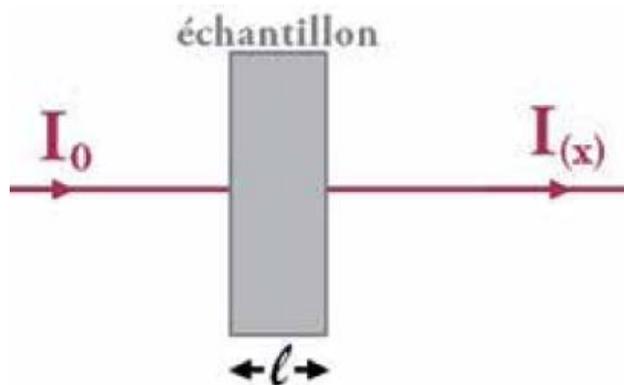
### b) Dosage

A partir d'une solution concentrée de la vitamine E nous avons préparé dans l'hexane des solutions ayout des concentrations bien déterminées à 2mL de chaque solution fille, nous ajoutons 1mL de réactif phénantroline a 0,01% et 0,5mL de  $\text{FeCl}_3$  dans l'éthanol après 3min, nous avons mesuré l'absorbance a 510nm[77].

## I.8. Méthodes spectroscopique

### I.8.1. Spectrophotométrie UV-visible

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



**Figure 16 :** Schéma illustrant un faisceau monochromatique.

L'absorbance de la solution,  $A$ , est donnée dans l'équation (11) :

$$A = \log_{10} \left( \frac{I_0}{I} \right) \quad (11)$$

On parle aussi de transmittance,  $T$ , définie par la relation (12):

$$T = \frac{I}{I_0} \quad (12)$$

#### **I.6.1.1. Absorbance spécifique au rayonnement UV :**

La détermination des coefficients d'absorption spécifique (extinction spécifique) dans le domaine de l'ultraviolet est nécessaire pour l'estimation de la phase d'oxydation de l'huile. L'absorption à des longueurs d'onde spécifiées à 232 nm et 270 nm, est liée à la formation de diènes conjugués et triènes dans le système de l'huile, du fait des procédés d'oxydation ou de raffinage. Les composés de l'oxydation des diènes conjugués contribuent à  $K_{232}$  alors que les composés d'oxydation secondaire (aldéhydes, cétones,...) contribuent à  $K_{270}$  [78].

L'équation 21, représente l'extinction:

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

Avec :

$K_\lambda$  : Extinction spécifique à une longueur d'onde déterminée;

$E_\lambda$ : Densité optique à la longueur d'onde ;

$S$ : Épaisseur de la cuve (cm) ;

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

$m$  : Masse de l'échantillon on pèse a d'essai(g) ;

**a) Mode opératoire**

Nous avons mis dans une fiole de 25mL, 0,25g d'huile et complété par de l'hexane jusqu'au trait de jauge. Les absorbances de la solution utilisée ont été mesurées à l'aide d'un spectrophotomètre à des longueurs d'onde de 232 et 270 nm.

**I.8.2. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier**

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse prisee, et couramment utilisée par les chimistes, elle permet de déterminer les groupements fonctionnels. Dans cette méthode, une molécule est composée d'atomes reliés entre eux par des liaisons covalentes qui sont comparées à un ressort, lorsqu'un faisceau de lumière atteint une molécule, celle-ci absorbe cette radiation, ce qui cause la variation de cet assemblage, entraînant ainsi la modification des distances interatomiques et des angles normaux des liaisons. Le but de cette méthode est l'identification d'un produit inconnu, le suivi d'une purification ou de l'évolution d'une réaction ... [69].

**I.8.2.1. Principe de l'ATR**

Dans la méthode ATR, le faisceau infrarouge est dirigé vers un cristal transparent en IR et avec un indice de réfraction élevé (diamant, Ge, ...). Le faisceau IR est réfléchi à l'interface échantillon-cristal puis dirigé vers le détecteur. Afin que le détecteur reçoive un signal, il faut que l'échantillon soit en contact intime avec le cristal. A chaque réflexion, le faisceau pénètre de quelques micromètres dans l'échantillon, ce qui provoque des absorptions partielles : c'est la réflexion totale atténuée. Les ondes évanescentes se désintègrent rapidement lorsqu'elles se déplacent à travers l'échantillon. Cette technique présente beaucoup d'avantages ; préparation minimale de l'échantillon, nettoyage simple et rapide de l'accessoire, large gamme d'échantillons mesurables (sans préparation préalable) ... [79].

**a) Mode opératoire**

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

**I.9. Analyses effectuées sur les graines de cresson****I.9.1. pH (potentiel hydrogène)****a) Mode opératoire**

Nous avons introduit dans un ballon à fond plat, 02 g de matière végétale fraîche (graines de cresson) et 100mL d'eau distillée. L'ensemble est soumis à un chauffage à reflux

pendant 30 minutes. Après refroidissement, nous avons mesuré le pH à l'aide d'un pH mètre de type HANNA instruments.

### I.9.2. Taux d'humidité (%)

#### a) Mode opératoire

Nous avons séché dans une étuve à 110°C, pendant 2 heures, 5 grammes de matière végétale broyer. L'ensemble est ensuite placé dans un dessiccateur jusqu'au le séchage de matière végétale broyer puis pesé la matière ainsi obtenue.

Le taux d'humidité est calculé par les relations (14) et (13) :

$$\text{- Taux en matière sèche (\%)} = \frac{\text{masse de la matière végétale sèche}}{\text{masse de la matière fraic}} \times 100 \quad (13)$$

$$\text{- Taux d'humidité (\%)} = 100 - [\text{le \% en matière sèche}]. \quad (14)$$

# **Chapitre II**

## **Résultats et discussions**

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

## II.1. Techniques d'extraction

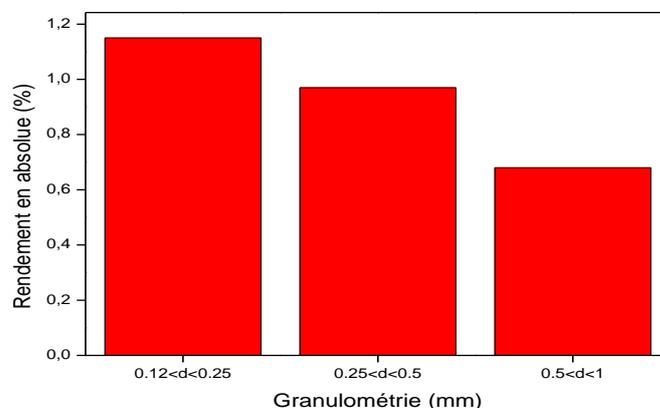
### II.1.1.Extraction par Soxhlet

L'objectif de cette partie est d'étudier l'effet de la granulométrie de la matière végétale( Graines de cresson) de sa masse de la nature du solvant d'extraction( éthanol, acétone ou hexanes), du temps et de la température d'extraction sur le rendement en huile essentielle ou absolue).

#### II.1.1.1.Effet de la granulométrie

Nous avons étudié dans cette partie, l'influence de la granulométrie de la matière végétale sur le rendement en huile essentielle. Le temps extrait a été fixé à 1 heure, une température de 100°C, le solvant d'extraction est l'éthanol( $C_2H_5OH$ ) et nous avons utilisé 15g de matière végétale à différentes granulométries, 1mm, 0,5mm, 0,25mm, 0,12mm. Les résultats obtenus sont rassemblés dans la figure 17.

