



Mémoire de Master

Présenté par :

-Mr : Meziani Salim.

-Mr : Kasmi Hamza.

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 chia*

Soutenu le :18 /09/2021

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
Mme : Ait brahem. Laila	Chimie	Présidente
Mme : Boukehil. Ghouzala	Chimie	Examinatrice
Mme : Kherfellah. Soraya	SNC PREVOLAB	Co-Encadreur
Mme : BENKHODJA-GRABA. Zahra.	Chimie	Encadreur

Remerciements

Ce travail a été réalisé au laboratoire d'analyse et de contrôle de qualité alimentaire (SNC PREVOLAB) qui situe au niveau de la commun d'El-Kseur de la wilaya de bejaia.

Avant tout, je remercie Dieu qui m'a donné la fois, la santé, le courage et la volonté pour terminer mon modeste travail.

Je remercie mon encadreur **Mme : BENKHOUDJA-GRABA Zahra** pour avoir encadré et dirigé ce modeste travail avec une grande rigueur scientifique pour sa disponibilité, ses précieux conseils, la confiance qu'elle nous a accordé et pour son suivi régulier à l'élaboration de ce travail, nous sommes extrêmement reconnaissants.

Nous remercions très sincèrement notre Co- Encadreur **Mme : KHERFELIAH-Soraya** pour son aide durant notre période de la pratique. Pour sa confiance, son attention, ses bons conseils. On exprime notre respect et notre gratitude et sans oublier l'équipe de laboratoire, je vous présente l'expression de mes remerciements les plus sincères.

Un grand Merci aux membres du jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait d'évaluer et de juger mon travail.

On saurait terminer cette série de remerciement sans penser à tous ceux qui de près ou de loin nous ont aidé et encouragé au cours de la réalisation de ce travail, recevez nos remerciements sincères.

Dédicaces

C'est avec immense fierté et respect que je dédie ce modeste travail :

A ceux qui donnent un sens à mon existence, à la lumière de mes yeux en témoignage de votre affection et de votre amour, pour votre patience et votre soutien pendant les moments que j'ai traversé,

A ma très chère **mère** et Mon très cher **père**.

J'espère Que dieu vous protège et vous garde.

A mes frères et ma sœur (**Sofiane** et **Aimad** et **Ryma** et son mari Belkacem). A ma chérie (**Sara**) tu as partagé avec moi les meilleurs les plus difficiles de ma vie, tu étais toujours à mes côtés, je te remercie de ne m'avoir jamais déçu. Aucun mot ne pourrait exprimer ma gratitude, mon amour et mon respect. je vous souhaite beaucoup de réussite dans votre vie.

Que Dieu vos garde et illumine vos chemins.

A mon cher binôme Hamza.

A mes cher amis (Yazid, Nabil, Meziane, Arezki, koussaila, Zahir, Nabil kouchah, Massy....).

A mes amies (Souad et Kahina).

A mes amis de la cité universitaire (Syphax, Nassim, Younes, Mouloud, Rachid, Hamza).

Mes sincères remerciement au personnel de laboratoire : Soraya, Drifa, Nassima, Nouria.

A toute la promotion M2 chimie Analytique (2020-2021).

SALIM

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

A mes très chers parents, que dieu me les garde

Mon père : celui qui m'a indiqué la bonne voie en me rappelant que la volonté fait toujours les
grands hommes.

Ma mère : celle qui a attendu avec patience les fruits de sa bonne éducation.

A mes chers frères Walid, Raouf et Abd jabbar

A mes très chers amis : Hamid , Yuba , Mourad, Zahir , Lounis , Salim , Bilal ,Hafid ...

A mes chers amies : Souad , Kahina

A mon cher binôme : Salim

J'adresse aussi mes remerciements au madame : Soraya , Drifa , Nouria et Nassima

A toute la promotion Master II Analyses Chimiques 2021.

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

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

HAMZA

Tableau 1 : Composition des graines de chia.....	18
Tableau 2 : Principaux composants de huile des graines de chia.....	20
Tableau 3 : Caractéristiques des produits chimiques utilisés.....	36
Tableau 4 : Effet du temps et de la nature du solvant d'extraction sur les rendements en absolue	51
Tableau 5 : Quelques propriétés des solvants utilisés.....	51
Tableau 6 : Effet de la masse des graines de chia sur le rendement en huile essentielle.....	52
Tableau 7 : Effet de la température, sur le rendement en huile essentielle.....	53
Tableau 8 : Influence de procédé d'extraction sur la couleur de l'huile essentielle.....	54
Tableau 9 : Densité de l'huile essentielle	54
Tableau 10 : Indice de réfraction.....	55
Tableau 11 : Valeurs des absorbances à différentes longueurs d'ondes.....	55
Tableau 12 : pH de l'huile essentielle.....	56
Tableau 13 : Position et identification des bandes observées sur l'huile essentielle de chia.....	62

Figure 1 : Structures chimiques de certains constituants d'huiles essentielles.....	6
Figure 2 : Structure de certains composés phénoliques communs dans les plantes.....	7
Figure 3 : Structure générique d'une molécule de flavonoïde et structure de certains flavonoïdes communs dans les plantes.....	8
Figure 4 : Plante <i>Salvia hispanica</i>	16
Figure 5 : (A) Vue picturale des graines de chia, (B) les graines de chia dans l'eau.....	17
Figure 6 : Graines de chia agrandies, longueur d'une graine environ 2 mm.....	17
Figure 7 : Boisson à base de chia : "chia fresca".....	23
Figure 8 : Produits à base de chia.....	25
Figure 9 : Schéma d'un montage Soxhlet.....	27
Figure 10 : Schéma d'un montage de macération.....	28
Figure 11 : Schéma simplifié d'un montage d'hydro-distillation.....	30
Figure 12 : Densimètre électronique.....	40
Figure 13 : Diffraction d'un faisceau monochromatique.....	41
Figure 14 : Réfractomètre.....	41
Figure 15 : pH-mètre.....	42
Figure 16 : Protocole de dosage des polyphénols selon.....	46
Figure 17 : Protocole de dosage des flavonoïdes.....	47
Figure 18 : Effet de la granulométrie sur le rendement en absolue.....	50
Figure 19 : Comparaison des rendements des trois solvants.....	53
Figure 20 : Courbe d'étalonnage des polyphénols.....	69
Figure 21 : Courbe d'étalonnage des flavonoïdes.....	60
Figure 22 : Courbe d'étalonnage de vitamine E.....	61
Figure 23 : Spectre IR obtenu pour l'huile essentielle de chia.....	62

AFNOR : Association Française de Normalisation.

°C : Degré celsius.

mm : Millimètre.

µm : Micromètre.

µg/mL : Microgramme par millilitre.

g : Gramme.

kg : Kilogramme.

trs/min : Tours par minute.

UV-Visible : Ultraviolet-visible.

IR : Infrarouge.

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

km : Kilomètre.

h : Heure.

min : Minute.

pH : Potentiel hydrogène.

mL : Millilitre.

g/mol : Gramme par mole.

N : Normalité.

nm : Nanomètre.

cm : Centimètre.

T : Transmittance.

MV : Matière végétale.

HE : Huile essentielle.

d : Diamètre.

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

ISO: Organisation Internationale de Normalisation.

méq O₂/Kg : Milliéquivalent de O₂ par kilogramme.

méq/l : Milliéquivalent par litre.

IA : Indice d'acide.

I_c : Indice de couleur.

I₂= indice d'iode .

I_s : Indice de saponification

CPG : Chromatographie en phase gazeuse.

HPLC : Chromatographie liquide a haute performance.

IP : Indice de peroxyde.

IE : Indice d'ester.

λ : Longueur d'onde.

A(%) : Pourcentage d'acidité.

MEB : Microscope électronique à balayage.

Remerciements

Dédicaces

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Sommaire

Introduction.....1

Partie I : Synthèse bibliographique

Chapitre I : Généralités sur les huiles essentielles

I.1. Définition d'une huile végétale.....	3
I.2. Les huiles essentielles.....	3
I.2.1. Définition.....	3
I.2.2. Historique.....	4
I.2.3. Constituants de l'huile essentielle.....	4
I.2.3.1. Les composés phénoliques.....	6
I.2.3.1.1 Les flavonoïdes.....	7
I.2.3.1.2. Les Acides phénoliques.....	8
I.2.4. Caractéristiques des huiles essentielles.....	9
I.2.4.1. Organoleptiques.....	9
I.2.4.2. Physiques.....	9
I.2.4.3. Chimiques.....	10
I.2.5. Variabilité.....	11
I.2.5.1. Origine botanique.....	11
I.2.5.2. Mode de culture.....	11
I.2.5.3. Nature du sol.....	11
I.2.5.4. Stade de développement botanique.....	11
I.2.5.5. L'organe distillé (ou exprimé pour le zeste de citrus uniquement).....	12
I.2.5.6. Le mode d'obtention.....	12
I.2.5.7. La lumière et la température.....	12

I.2.5.8. Les facteurs génétiques.....	12
I.2.5.9. Les problèmes phytosanitaires.....	13
I.2.6. Domaines d'application des huiles essentielles.....	13
I.2.6.1. La phytothérapie.....	13
I.2.6.2. Agro-alimentaire.....	13
I.2.6.3. Parfumerie et cosmétologie.....	14
I.2.7. Toxicité des huiles essentielles.....	14

Chapitre II : Généralités sur les graines de chia

II.1. Le chia (<i>Salvia hispanica</i>).....	16
II.2. Description de la plante.....	16
II.3. Les graines de chia.....	17
II.3.1. Description.....	17
II.3.2. Constituants.....	18
II.4. Huile essentielle de chia.....	20
II.4.1. Composition.....	20
II.4.2. Répartition et localisation des huiles dans la plante.....	22
II.5. Intérêts du chia.....	22
II.5.1. Intérêts nutritionnels.....	22
II.5.2. Intérêts médicaux.....	24
II.5.3. Intérêts commerciaux.....	24

Chapitre III : Techniques d'extraction

III.1. Soxhlet.....	26
III.2. Macération.....	28
III.3. Autres techniques.....	29
III.3.1. La distillation.....	29
III.3.1.1. Hydrodistillation.....	29
III.3.1.2. Entraînement à la vapeur d'eau (Vapo-distillation).....	30
III.3.2. Techniques de la pression.....	30
III.3.3. Extraction par solvant.....	31
III.3.4. Hydro-diffusion.....	31