Il apparait sur cette figure que le rendement en huile essentielle augmente quand la granulométrie diminue. En effet le rendement maximale (1,15) est pour atteinte pour la granulométrie la plus fine (0,12mm). Ceci est dû à la facilité de la dissolution et de l'éclatement des gouttelettes d'huile essentielle dans la fraction fine.



**Figure 17** : Effet de la granulométrie sur le rendement en huile essentielles

### III.1.1.2. Effet du temps et du milieu d'extraction

Le rendement en huile essentielle est déterminée par rapport à une masse de graine de cresson de 15g à une température de 100°C en faisant varier le temps d'extraction avec différents solvants d'extraction

(éthanol, acétone et hexane). Nos résultats sont consignés dans le tableau 4.

**Tableau 4 :** Effet du temps et de la nature du solvant d'extraction sur le rendement en absolue.

Solvant d'extraction	Temps d'extraction (min)	Rendement en absolue (%)
Ethanol	60	1,1500
	120	1,3300
	180	1,4500
	240	4,700
	300	4,7200
Acétone	60	1,1400
	120	1,2100
	180	1,3000
	240	1,3240
Hexane	60	0,4679
	120	0,5339
	180	0,6226
	240	0,6349

Nous donnons dans le tableau 5, quelques caractéristiques des solvants utilisés.

**Tableau 5 :** Quelques caractéristiques des solvants utilisés.

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

Il ressort des résultats du tableau 4, que :

- Le rendement de l'huile essentielle augmente significativement dans l'intervalle 60 à 240, puis se stabilise ;
- L'éthanol est le solvant qui a donné le meilleur rendement en huile essentielle par rapport aux autres solvants, cette différence est due à la polarité, à la solubilité de l'éthanol qui est plus élevée que celles des autres solvants.

Pour la suite de notre étude, nous avons donc fixé, le temps d'extraction à 300 minutes et utilisé l'éthanol comme le solvant d'extraction.

### II.1.1.3. Effet de la masse

Nous nous sommes intéressés dans cette partie à l'influence de la masse de la matière végétale, sur le rendement de l'absolue, récupérée. Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau 6.

**Tableau 6 :** Influence de la masse de la matière végétale, sur le rendement de l'absolue récupérée.

Masse de matière végétale (g)	Rendement huile essentielle (%)
15	4,72
30	5,01
45	5,35

Il apparait sur le tableau 6 que :

Le rendement en absolue (huile essentielle), croit avec l'augmentation de la masse de la matière végétale, cela est dû à l'accroissement du nombre de poches sécrétrices d'huile essentielle avec l'augmentation de la masse de la matière végétale.

### II.1.1.4. Effet de la température

Nous avons suivi l'effet de la température sur le rendement de l'absolue, récupérées. Le temps d'extraction a été fixé à 300 minutes, nous avons utilisé 45g de la matière végétale. Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 7.

**Tableau 7 :** Effet de la température, sur le rendement de l'absolue récupérées.

Température (°C)	Rendement en absolue (%)
100	5,35
150	5,89
200	5,92

Il apparait sur le tableau 7 que :

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

### II.1.2. Extraction par macération

Dans cette étude expérimentale, nous avons réalisé des macérations à froid avec trois solvants (l'éthanol (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH), l'acétone (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O) peu polaire et l'hexane (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>)) apolaire. Pour cela nous avons mélangé 15 g de matière végétale avec 200 ml de solvant.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 8.

**Tableau 8:** Résultats de l'extraction par macération.

Solvant	Rendement en absolue (%)
Ethanol	0,31
Acétone	0,28
Hexane	0,32

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

Ces résultats montrent que l'extraction par macération a donné de faibles rendements en huiles essentielles.

## II.2. Caractérisation

### II.2.1. Paramètres organoleptiques

#### II.2.1.1. La couleur

L'observation des huiles obtenues par les deux procédés d'extraction, a montré que leur couleur diffère d'une technique à l'autre, mais ces résultats sont compris dans la gamme de couleur des huiles essentielles des graines de cresson (jaune pâle au jaune rougeâtre)

**Tableau 9 :** Influence de procédé d'extraction sur la couleur de l'huile.

Technique	Norme	Macération	Soxhlet
Couleur	Jaune pâle au jaune rougeâtre	Jaune vif	Jaune orangée

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

donc notre huile est riche en pigments, lesquels jouent un rôle très important dans la nutrition et la santé, car ils présentent des propriétés anti-oxydantes... [80].

### II.1.2.2. Aspect

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

## II.2.2. Paramètres physico-chimiques

Dans cette étude on s'intéresse à l'extrait obtenu par soxhlet.

### II.2.2.1. Physiques

#### II.2.2.1.1. Densité

La valeur de la densité de l'huile essentielle extraite est donnée dans le tableau 10.

**Tableau 10** : Densité de l'extrait obtenu par soxhlet.

Densité	valeur	Norme
	0,910	0,82-0,99

La densité est une caractéristique physique d'une grande importance lors de l'évaluation de la qualité d'une huile. D'après notre résultat, nous remarquons que la valeur de ce paramètre est conforme à la norme AFNOR (NFT 75, 111,2000). Une grande valeur de la densité, indique la présence de fonctions secondaires dans le corps gras, dans notre cas la valeur obtenu est dans la norme, mais avec de grande valeur (limite maximale) ce qui confirme que notre huile possède des fonctions secondaires (alcool, cétone).

#### II.2.2.1.2. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est une caractéristique de pureté et de qualité des huiles essentielles. Le résultat obtenu dans notre étude est 1,4728, il est proche à la norme AFNOR NFT 75-112-2000 [1,45-1,47]. L'indice de réfraction dépend de la composition chimique des huiles essentielles, qui augmente en fonction des longueurs des chaînes d'acides gras, et aussi de leur degré d'insaturations et de la température. Il varie essentiellement avec la teneur en mono-terpènes, et en dérivés oxygénés. Une forte teneur en mono-terpènes donnera un indice de réfraction élevé, dans notre cas l'indices de réfraction de notre huile est proches de la norme AFNOR NFT75-112-2000, ce qui confirme que notre huile se réfracte faiblement par la lumière monochromatique, ce qui favorise son utilisation en cosmétologie.

### II.2.2.1. 3. Indice de couleur

L'indice de couleur d'une huile se détermine par la mesure de l'absorbance à différentes longueurs d'ondes. Nous donnons dans le tableau 11, l'absorbance en fonction de la longueur d'onde, cet indice est calculé selon l'équation suivante :

$$I_c = 1,29A_{460} + 69,7A_{550} + 41,2A_{620} + 56,4A_{670} \quad (11)$$

**Tableau 11** : valeurs des absorbances à différentes longueurs d'ondes

Longueur d'onde (nm)	Absorbance
460	0,456
550	0,268
620	0,300
670	0,266

L'indice de couleur calculé ( $I_c$ ) est égal à 46,63024, ce qui correspond à une couleur jaune orangée. Selon les normes internes du complexe agro-alimentaire Cevital [norme ISO], cette couleur correspond à des valeurs qui varient entre 30 et 70.

### II.2.2.2. Analyses chimiques

#### II.2.2.2.1. pH (potentiel hydrogène)

Le résultat, obtenu est représenté dans le tableau 12.

**Tableau 12** : pH de l'extrait obtenu.

pH	Valeur	Norme
	4,89	3,8 à 5

Le tableau 12, montre que le pH de notre huile est acide, et répond aux normes données par la pharmacopée européenne [81].