III.3.5. Extraction à l'eau surchauffée.....	31
III.3.6. Extraction assistée par micro-onde.....	31
III.4. Choix de solvant d'extraction.....	32
III.5. Qualité et rendement des huiles essentielles	32
III.6. Facteurs influençant l'extraction.....	33
III.6.1. Matière végétale.....	33
III.6.2. Nature du solvant.....	33
III.6.3. Méthode, température et durée d'extraction.....	33
III.6.4. Taille des particules	33
III.6.5. Nature et état du solide et du soluté.....	34
III.7. Contrôle et con servation des huiles essentielle.....	34
III.7.1. Conservation	34
III.7.2. Contrôle.....	34

Partie pratique

Chapitre I : Méthodes d'extraction et de caractérisation

I.1. Matériel et produits chimiques utilisés	35
I.2. Présentation de la graine utilisée	36
I.3. Méthodes d'extraction	37
I.3.1. Extraction au Soxhlet	37
I.3.1.1. Effet des différents paramètres sur le rendement en absolue.....	37
I.3.1.1.1. Effet de la granulométrie	37
I.3.1.1.2. Effet du temps et de la nature du solvant d'extraction.....	38
I.3.1.1.3. Effet de la masse de la matière végétale	38
I.3.1.1.4. Effet de la température	38
I.3.2. Traitement de la concrète.....	38
I.3.3. Macération	38
I.4. Calcul du rendement.....	39
I.5. Méthodes de caractérisation.....	39
I.5.1. Paramètres organoleptiques	39
I.5.2. Analyses physiques.....	39
I.5.2.1. La densité.....	39
I.5.2.2. Indice de réfraction	40

I.5.3. Analyses chimiques	42
I.5.3.1. pH (potentiel hydrogène).....	42
I.5.3.2. Indice d'acide.....	42
I.5.3.3. Pourcentage d'acidité (%).....	43
I.5.3.4. L'indice de peroxyde	43
I.5.3.5. Indice de saponification.....	44
I.5.3.6. Indice d'ester	45
I.5.3.7. Indice d'iode.....	45
I.6. Les antioxydants	46
I.6.1. Extraction antioxydants	46
I.6.2. Les polyphénols.....	46
I.6.2.1. Dosage	46
I.6.3. Les flavonoïdes	47
I.6.3.1. Dosage.....	47
I.7. Vitamine E.....	47
I.7.1. Extraction.....	47
I.7.2. Dosage	48
I.8. Méthodes spectroscopiques.....	48
I.8.1. Absorbance spécifique au rayonnement UV	48
I.8.2. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier	48
I.8.2.1. Principe de l'ATR.....	49
I.9. Analyses effectuées sur la graine de chia.....	49
I.9.1. pH (potentiel hydrogène).....	49
I.9.2. Taux d'humidité (%).....	49

Chapitre II : Résultats et discussion

II.1. Techniques d'extraction	50
II.1.1. Extraction par Soxhlet.....	50
II.1.1.1. Effet de la granulométrie	50
II.1.1.2. Effet du temps et de la nature du solvant d'extraction.....	51
II.1.1.3. Effet de la masse des graines de chia	52
II.1.1.4. Effet de la température.....	52
II.1.2. Extraction par macération.....	53

II.2. Caractérisation.....	54
II.2.1. Paramètres organoleptiques.....	54
II.2.1.1. La couleur.....	54
II.2.1.2. Aspect.....	54
II.2.2. Paramètres physico-chimiques.....	54
II.2.2.1. Physiques.....	54
II.2.2.1.1. Densité.....	54
II.2.2.1.2. Indice de réfraction.....	55
II.2.2.1.3. Indice de couleur.....	55
II.2.2.2. Analyses chimiques.....	56
II.2.2.2.1. pH (potentiel hydrogène).....	56
II.2.2.2.2. Indice d'acide.....	56
II.2.2.2.3. Acidité (%).....	56
II.2.2.2.4. Indice saponification.....	56
II.2.2.2.5. Indice d'ester.....	57
II.2.2.2.6. Indice d'iode.....	57
II.2.2.2.7. Indice de peroxyde.....	57
II.3. Les antioxydants.....	58
II.3.1. Polyphénols.....	58
II.3.2. Flavonoïdes.....	59
II.3.3. Vitamine E.....	60
II.4. La spectroscopie UV-Visible.....	61
II.4.1. Absorbance spécifique au rayonnement UV.....	61
II.5. La spectroscopie infrarouge.....	62
II.6. Analyses effectués sur la graine de chia.....	63
II.6.1. pH.....	63
II.6.2. Taux d'humidité (%).....	64
Conclusion.....	65
Références bibliographiques	

Introduction

Depuis les temps les plus reculés, le monde végétal offre les éléments nécessaires à la survie de l'espèce humaine. En effet, les plantes demeurent la principale source de principes actifs, les huiles essentielles, isolées à partir de plantes, constituent l'un de ces principes actifs les plus importants en raison de leurs multiples et diverses applications. Il existe plusieurs techniques d'extraction des huiles essentielles, dont le choix de la méthode reste limité par l'aspect qualitatif et quantitatif des huiles à extraire.

Les huiles essentielles peuvent être extraites de différentes parties de la plante : Fleurs (pétales de rose), écorces de fruits (citron, bergamote, orange), graines (chia), Feuilles (eucalyptus), baies (genévrier), boutons floraux (clou de girofle), fruits (persil), bois (santal, écorce de quinquina).

L'utilisation des huiles essentielles a commencé bien avant notre ère, dans l'Égypte Ancienne, des papyrus trouvés à travers les siècles certifient de l'existence de « plantes de vie » à partir de 4500 avant Jésus-Christ.

Dans le cadre de notre étude, nous nous sommes intéressés à l'extraction des huiles essentielles des graines de chia qui proviennent d'une plante originaire du Mexique de la famille des lamiacés.

Le plan de notre travail, est structuré en deux parties :

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

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

La deuxième partie est composée de deux chapitres :

Dans le cadre de notre étude, nous nous sommes intéressés à l'extraction des huiles essentielles des graines de chia qui proviennent d'une plante originaire du Mexique.

Nous avons réalisé la partie expérimentale au laboratoire d'analyses et contrôle de qualité alimentaire (SNC PREVOLAB,d'El-kseur (Wilaya de Bejaia)).

Dans le chapitre I, seront présentés le matériel et méthodes de caractérisation, on y décrira les protocoles expérimentaux utilisés pour les analyses : Physiques (densité, indice de Réfraction) ;

Chimiques (le pH, pourcentage d'acidité, les indices, d'acide, de peroxyde, de saponification, d'ester et d'iode), Les antioxydants (polyphénols, flavonoïdes) et vitamine E et Spectroscopiques (Spectrophotométrie UV-Visible et la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)).

Dans le deuxième chapitre, nous présenterons et discuterons les résultats obtenus au cours de notre étude. Nous nous intéresserons d'abord à l'effet de certains paramètres (durée et température d'extraction, masse et granulométrie de la matière végétale, et la nature du solvant d'extraction (éthanol, acétone et hexane) et le mode d'extraction (soxhlet et macération) sur le rendement en huile essentielle. Nous donnerons par la suite la caractérisation physico-chimique et spectrale de notre huile et du grain utilisée (les grains de chia. Nous terminerons par une conclusion générale qui regroupe l'ensemble des résultats obtenus au cours de cette étude et quelques perspectives.

Partie I

Synthèse bibliographique

Chapitre I

Généralités sur les huiles essentielles

I.1. Définition d'une huile végétale

Les huiles végétales sont des lipides et des matières grasses obtenus, à partir de graines, de fruits ou de racines des plantes oléagineuses, par différents procédés d'extraction qui restent liquides à température ambiante. Elles sont principalement constituées de triglycérides connus sous le nom de triacylglycérol (TAG) constitués d'une molécule de glycérol attachée à 3 acides gras insaturés ou saturés combinés sous forme d'esters [1]. Les huiles végétales sont plus riches généralement en acides gras insaturés, elles contiennent également une faible proportion d'autres substances lipophiles telles que les stérols, les acides gras libres, les tocophérols et d'autres composés. Elles sont obtenues à partir de différentes espèces présentent une composition différente, les huiles et leurs divers composants lipidiques sont largement utilisés dans les industries alimentaires, cosmétiques, pharmaceutiques, oléochimiques, etc...[2]. Cependant, les utilisations et les propriétés des huiles végétales varient en fonction de la variété, du type et des proportions des acides gras présents.

I.2. Les huiles essentielles

I.2.1. Définition

Selon sa profession, chacun répondra à la question d'une manière différente. Une huile essentielle peut être un ensemble de molécules pour un chimiste, un arôme pour un parfumeur ou encore la quintessence ou l'esprit d'un végétal pour un alchimiste [3]. Dans la réalité, une huile essentielle est un liquide aromatique issu de plantes. On l'extrait de certains organes fleurs, feuilles, écorces, racines, graines... - de plantes riches en essences odorantes. Elle se présente le plus souvent en petit flacon de 5 ou 10 ml [4]. Il faut savoir qu'une huile essentielle pure et naturelle ne contient aucun corps gras et est constituée uniquement de molécules aromatiques volatiles. Elle doit être, selon la législation en vigueur, 100% naturelle, 100% pure, non dénaturée par d'autres huiles essentielles ou par des molécules de synthèse. Il est malheureusement très facile de produire des huiles essentielles de synthèse qui imitent très bien les huiles essentielles naturelles [5]. Selon la pharmacopée française, L'huile essentielle est un produit de composition généralement assez complexe renfermant les principes volatils contenus dans les végétaux en plus ou moins modifiés au cours de la préparation. Pour extraire ces principes volatils, il existe divers procédés. Deux seulement sont utilisables pour la préparation des essences officinales : celui par distillation dans la vapeur d'eau de plantes à essences ou de certains de leurs organes, et celui par expression. Selon AFNOR (Association française de la

normalisation), est un produit obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par les procédés mécaniques à partir de l'épicarpe de citrus, soit par distillation à sec. L'huile essentielle est ensuite séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques [6].

I.2.2. Historique

Les huiles essentielles ont, à toutes époques, occupé une place importante dans la vie quotidienne des hommes qui les utilisaient autant pour se parfumer, aromatiser la nourriture que pour se soigner. Leur connaissance remonte à fort longtemps puisque l'homme préhistorique pratiquait déjà, à sa manière, l'extraction des principes odorants des plantes. Il plongeait, dans un même récipient rempli d'eau, des plantes odorantes et des pierres brûlantes. La vapeur dégagée entraînait les molécules volatiles, puis le tout était recueilli à l'aide d'une peau d'animal dont l'essorage donnait quelques gouttes d'huile essentielle [7]. Au fil des siècles, l'extraction et l'usage des principes odorants des plantes sont développés, notamment par la civilisation arabe et égyptienne, qui leurs attribuent avant tout un usage religieux [8]. À l'époque des grandes épidémies, dans la Grèce Antique, les principes odorants de certaines plantes aromatiques étaient répandus par la fumigation dans les rues des villes pour combattre la propagation des maladies infectieuses [9]. En Amérique du nord, les peuples ancestraux savaient bien utiliser les ressources offertes par la forêt boréale comme remèdes pour se soigner. Parmi les espèces végétales connues 10% seulement sont dites (aromatiques). C'est à dire qu'elles secrètent des quantités d'essence aromatiques par des poils, des poches ou des canaux sécréteurs. Ces genres de plantes capables d'élaborer des huiles essentielles, sont réparties dans un nombre de familles limite (Myrtaceae, Lauraceae, Rutaceae, Lamiaceae...) [10].