#### II.2.2.2.2. Indice d'acide

Il est calculé en utilisant, l'équation (6). Le volume de la solution de KOH versé est 0,25 ml et la masse de l'huile est de 2 g. La valeur de l'indice d'acide ( $I_A$ ) obtenue dans le cas de notre huile essentielle est de 0,7 mg KOH / 2g d'huile, elle est dans le domaine de la norme fixé par la « ANSM » (France)  $\leq 2$  pour les huiles essentielles à usage médical.

#### II.2.2.2.3. Acidité (%)

La normalité de KOH, la masse de l'acide gras, le volume de KOH versé et la masse de l'huile, sont respectivement égales à 0,1N, 282 g/mol, 0,25ml et 2g. Le pourcentage d'acidité

a été déterminé avec l'équation(7). L'acidité de notre huile essentielle A (%) est de 0,35 elle est dans le domaine de la norme fixée par la « ANSM » (France) < 1% pour les huiles essentielles destinées à l'utilisation médicale.

#### II.2.2.2.4. Indice de peroxyde

L'oxydation d'une l'huile commence après la cueillette et continue pendant le stockage et la conservation. Les premiers produits formés par l'attaque de l'oxygène, activé sur les doubles liaisons des chaînes d'acides gras, sont des composés peroxydes instables, et des hydro-péroxydes dont la structure va dépendre de la nature des acides gras attaqués (acide mono, di, tri ou polyinsaturés). L'indice de peroxyde est l'un des paramètres importants qui peuvent nous renseigner sur la qualité d'une huile essentielle, nous avons appliqué pour la détermination de ce paramètre l'équation (8).

Avec :

$$V_{\text{Tétré}} = 2,65$$

$$m_{\text{éch}} = 3,0341$$

$$N_{\text{HCL}} = 0,01$$

L'indice de peroxyde  $I_p$  de notre huile est de 8,73 méq  $O_2/kg$ , il est inférieur à la norme donnée [10-15 meq  $O_2/kg$  d'huile] [82]. Ceci est probablement dû à la durée de conservation. En effet, le corps gras extrait peut être oxydé au cours de l'extraction et/ou lors de la distillation par solvant. Totalement protégés de l'action de l'air, ou au contraire, les peroxydes qu'il contient peuvent être détruits si la matière grasse est portée au cours des manipulations à plus de 150 °C.

#### II.2.2.2.5. Indice de saponification

C'est un indice très important qui nous renseigne sur la longueur de la chaîne d'un corps gras, nous avons appliqué pour le calcul de ce paramètre, l'équation (9).

$$V_0 = 22,9 \text{ mL}; \quad V_1 = 15,75 \text{ mL};$$

$$N_{\text{HCl}} = 0,5 \text{ N}; \quad M_{\text{KOH}} = 56,1 \text{ g/mol}$$

$$m = 1,022 \text{ g.}$$

La valeur de l'indice de saponification  $I_s$  de notre huile est de 196,20 mg KOH/g huile. Il est proche de celui de l'huile de coton (189-198), de l'huile de palme (190- 209) et de l'oléine de palme (194-202) [83]. La valeur obtenue dans cette étude indique que notre huile nécessite plus d'hydroxyde de potassium pour être transformée en savon et aussi qu'elle contient des acides gras à longueur chaîne hydrocarbonées.

### II.2.2.2.6. Indice d'iode

L'indice d'iode est un paramètre chimique qui permet d'évaluer le degré d'insaturation de l'huile. Il est calculé en appliquant, l'équation (10).

Avec :

$$m = 0,1042 \text{ g}$$

$$V_0 = 15,65 \text{ mL}$$

$$V_1 = 7,65 \text{ mL}$$

La valeur de l'indice d'iode de notre huile est de 97,42(g/100 g d'huile), valeur comparable à celle de l'huile de colza (97-107) (g/100 g d'huile) respectivement. La valeur trouvée est plus élevée comparée à celle de l'huile d'olive qui varie entre 75 et 94 g /100 g d'huile) ; cela indique que notre huile est beaucoup plus insaturée que l'huile d'olive.

### II.2.2.2.7. Indice d'ester

L'indice d'ester est l'un des paramètres chimiques qui permettent d'évaluer la qualité d'une huile essentielle, il est calculé en appliquant, l'équation :  $I_E = I_S - I_A$

Avec :

$$I_S = 196,20$$

$$I_A = 0,7$$

La valeur de l'indice d'ester de notre huile est de 195,5 mg KOH/1g d'huile. Ce qui veut dire que qu'elle contient une quantité appréciable d'acides gras libres. Par conséquent, des précautions de pré-raffinage et de conditionnement doivent être prises afin de limiter une dénaturation ultérieure qui conduirait à une décoloration de l'huile [84].

## II.2.3. Teneur en antioxydants

### II.2.3.1. Les polyphénols

C'est la présence d'au moins deux groupes phénoliques associés en structures plus ou moins complexes. Les résultats obtenus pour le dosage des polyphénols sont exprimés en (mg/100g d'extrait) en utilisant l'équation de la régression linéaire de la courbe d'étalonnage  $y = 8,1889x + 0,0441$ .

Avec :

- $\lambda = 760 \text{ nm}$
- $T = 0,08$
- $Abs = 0,212$
- $m = 1,0183 \text{ g}$
- $V = 12 \text{ mL}$

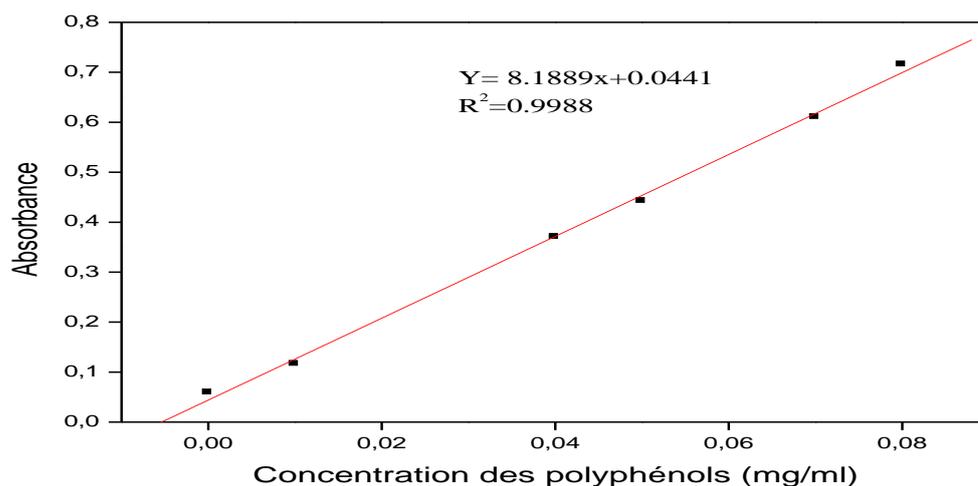
D'après la courbe on aura :

$$X = \frac{Abs - 0,0441}{8,1889}$$

$$X = 0,0205$$

$$C = \frac{X \cdot V_{\text{récupéré}} \cdot 100}{m_{\text{échantillon}}}$$

$$C = 8,7628 \text{ mg/100g d'extrait.}$$



**Figure 18** : courbe d'étalonnage des polyphénols [75].

Nous avons obtenu une valeur de 8,7628 de polyphénols/ 100 mg d'extrait. On constate que notre huile est riche en polyphénols.