I.2.3. Constituants de l'huile essentielle

Les huiles essentielles sont composées chacune d'un ou plusieurs groupes fonctionnels attachés à un squelette hydrocarboné (Figure 1). La plupart des groupes fonctionnels contiennent des hétéroatomes notamment de l'oxygène. Les composés actifs peuvent être divisés en quatre groupes selon leur structure chimique : terpènes, terpénoïdes, phénylpropènes et "autres". Sont les effets combinés de ces constituants et leurs proportions qui constituent l'identité propre à chaque huile, et qui déterminent leurs caractéristiques telles que : l'odeur, les propriétés thérapeutiques et la toxicité. Environ 10 000 molécules ont été identifiées jusqu'à aujourd'hui. Les huiles essentielles sont généralement polymoléculaires : elles sont composées de quelques molécules en grande quantité, plus d'une multitude d'autres molécules à l'état de traces [11].

Les produits chimiques contenus dans les huiles essentielles sont des métabolites secondaires, qui jouent un rôle important dans la défense des plantes comme ils possèdent souvent des propriétés antimicrobiennes. L'intérêt pour les huiles essentielles et leur application dans la conservation des aliments a été amplifié ces dernières années par une perception de plus en plus négative des conservateurs synthétiques par les consommateurs [12].

-Les terpènes (Figure 1) sont des hydrocarbures issus de la combinaison de plusieurs unités d'isoprène (C_5H_8). Elles sont synthétisées dans le cytoplasme des cellules végétales. Cette synthèse se déroule via la voie de l'acide mévalonique à partir de l'acétyl-CoA. Les terpènes principaux sont les monoterpènes ($C_{10}H_{16}$) et les sesquiterpènes ($C_{15}H_{24}$), mais des chaînes plus longues existent également, telles que les diterpènes ($C_{20}H_{32}$), les triterpènes ($C_{30}H_{40}$) [13].

-Les terpénoïdes sont des terpènes qui ont subi des modifications biochimiques via des enzymes qui ajoutent des molécules d'oxygène et déplacent ou éliminent des groupes méthyliques. Les terpénoïdes peuvent être subdivisés en alcools, esters, aldéhydes, cétones, éthers, phénols et époxydes.

-Les phénylpropanoïdes ont leur nom du groupe phénol aromatique à six atomes de carbone et de la queue du propène à trois atomes de carbone de l'acide cinnamique, produit dans la première étape de la biosynthèse du phénylpropanoïde. Ils constituent une partie relativement petite des huiles essentielles, et ceux qui ont été étudiés plus en profondeur sont l'eugénol, l'isoeugénol, la vanilline, le safrol [12].

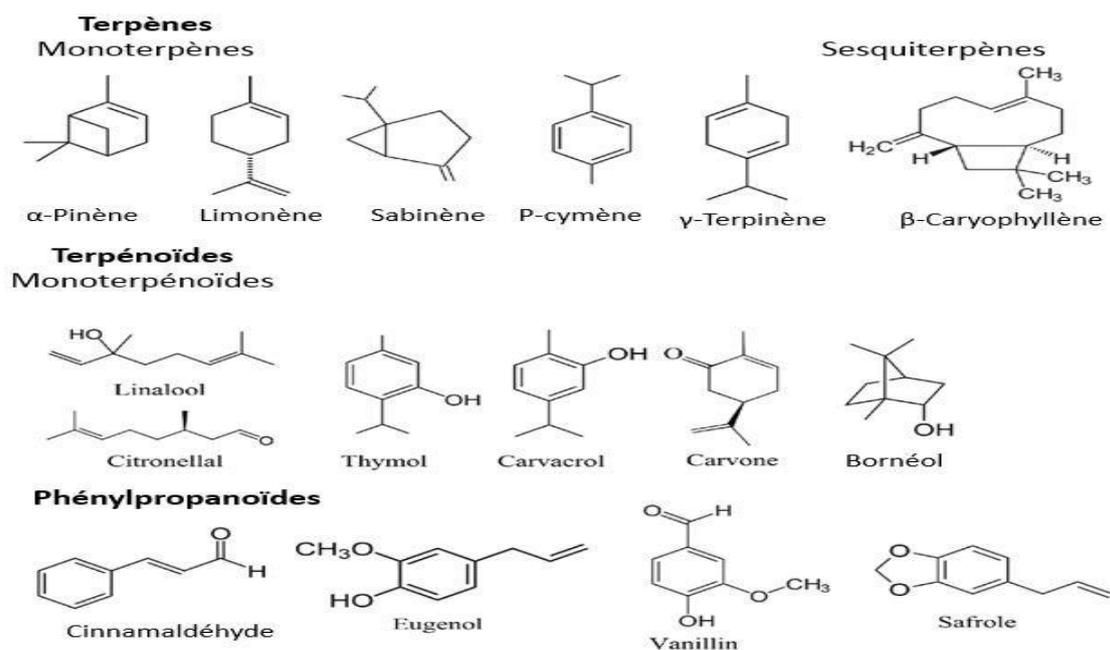


Figure 1 : Structures chimiques de certains constituants d'huiles essentielles.