### II.2. 3.2. Les flavonoïdes

Sont des pigments végétaux de la famille des polyphénols qui sont responsables de la coloration des fleurs et des fruits. Les résultats obtenus pour le dosage des flavonoïdes sont exprimés en (mg/100g d'extrait) en utilisant l'équation de la régression linéaire de la courbe d'étalonnage tracée par l'équation

$$y = 36,404X - 0,0455.$$

Avec :

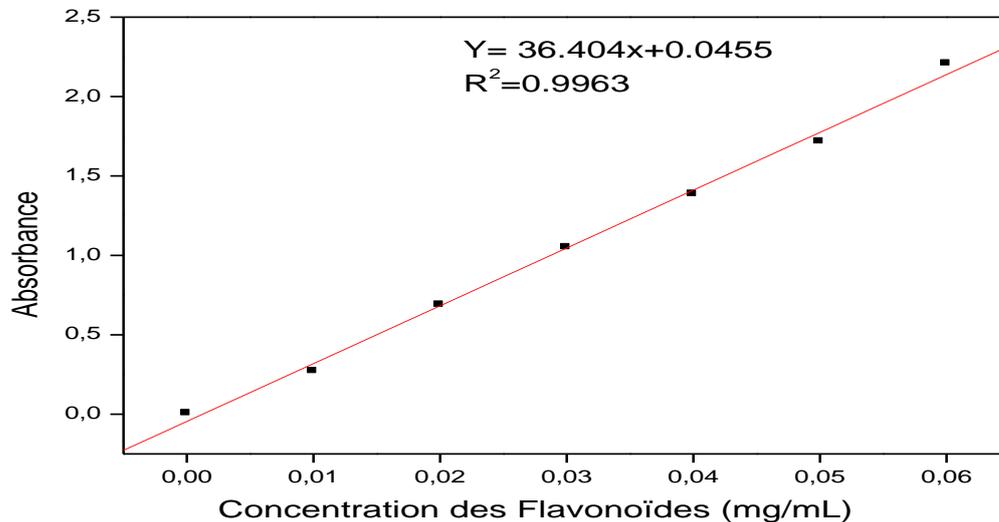
- $\lambda = 430 \text{ nm}$
- $T = 0,013$
- $Abs = 0,324$
- $m = 1,0183$
- $V = 12 \text{ mL}$

D'après la courbe on aura :

$$X = \frac{Abs + 0,0455}{36,404}$$

$$X = 0,0101$$

$$C = \frac{X \cdot V_{\text{récupéré}} \cdot 100}{m \text{ échantillon}}$$



**Figure 19 :** Courbe d'étalonnage des flavonoïdes [76]

Nous avons obtenu une valeur de 11,90 mg de flavonoïdes /100g d'extrait. On que notre huile est riche en flavonoïdes.

#### II.2.4. La vitamine E

Les résultats obtenus pour le dosage de la vitamine E est exprimés en (mg/100g d'extrait) en utilisant l'équation de la régression linéaire de la courbe d'étalonnage tracée par l'équation  $y = 0,0019x + 0,2761$

Avec :

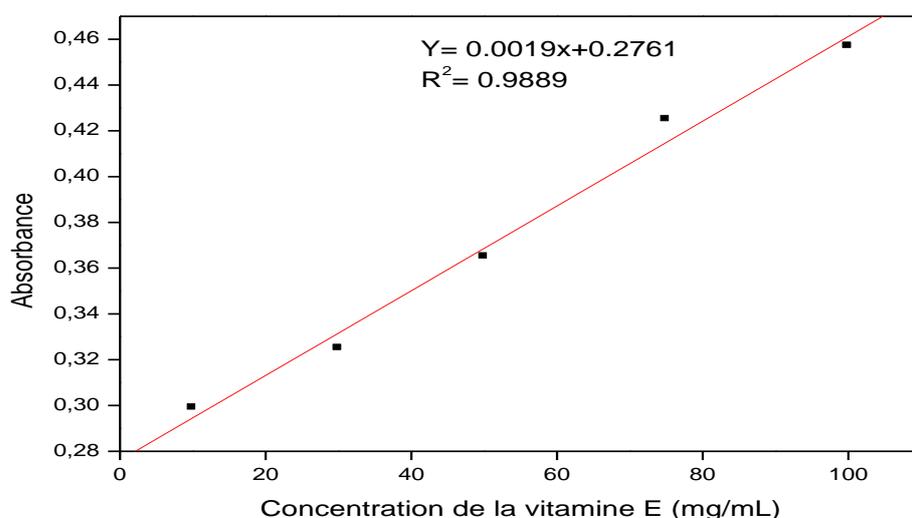
- $T = 0,196$
- $\lambda = 510 \text{ nm}$
- $Abs = 0,354$
- $m = 1,0130\text{g}$

D'après la courbe on aura :

$$X = \frac{Abs - 0,2761}{0,0019}$$

$$X = 41$$

$$C = \frac{X}{m \text{ échantillon}}$$



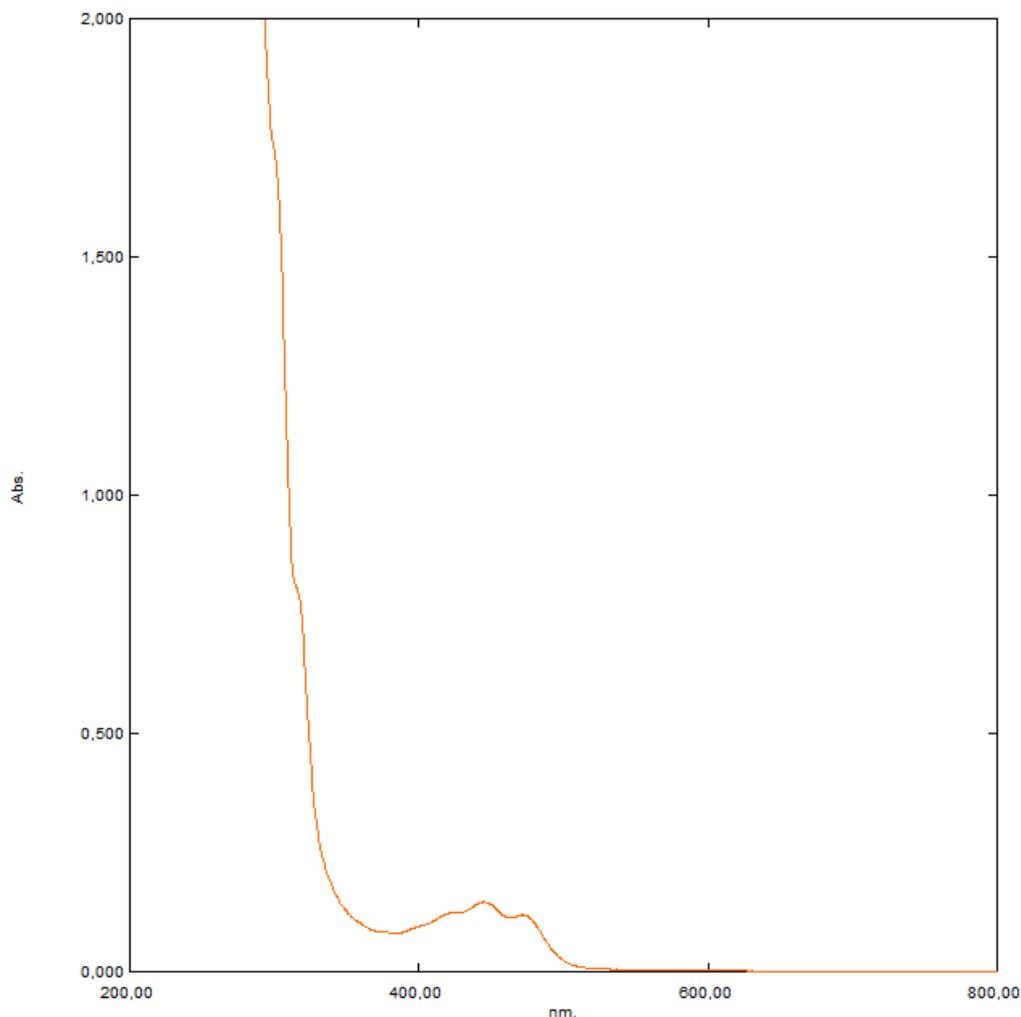
**Figure 20** : Courbe d'étalonnage de la vitamine E [77].