I.2.3.1. Les composés phénoliques

"Composés phénoliques" est un terme générique qui fait référence à un grand nombre de composés (plus de 8 000) largement dispersés dans tout le règne végétal et caractérisés par le fait d'avoir au moins un cycle aromatique avec un ou plusieurs groupes hydroxyle attachés. Les phénols constituent l'un des groupes les plus largement répandus de composés phytochimiques, ils sont produits dans les plantes sous forme de métabolites secondaires. La phénylalanine ammonia-lyase est l'enzyme clé qui catalyse la biosynthèse des phénols à partir de l'acide aminé aromatique, la phénylalanine. Étant des molécules phytochimiques, les phénols ne peuvent pas être synthétisés par les humains et les animaux, ils sont alors une partie intégrante de l'alimentation humaine et animale. Ils sont présents dans plusieurs aliments et boissons d'origine végétale, par exemple, les légumes, les fruits, le café, le thé, etc.... en plus d'être présents naturellement dans de nombreux aliments, les composés phénoliques peuvent être extraits à partir de leurs sources, et par la suite, peuvent être ajoutés à certains aliments [13]. Ils ont plusieurs rôles dans les plantes, y compris attirer des insectes pour la dispersion des graines et la pollinisation. Ils font également partie du système de défense naturel contre les champignons, les virus et les bactéries et ils peuvent agir comme contrôleurs d'hormones végétales. En outre, ces dernières années, les composés phénoliques ont été intensément étudiés en raison de leurs effets potentiels sur la promotion de la santé. En effet ils présentent une large gamme de propriétés physiologiques, y compris des effets anti-allergiques, anti-inflammatoires,

antimicrobiens, antithrombotiques et cardioprotecteurs. Mais l'action la plus importante des phénols est leur activité antioxydante, laquelle est liée à leurs structures chimiques qui leur confère des propriétés redox. Ils peuvent jouer un rôle important dans l'adsorption et la neutralisation des espèces réactives d'oxygène et la décomposition des peroxydes [14,15]. La plupart des composés phénoliques naturels sont présents sous des mono- ou des polysaccharides, ils peuvent également se présenter sous forme de dérivés liés à des groupes fonctionnels tels que des esters et des esters méthyliques. Cette diversité structurale aboutisse à une vaste gamme de composés phénoliques qui existent dans la nature, les composés phénoliques (Figure 2) peuvent être classés alors en plusieurs catégories en fonction de leurs structures chimiques telles que les flavonoïdes, les acides phénoliques et autres [16].

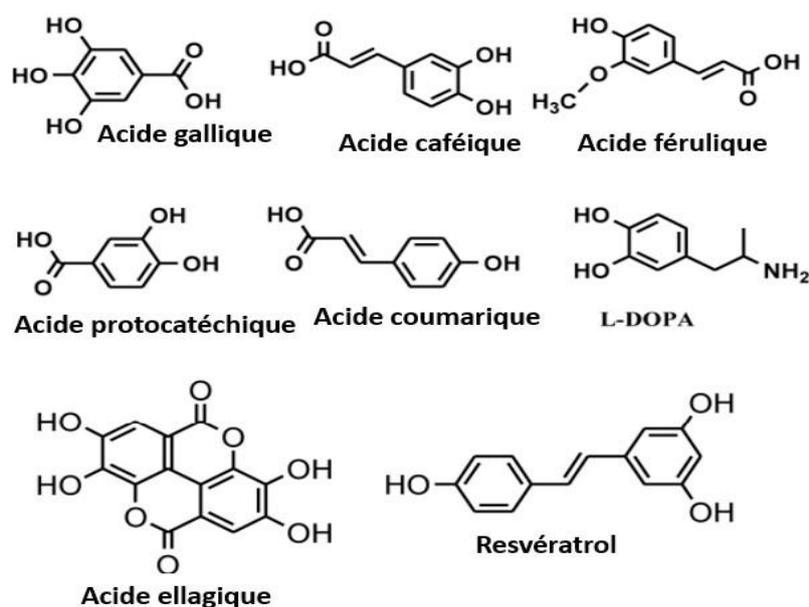


Figure 2 : Structure de certains composés phénoliques communs dans les plantes.

I.2.3.1.1 Les flavonoïdes

Les flavonoïdes sont le groupe le plus commun et le plus largement distribué de composés phénoliques végétaux, ce qui représente plus de la moitié des huit mille composés phénoliques présents dans la nature, ils se produisent pratiquement dans toutes les parties de la plante, en particulier les cellules végétales de photosynthèse en réponse à une infection microbienne [17]. Ce sont des composés de faible poids moléculaire, composés de quinze atomes de carbone, disposés en configuration C₆-C₃-C₆. Fondamentalement, leur structure se

C₆-C₃. Ils sont abondants dans les plantes où ils sont utilisés dans les stratégies structurales et chimiques de leur défense. Ils peuvent se produire librement ou en tant que composants de polymères (paroi cellulaire) [19].

I.2.4. Caractéristiques des huiles essentielles

I.2.4.1. Organoleptiques

- **Aspect** : Liquides à température ambiante, rarement visqueuses (myrthe), certaines cristallisent partiellement ou totalement à plus faible température (anis : anéthole; menthe des champs: menthol; thym saturéioïde : boméol); de même qu'à basse température (eucalyptus: eucalyptole).

Elles n'ont pas le toucher gras et onctueux des huiles fixes [20,21].

-**Couleur**: Les huiles essentielles fraîches sont rarement colorées [20].

-**Odeur** : Agréable, aromatique [22,23].

-**Saveur** : Douce, piquante, fruitée, fraîche, etc. [24].

I.2.4.2. Physiques

-**Pouvoir rotatoire** : Il définit l'activité optique, qui est une caractéristique des molécules énantiomères (chirales), c'est-à-dire qu'elles existent sous deux configurations spatiales différentes et non superposables [25]. Elles ont la propriété de faire tourner le vecteur d'un faisceau lumineux les traversant. Il est mesuré à l'aide d'un polarimètre. Les huiles essentielles sont le plus souvent optiquement actives [26].

-**Densité relative** : Elle représente le rapport de la masse d'un volume de liquide (huile essentielle dans notre cas) par la masse du même volume d'eau. Elle est sans unité et varie selon la température. La densité relative est mesurée à l'aide de deux appareils : le densimètre (ou aéromètre) et le pycnomètre [27]. Elle est plus souvent inférieure à celle de l'eau [26], cependant, certaines ont une densité supérieure ou voisine de celle de l'eau, comme l'huile essentielle d'écorces de *Cinnamomum verum*; ainsi que celles de sassafras, clous de girofle, et graines de carotte

-**Indice de réfraction** : C'est une grandeur sans dimension caractéristique d'un milieu, décrivant le comportement de la lumière dans celui-ci, il dépend de la longueur d'onde de mesure mais aussi des caractéristiques de l'environnement dans lequel se propage la lumière.

L'appareil le plus couramment utilisé pour sa mesure est le réfractomètre d'Abbe . Les huiles essentielles ont un indice de réfraction élevé.

❖ Solubilité

Dans l'eau : Elles ne sont naturellement pas, ou très peu, solubles dans l'eau ,certains composants sont néanmoins plus solubles que d'autres (verbénone du romarin officinal, lavandulol de la lavande vraie). Quelques unes ont desconstituants particulièrement solubles, ce qui entraîne, durant la distillation desécorces de cannelle, l'obtention habituelle d'émulsions [21].

Dans les huiles fixes : Elles sont totalement solubles dans les huiles grasses (meilleurs solvants des huiles essentielles) [21].

Dans l'éthanol : Plusieurs tests de solubilité sont réalisés avec des volumes croissants d'alcool par rapport à la même quantité d'huile essentielle. Il suffira de déterminer la limite de solubilité de l'huile essentielle à analyser par rapport à l'éthanol. Une composition très riche en terpénoïdes et souvent en molécules polaires, permet la solubilisation des huiles essentielle dans l'éthanol [27].

Dans les solvants organiques : Les huiles essentielles s'y solubilisent très bien [21].

Point d'ébullition : Leur point d'ébullition est relativement élevé (150°-300°C) cependant, elles sont extrêmement volatiles à température ambiante [24].

Point de solidification : c'est la température maximale observée lorsque le liquide se solidifie au cours du refroidissement. Elle augmente en fonction de la teneur en 1,8- cinéole qui est dosé par des techniques chromatographiques [27]. Rares sont les huiles essentielles qui se solidifient au froid (*Tanacetum annuum*: chamazulène) [21].

I.2.4.3. Chimiques

-Indice d'acide : I_A est le nombre de milligramme (mg) de potasse nécessaire pour neutraliser les acides libres dans 1 gramme (g) d'huile essentielle selon la réaction :



-Indice d'ester : I_E est le nombre de milligrammes (mg) de potasse nécessaire poursaponifier les esters présents dans 1 gramme (g) d'HE selon la réaction :



-Indice de saponification : Is est la masse d'hydroxyde de potassium KOH, exprimée en milligrammes, nécessaire pour neutraliser les acides libres et saponifier les acides estérifiés contenus dans un gramme de l'huile essentielle.

-Eau dans les huiles essentielles : la méthode de Karl et Fischer est très efficace pour doser la teneur en eau des HE. Elle se base sur l'oxydation du dioxyde de soufre en présence d'eau : $\text{SO}_2 + \text{I}_2 + 2 \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{H}_2\text{SO}_4 + 2 \text{HI}$.

Or, cette équation est réversible, l'eau n'est donc pas consommée entièrement et son dosage ne peut pas être quantitatif. Pour remédier à cela, il faut ajouter une base : l'imidazole, va capter toute l'acidité formée lors de la réaction (HI et H_2SO_4) et permettre de déplacer la réaction vers la droite, cette dernière pourra ainsi être utilisée quantitativement [27].

I.2.5. Variabilité

La qualité des huiles essentielles varie selon :

I.2.5.1. Origine botanique

La composition d'une huile essentielle varie selon l'espèce productrice. Ainsi, il semble utile de souligner l'importance qu'il convient d'accorder à la nomenclature scientifique [28].

I.2.5.2. Mode de culture

Cela précise si la plante est sauvage ou cultivée et issue d'une culture biologique ou non [29].