Nous avons obtenu une valeur de 40,4738 mg de vitamine E/100g d'extrait. On remarque que notre huile est riche en vitamine E

### II. 3. La spectroscopie UV- Visible

Cette étude a été effectuée dans le but de déterminer les groupements polaires et apolaires de notre huile, pour cela nous avons utilisé la spectrophotométrie UV-Visible avec un balayage de 200 à 800nm. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure 21

Selon la norme AFNOR [83], le domaine d'absorption situé entre 290 et 300nm est caractéristique des composés benzéniques, alors que celui compris entre 400 et 498nm est lié à la présence des caroténoïdes et dérivés. Nous remarquons que dans la zone de 200 à 350nm, il ya une bande caractéristique l'une à 290 nm avec une absorption maximale, qui est due à la présence de composés benzéniques. Il ressort aussi du spectre la présence d'une bande vers 400nm, ce qui traduit la présence des caroténoïdes dans notre huile.



**Figure 21** : Spectre UV-Visible de notre huile.

### II.3.1. Absorbance spécifique au rayonnement UV

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

$$k\lambda = \frac{E\lambda}{m}$$

$E\lambda = 2,56$  pour  $\lambda = 232\text{nm}$  et  $1,628$  pour  $\lambda = 270\text{ nm}$

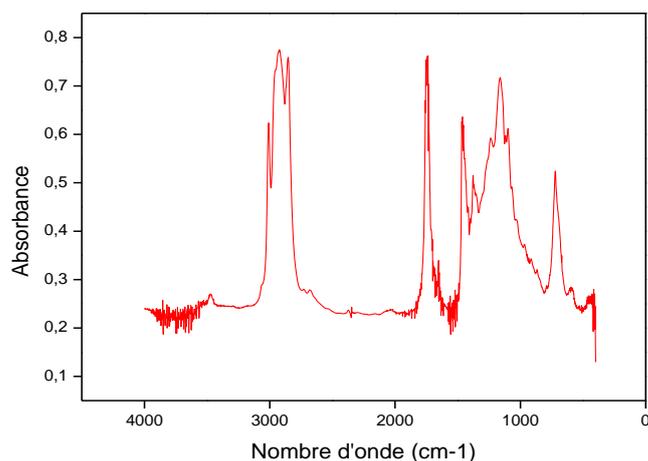
$m = 1,387$

Les valeurs de  $K_{232}$  et  $K_{270}$ , sont respectivement égales à 1,84 et 1,17 et  $K_{232/270}$  est égal à 1,57. Les réactions d'isomérisation aboutissent à la formation de diènes et de triènes conjugués qui absorbent la lumière dans le domaine UV entre 232 et 270 nm. En effet, les diènes conjugués et les produits primaires d'oxydation des acides gras se forment par réarrangement des doubles liaisons du radical alkyle des acides gras polyinsaturés, qui lorsqu'ils ont une structure diénique conjuguée tel que l'hydro-péroxyde, absorbent la lumière

au voisinage de 232 nm. Les triènes conjugués (dans le cas de la présence d'acides gras à trois double liaison) et les produits secondaires d'oxydation tels que les aldéhydes et cétones-insaturés, absorbent la lumière vers 270 nm. La détermination des absorbances au voisinage de 232 nm et au voisinage de 270 nm permet de détecter et d'évaluer les quantités de produits d'oxydation : plus l'extinction à  $\lambda = 232 \text{ nm}$  est forte, plus elle est peroxydée. De même plus l'extinction à  $\lambda = 270 \text{ nm}$  est forte, plus elle est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit une faible aptitude à la conservation, rapport  $R = \frac{K_{232}}{K_{270}}$  ce rapport indique que notre huile est de qualité. « Le rapport  $K_{232/270}$  doit être inférieur à 2 » [84].

#### II.4. La spectroscopie Infrarouge

Nous avons utilisé pour notre analyse infrarouge un spectrophotomètre ATR, les résultats sont rassemblés dans la figure 22 et le tableau 13.



**Figure 22** : Spectre infrarouge de notre huile.

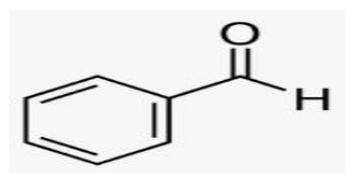
**Tableau 13** : Position et identification des bandes observées sur l'huile essentielle extraite par Soxhlet.

Position des bandes (cm <sup>-1</sup> )	Espèces identifiées	Intensité
960-855	Liaison C-H et O-H acide lie	faible
1275-1225	Liaison C-O alcool, éther, et acide C=C aromatique	Intense
1480-1410	Liaison C-H alcane	faible
1750-1710	Liaison C=O fonction carbonyle	Intense
2960-2540	Liaison O-H alcool	faible

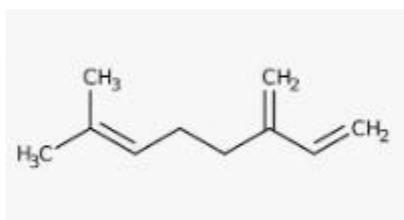
3090-2855	Liaison C-H alcane et O-H acide lié	Intense
-----------	--	---------

Il ressort des résultats de l'analyse du spectre Infrarouge la présence de bandes internes :

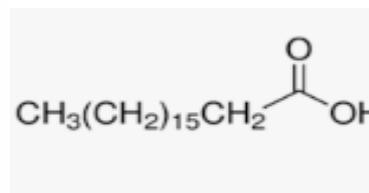
3090 à 2855 $\text{cm}^{-1}$ , qui correspond à la fonction acide lié, entre 1275 et 1225 $\text{cm}^{-1}$ , qui correspond à un cycle aromatique et fonction carbonyle et une bande intense entre la liaison C-H alcane et O-H, qui correspond à l'alcane. Dans notre cas nous pouvons proposer des composés qui correspondent à ces bandes :



Benzaldéhyde



Myrcène



Acide stéarique

## II.5. Analyses effectuées sur les graines

### II.5.1. pH

Le pH a été déterminé par la méthode citée au paragraphe I.9. le pH initial de l'eau et final sont respectivement de 7,18 et 4,60.

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

Le pH est un facteur clé, influençant l'assimilation des éléments par les graines et de fait, la composition chimiques, de l'huile essentielle. Il a été établi que l'efficacité de l'huile augmente avec la diminution du pH des graines [85].

### II.5.2. Taux d'humidité (%)

Pour le calcul du taux des matières sèches et d'humidité, nous avons respectivement appliqué les relations 14 et 15.

Les résultats sont regroupés dans le tableau 14

**Tableau 14** : Le taux d'humidité et en matière sèche pour les graines broyées.

	Masse des graines fraîches	Masse des graines sèches	Taux d'humidité	Taux en matière sèche
Les graines broyées	5,0321	4,6887	6,8242	93,1758

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

## **Conclusion**

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

Plusieurs résultats ont été recueillis au cours de cette étude, et qui sont résumés comme suit :

- Le rendement d'huile essentielle extraite, augmente quand la granulométrie diminue. En effet le rendement maximale (1,15), est atteinte pour la granulométrie la plus fine (0,12 mm) ;
- Les résultats de l'extraction de l'huile à partir des graines ont montré que la nature du solvant influe sur le taux d'extraction. L'éthanol (solvant polaire), extrait plus de matières grasses que l'hexane (solvant apolaire) et l'acétone (assez polaire) ;
- Le rendement en huile essentielle augmente significativement dans l'intervalle 60 à 240 min, puis se stabilise ;
- Le rendement en huile essentielle, croit avec l'augmentation de la masse de la matière végétale ;
- Le rendement en huile essentielle, croit de 100 à 150°C puis se stabilise, cela nous amène à dire que 150°C, est la température la plus adéquate pour l'extraction des huiles essentielles de graines de cresson, car au-delà, l'huile peut se dégrader ;
- L'observation des huiles obtenues par les différents procédés d'extraction, a montré que leur couleur diffère d'une technique à l'autre, mais ces résultats sont compris dans la gamme de couleur des huiles essentielles des graines de cresson (Jaune pâle à jaune rougeâtre);

Il ressort des résultats des analyses physico-chimiques et spectrales réalisées sur d'espace l'huile extraite par le procédé de soxlet que :

- Le pH de notre huile est égal à 4,89 répons à la norme qui est de 3,8 à 5 ;

- La valeur de la densité (0,910) est conforme à la norme qui est de 0,82 à 0,99 ce qui signifie que notre huile possède des fonctions secondaires (alcool, cétone,) ;
- L'indice de réfraction de notre huile essentielle, est (1,4728) ce qui confirme que notre huile se réfracte faiblement par la lumière monochromatique, ce qui favorise son utilisation en cosmétologie ;
- L'indice d'acide ( $I_A$ ) (0,7 mg KOH/ g d'huile) il répond à la norme fixée par la "ANSM" (France) < 1% pour les huiles essentielles à usage médical;
- L'indice d'ester ( $I_E$ ) (195,5 mg KOH/ g). Ce qui veut dire que notre huile contient une quantité appréciables d'acides gras libres ;
- L'indice de peroxyde ( $I_p$ ) est de (8,73 méq O<sub>2</sub>/kg). Ceci est probablement dû à la durée de conservation. En effet le corps gras extrait peut être oxydé au cours de l'extraction, totalement protégé de l'air, ou au contraire les peroxydes qu'il contient peuvent être détruits si la matière grasse est portée au cours des manipulations à plus de 150°C.
- L'indice de saponification ( $I_s$ ) de notre huile est de 196,20 mg KOH/g il est proche de celui de l'huile de coton (189-198), on peut conclure que notre huile possède des acides gras à longue chaîne hydrocarbonée.
- L'indice d'iode ( $I_2$ ) est de 97,42 méq O<sub>2</sub>/kg, permet d'évaluer le degré d'insaturation de l'huile, valeur comparable à celle de l'huile de colza (97-107) (g/100 g d'huile).
- La teneur en polyphénols est de 8,7628 mg/100g et celle en flavonoïdes (11,90 mg/100g), on peut conclure que notre échantillon est riche en antioxydants.
- La teneur en vitamine E est de 40,4738 mg/100g, on peut conclure que notre huile est riche en vitamine E.
- L'analyse par spectrophotométrie, a montré la présence des composés benzéniques et que notre huile essentielle est riche en caroténoïdes.

- L'analyse du spectre Infrarouge, a montré la présence d'une bande intense entre 3090 et 2855  $\text{cm}^{-1}$ , qui correspond à la fonction acide, et une entre 1275 et 1225 $\text{cm}^{-1}$ , qui correspond à un cycle aromatique et à la fonction carbonyle et une bande intense entre 850 et 680 $\text{cm}^{-1}$ , qui correspond à l'alcane.

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

## **Références bibliographiques**

- [1] VAN WIJK, Dimitri. *Contribution à l'amélioration de la collaboration PLM dans la chaîne de sous-traitance aéronautique*. 2011. Thèse de doctorat. Troyes.
- [2] HORI, Yasushi, NAKAJIMA, Mariko, FUJISAWA, Manami, *et al.* Simultaneous determination of propanil, carbaryl and 3, 4-dichloroaniline in human serum by HPLC with UV detector following solid phase extraction. *Yakugaku zasshi: Journal of the Pharmaceutical Society of Japan*, 2002, vol. 122, no 3, p. 247-251.
- [3] Pharmacopée européenne, recommandation relatives aux critères de qualité des huiles essentielles.' Agence Française de sécurité sanitaire des produits de santé (Afssaps), Mai 2008.
- [4] Bernard, T. ; Perineau, F. ; Bravo, P. ; Delmas, M. et Gaset, A. « Informations chimie », Oct, 1988, n° 298, 179.
- [5] Nogaret-Ehrhart A-S. *La phytothérapie : se soigner par les plantes*. Ed. Eyrolles, Paris 2008.
- [6]. SANTOYO, S., CAVERO, S., JAIME, L., *et al.* Chemical composition and antimicrobial activity of *Rosmarinus officinalis* L. essential oil obtained via supercritical fluid extraction. *Journal of food protection*, 2005, vol. 68, no 4, p. 790-795.
- [7] KIMBARIS, Athanasios C., SIATIS, Nikolaos G., DAFERERA, Dimitra J., *et al.* Comparison of distillation and ultrasound-assisted extraction methods for the isolation of sensitive aroma compounds from garlic (*Allium sativum*). *Ultrasonics sonochemistry*, 2006, vol. 13, no 1, p. 54-60.
- [8] SALLÉ, Jean-Luc et PELLETIER, Jacques. *Les huiles essentielles: synthèse d'aromathérapie et introduction à la sympathicothérapie*. Ed. Frison-Roche, 1991.
- [9] RANDA, Lakehal et AHLEM, Taleb Hacine. *Optimisation du séchage par microonde par modèles mathématiques des ombellifères*. 2020. Thèse de doctorat.
- [10] BUREAU, L. Veille réglementaire—Synthèse et commentaires. *Phytothérapie*, 2008, vol. 6, no 5, p. 312-31
- [11]. PARIS, Michel, HURABIELLE, Monique, et PARIS, René-Raymond. *Abrégé de matière médicale: Monographies (2. Partie): plantes actives sur le système nerveux, sur l'appareil digestif, plantes cardiotoniques, plantes antiparasitaires, plantes insecticides, antibiotiques et antitumoraux d'origine végétale*. Masson, 1981.
- [12] SARA, SAOULI. *TAXONOMIES ET PRINCIPES ACTIFS DES PLANTES MEDICINALES*. 2019. Thèse de doctorat. Université Mohamed BOUDIAF de M'Sila.

- [13] FRANCHOMME, Pierre, JOLLOIS, Roger, et PÉNOËL, Daniel. L'Aromathérapie exactement: encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des extraits aromatiques. *Édition Roger Jollois*, 2001.
- [14] BAKKALI, Fadil, AVERBECK, Simone, AVERBECK, Dietrich, *et al.* Biological effects of essential oils—a review. *Food and chemical toxicology*, 2008, vol. 46, no 2, p. 446-475.
- [15]. DAIRA, N., MAAZI, Mohamed Cherif, et CHEFROUR, Azzedine. Contribution à l'étude phytochimique d'une plante médicinale (*Ammoides verticillata* Desf. Briq.) de l'Est Algérien. *Bulletin de la Société Royale des Sciences de Liège*, 2016, vol. 85, no 1, p. 276-290.
- [16] PIBIRI, Marie-Cécile. Assainissement microbiologique de l'air et des systèmes de ventilation au moyen d'huiles essentielles. EPFL, 2006.
- [17] BAKKALI, Fadil, AVERBECK, Simone, AVERBECK, Dietrich, *et al.* Biological effects of essential oils—a review. *Food and chemical toxicology*, 2008, vol. 46, no 2, p. 446-475.
- [18] Georges Sens-Olive, « Les huiles essentielles - généralités et définitions », dans *Traité de phytothérapie et d'aromathérapie*, éd. Maloine, 19
- [19]. COUIC-MARINIER, Françoise et LOBSTEIN, Annelise. Les huiles essentielles gagnent du terrain à l'officine. *Actualités pharmaceutiques*, 2013, vol. 52, no 525, p. 18-21.
- [20]. CARON, François. Prise en charge des infections urinaires communautaires de l'adulte: ce qui a changé. À propos des recommandations 2008 de l'Agence française de sécurité sanitaire des produits de santé (Afssaps). *La Presse Médicale*, 2010, vol. 39, no 1, p. 42-48.
- [21] COHEN, David. Les huiles essentielles à l'officine: dangers pour la femme enceinte et le nouveau-né. Université Joseph Fourier, Grenoble, 2013.
- [22] WILSON, C. L., SOLAR, J. M., EL GHAOUTH, A., *et al.* Rapid evaluation of plant extracts and essential oils for antifungal activity against *Botrytis cinerea*. *Plant disease*, 1997, vol. 81, no 2, p. 204-210.
- [23] Wei, A.; Shibamoto T. J. *Agric. Food Chem.* 2007, 55, 1737-1742; b) Katiyar, S.K.; Mukhtar, H. *Cancer Res.* 1996, 56, 1023-1030.
- [24] a) Mbarek, L. A.; Mouse, H.A.; Elabbadi, N.; Bensalah M.; Gamouh, A.; Aboufatima, R.; Benharref, A.; chaitA.; Kamal, M.; Dalal, A.; Zyad, A. *Braz. J. Med. Biol. Res.*
- [25] Fekih N. Propriétés chimiques et biologiques des huiles essentielles de trois espèces du genre *Pinus* poussant en Algérie [thèse]. Tlemcen : Université Abou Bekr Belkaid. 2015.
- [26] Kaloustian J, Hadji-Minaglo F. La connaissance des huiles essentielles : qualité et aromathérapie. Paris. Edition Springer. 2012

- [27] Biotechnologie végétale. Les huiles essentielles [en ligne]. 2012 [consulté en Janvier 2018].
- [28]. Agence Française de Sécurité Sanitaire des produits de santé (AFSSAPS).
- [29] Sallé, J. L. « Les huiles essentielles ; Synthèse d'aromathérapie et introduction à la sympathicothérapie » Edition Frison- Roche, Paris, 1991, 21.
- [30] Teesside, P. L. ; Waterhouse, A. L. J. Agric. Food Chem. 2000, 48, 3801-3805; b) Ismaili Alaoui, M. et Ben Djilali, B. 1<sup>er</sup> Séminaire Magrebin sur les plantes aromatiques, Tlemecen le 29-31 Mai, 1990 ; c) Latloui, N. et Tantaoui-Elaraki, A. J. Essent. Oil Res. 1994, 165.
- [31] Pharmacopée Européenne, 3<sup>ème</sup> Ed. 1999, 103-130.
- [32] Richard, A. Toxicology Brief 1999.
- [33] Degryse, A.C. ; Delpla, M.A. « Atelier santé Environnement, Risques et bénéfices des huiles essentielles », IGS. EHESP. 2008.
- [34] Baudoux, D. « Aroma news », Lettre d'information de N.A.R.D.: Natural Aromatherapy Research and Development, Belgique, 1997.
- [35] Jansen P. (2007). PROTA Network Office Europe, Wageningen University, P.O. Box 341, 6700 AH Wageningen, Netherlands.
- [36] Gregory, J., R. J. Stouffer, et al. (2007). "Climate change 2007: the physical science basis".
- [37] George RAT (1999). Vegetable Seed Production, 2<sup>nd</sup> ed. CABI, Wallingford pp. 322.
- [38] Bigoniya P, CS Singh and A Shukla (2011). Indian Journal of Natural Products and Resources, 2011, 2(4), 464-471.
- [39] Razavi, S. M. A., Farhoosh, R., and Bostan, A. (2007). Functional properties of hydrocolloid extract of some domestic Iranian seeds. Research project grant n. 1475. Iran: Ferdowsi university of mashhad. Unpublished report.
- [40]. DEBAISIEUX F., POLESE J., 2009. Plantes médicinales. Edit Debaisieux. France. P :4-5., 8-9
- [41] G. Debuige, « La Rousse des plantes qui guérissent », Librairie Larousse 1984.
- [42] Diwakar B.T., Dutta P.K., Lokesh B.R., Naidu K.A (2008) Bioavailability and metabolism of n-3 fatty acid rich garden cress (*Lepidium sativum*) seed oil in albino rats. Prostaglandins, Leukotrienes and Essential Fatty Acids, 78(2) :123-130.
- [43] Mathews et al..*Die Nahrung*. 37(1993)1, 69–71.
- [44] Maier et al. (2002). Indian Patent No.242/DEL.
- [45] Lee et al., *Comp Rev Food Sci Food Safety*, 3 (2004) 1, 21-33.

- [46] Gokavi, S. S.; Malleshi, N. G. and Guo, M. *Plant. Food. Hum. Nutr.* 59 (2004)105–111.
- [47] Mali RG, Mahajan SG, Mehta AA Studies on Bronchodilatory effect of *Lepidium sativum* against allergen induced bronchospasm in Guinea pigs. *Pharmacog Mag* 2008; 4:189–192
- [48] Luque-garcia j.L, and M.D luque de castro « Ultrasound assisted soxhlet extraction: An expeditive approach for solid sample treatment-application to the extraction of total fat from oleaginous seeds », *journal of chromatography A* 1034, 2004, p 213-242.
- [49] DJADOUN, Sadia. Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive assistée par micro-ondes. 2011. Thèse de doctorat. Université de Tizi Ouzou-Mouloud Mammeri.
- [50] <http://WWW.lachimie.fr/materiel/extraction.php> consulté le 02/04/2017 à 18h00.
- [51] dictionnaire de l'Académie française, t 2, Imprimerie nationale/Fayard, 8<sup>e</sup> éd, Paris, 2005.
- [52] M. Chavanne, G. Beaudoin, A. Julien, E. Armand « chimie organique expérimentale » Edition MODULO "CANADA" 1986. P/149-307.
- [53] <http://WWW.threefarmers.Ca/extraction-par-ression-a-froid/> consulté le 07/04/2017 à 19h50.
- [54] F.Padrini, M. T.Lucheroni, « le grand livre des huiles essentielles », Office des Publications Univirsitaire Algérienne "10/2010", p 29-30.
- [55] B. Benjilali, « Extraction des plantes aromatique médicinales, car particulier « Entrainement à la vapeur d'eau et ses équipement », Thèse doctorat institut agronomique vétérinaire, Maroc 2004.
- [56] J.Bruneton ; « Huiles essentielles, pharmacognosie phy-chimie, plantes médicinales », 3<sup>e</sup>me Edition Doc. Et Tech . Lavoisier,1999.
- [57] F.M.Lanacas, Cavicchioli, et J.High Resolutb (*journal of Chrotagr.* 13), 1990 p2007.
- [58] B.Djillali, « Polycopie de cours master 02 controle de qualité extraction et identification des huiles essentielles », (U.S.T Oran) (faculté de chimie) 2015/2016.
- [59] E. Legast. L.Peyron, « IX congres international des huiles essentielles », Singapour, 1983.
- [60] M.Elisabeth Lucc, thèse sur « Extraction sans solvant assisté par micro-ondes conception et application des huiles essentielles à l'extraction des huiles essentielles » Université de la réunion, 13/07/2005, p 59-71.

- [61] [http://WWW. Portail-fluides supercritique.com/fileadmin/user-upload/fiches-procedes/extraction par eau subcritique.pdf](http://WWW.Portail-fluides-supercritique.com/fileadmin/user-upload/fiches-procedes/extraction%20par%20eau%20subcritique.pdf) consulté le 08/04/2017 à 21h51.
- [62] Hemwimon S., Pavasant P. & Shotiprux A. Microwave-assisted extraction of antioxidative anthraquinones from roots of *Morinda Citrifolia*. *Separation and Purification Technology*, 2007, Vol. 54; pp 44-50.
- [63] Lucchesi M.E. (2005). Extraction sans solvant assistée par micro-ondes conception et application à l'extraction des huiles essentielles. Thèse de Doctorat en Sciences, discipline : Chimie. Université de la Réunion, Faculté des Sciences et Technologies.
- [64] Piochon M. (2008). Etude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore Laurentienne : composition chimique, activités pharmacologiques et héli-synthèse. Mémoire, Université du Québec à Chicoutimi, Canada.
- [65] GERIN M. (2002). Solvants industriels: Santé, Sécurité, Substitution, Edition Masson, Paris.
- [66] AGUILERA JM. (2003). Solid-liquid extraction. *Food Sciences and Technology*, 128, 35-55.
- [67] M. Viuda-Martos, Y. Ruiz-Navajas, J. Fernandez-Lopez, J.A. Perez-Alvarez, Effect of added citrus fibre and spice essential oils on quality characteristics and shelf-life of mortadella. *Meat Science* 85, 568–576, 2010.
- [68] J. Valnet, « Traitement des maladies par les essences des plantes », Edition Maloine n°10
- [69] M.Chavanne, « Chimie organique Expérimentale », Edition Modulo Canada, 1986.
- [70] AFNOR NFT75-112-2000, huiles essentielles'' échantillonnage et méthodes d'analyses.
- [71] Z.Mohandi, thèse doctorat « Etude du pouvoir antioxydant des huiles essentielles et flavonoides de quelques plantes de la région de Telemcen », Université de Aboubaker Belkaid Telemcen faculté des sciences, 2005-2006, p89-92.
- [72] M. Njussa, « Etude des propriétés physico-chimiques des huiles végétales camerounaises».
- Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du D.I.P.E.S.II, 1999, p 50.
- [73] J.Djom , « Suivi de la palmisterie du processus de fabrication de l'huile de palme et contrôle de qualité des produits finis ». Mémoire de fin d'étude. ENSIAAAC .Université de n'Gaoundéré.2001, p51.
- [74] Olympiades de la chimie (07/02/2007 épreuves pratiques des éliminatoires régionales

Poitou-Charentes), « <http://www.olympiadeschimie.fr/Concours%202007/Poitiers/sujetTP06-07.pdf> ».

[75] Boizot et charpentier 2006

[76] Fadidlinzal et al,2010

[77] Rougeron 1984

[78] A. K, Kiritsakis,W.Christie, « Analysis of E Edible oils In: handbook of oliveoil, analysis and properties, An aspen publication, Aspen publishers, In Gaithersburg, Maryland», 2007, p 129-158.

[79] N. Allende « Livre blanc spectroscopie Infrarouge », Edition shimadzu (excellence science) France ,2015, p09.

[80] AFNOR, « Recueil des normes, les huiles essentielles tome 02, (Afnor paris 2000, 661-663).

[81] [www.oleassence.fr](http://www.oleassence.fr) donné par Christine Cuisiviez (pharmacienne experte en dermatologie cosmétique) France.

[82] [http://lucbor.fr/myrte\\_vert.pdf](http://lucbor.fr/myrte_vert.pdf) (pharmacopée européenne 2012), consulté le 25/04/2017 à 15h00.

[83] Aissi VM, soumanou MM, Tchobo FP, kiki D. 2009. Etude comparative de la qualité des huiles végétale alimentaires raffinées en usage au Bénin. Bulletin d'information de la société ouest Africaine de chimie, 6 : 25-37.

[84] Food and Agriculture Organization of the United Nations. (1999) codex general standard for fats and oils, [on line], (page consulte donmay 18, 2017), URL:<http://www.fao.org/docrep/004/y2774e/y2774e03.htm>.

[85] C.Stéphane, professeur et responsable de laboratoire de recherche en sciences appliquées à l'alimentation INRS-Institut 1B7 Monique.(Lacroix@iaf.inrs.ca.).

## **Résumé**

L'objectif de la présente étude est l'extraction et la caractérisation de l'huile essentielle des graines de cresson vu leurs effets thérapeutiques (Antibactérien, antispasmodique, sédatif, cicatrisant, Antiscorbutique, ...), par deux méthodes différentes (Soxhlet et Macération).

Les résultats obtenus montrent que le rendement maximal en huiles essentielles (5,35), est obtenu pour l'extraction par soxhlet, pour la granulométrie des graines de cresson la plus fine (0,12mm) ; une masse de 45 g, une durée d'extraction de cinq heures ; à 150°C et en utilisant l'éthanol comme solvant.

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

L'analyse par spectroscopie IR, de notre huile a permis d'identifier les composés suivants : Myrcène, Benzaldéhyde et Acide stéarique.

Mots clés : Huiles essentielles, Extraction, Caractérisation, Graines de cresson.

## **Abstract**

The objective of this study is the extraction and characterization of an essential oil from watercress seeds for its given therapeutic effect (Antibacterial, Antispasmodic, sedative, healing, antiscorbutique), by two different methods "Soxhlet" and "Maceration".

The results obtained show that the maximum yield of essential oils(5,53) is obtained for the extraction by soxhlet, for the grain size of the finest watercress seeds (0,12) a mass of 45 g, an extraction time of five time at 150 ° C, using ethanol as solvent.

The physicochemical and biochemical characterization shows that the extracted essential oil from watercress seeds is of good quality.

IR spectroscopic analysis of the extracted essential oil from watercress seeds identified the following compounds: Myrcene, Benzaldehyde and Stearic acid.

Keywords: Essential oil, Soxhlet, Maceration, watercress seeds.