I.2.5.3. Nature du sol

Les résultats des expériences représentent une très bonne illustration sur l'influence de la nature du sol sur le rendement en huiles essentielles :

- L'azote augmente le rendement en essences des plantes ;
- Le potassium employé seul, au contraire, diminue sensiblement la teneur en huiles essentielles.

I.2.5.4. Stade de développement botanique

Les caractéristiques des chémotypes dépendent parfois du stade de développement (cueillette avant, pendant ou après floraison ...). Des variations parfois très importantes sont

couramment observées dans certaines espèces par exemple, pour la coriandre, la teneur en linalol (alcool) est 50% plus élevée chez le fruit mur que chez le fruit vert. De ce fait le choix d'une date de récolte s'impose [27].

I.2.5.5. L'organe distillé (ou exprimé pour le zeste de citrus uniquement)

La composition biochimique des huiles essentielles varie en fonction de la partie ou organe de la plante distillée.

I.2.5.6. Le 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. En effet, au cours de l'hydrodistillation, l'eau et la température peuvent induire l'hydrolyse des esters, mais aussi, des réarrangements, des isomérisations et des oxydations. Donc pour assurer la qualité du produit et de sa constance, il faut étudier, définir et contrôler l'ensemble des paramètres, de la culture à l'élaboration du produit final [23].

I.2.5.7. La lumière et la température

Ce sont les plus influentes sur la composition des huiles essentielles, d'ailleurs elles agissent sur celle-ci simultanément. Certains auteurs admettent que la quantité d'huile essentielle augmente dans la journée, atteint un maximum dans l'après-midi ou le soir et diminue dans la nuit. D'autres disent, que les plantes aromatiques doivent être cueillies avant l'aube, lorsque la rosée du matin est encore présente et avant que la chaleur n'en libère la substance aromatique. Cependant, sur d'autres espèces, on signale que le rendement nocturne en huile essentielle est de 20% supérieur à celui du jour [31].

I.2.5.8. Les facteurs génétiques

-Les hybridations : Elles introduisent l'hétérogénéité dans une population végétale. La composition des huiles essentielles issues de ces hybrides est variable et se situe en général entre celles des huiles essentielles des plantes mères.

-Les facteurs de mutations : Par mutation, une nouvelle race chimique peut apparaître. 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.

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

I.2.5.9. Les problèmes phytosanitaires

-Les maladies : Les plantes malades sont caractérisées par une déformation, une chute prématurée des feuilles ainsi que les rameaux aux taches brunes. La récolte est alors compromise et la qualité de l'huile essentielle dépréciée.

-Les ennemis animaux : Les plus dévastateurs et donc les plus redoutables sont les nématodes pathogènes. Par les attaques qu'ils occasionnent aux parties sous-terraines, ces derniers diminuent la longévité des cultures et les rendements.

I.2.6. Domaines d'application des huiles essentielles

Par leurs nombreuses et diverses propriétés, les plantes aromatiques et leurs essences trouvent leur emploi dans de multiples domaines tels que : l'alimentation, la pharmacie, la parfumerie et l'aromathérapie....

I.2.6.1. La phytothérapie

L'aromathérapie est une branche de la phytothérapie qui utilise les huiles essentielles pour traiter un certain nombre de maladies. En effet elles sont largement utilisées pour traiter certaines maladies internes et externes (Infections d'origine bactérienne ou virale, troubles humoraux ou nerveux). En médecine dentaire, plusieurs huiles essentielles ont donné des résultats cliniques très satisfaisants dans la désinfection de la pulpe dentaire, ainsi que dans le traitement et la prévention des caries [30,31]. La listerine qui est une solution constituée de l'huile essentielle de thymol et d'eucalyptol possède une grande activité bactéricide sur les micro-organismes de la salive et de la plaque dentaire [32].

I.2.6.2. Agro-alimentaire

La lutte contre les champignons toxigènes est l'un des objectifs de cette conservation, en effet ces micro-organismes élaborent des substances toxiques, les aflatoxines, les ochratoxines et les zéaralenones, réputés pour leurs effets hépatotoxique et cancérigène [33,34]. Plusieurs travaux ont montré que les HE de thym, d'origan, de cannelle et d'autres plantes aromatiques ont un effet inhibiteur sur la croissance et la toxigenèse de plusieurs bactéries et champignons responsables de toxi- infections alimentaires [35].

I.2.6.3. Parfumerie et cosmétologie

Les propriétés odoriférantes des huiles essentielles confèrent à ces dernières une consommation importante en parfumerie et en cosmétique. Elles présentent environ 60% des matières premières de l'industrie des parfums synthétiques, du par fumage, des savons et des cosmétiques. A la cosmétologie et le secteur des produits d'hygiène on notera la présence d'huiles essentielles dans les préparations démo pharmacologique (bais «calmant» ou «Relaxant»), et leur emploi dans les rouges à lèvres, les shampoings, les dentifrices, se sont surtout les huiles essentielles de lavande, de citron, de citronnelle, qui sont utilisées. On notera qu'il y a une possibilité d'adsorption percutanée des constituants terpéniques [36,37].

I.2.7. Toxicité des huiles essentielles

Les substances naturelles peuvent présenter des effets néfastes pour l'homme au même titre que certaines substances synthétiques. Les phénols et les aldéhydes qu'elles contiennent irritent la peau, les yeux et les muqueuses. Ce sont : Cannelle de Ceylan, Basilic exotique, Menthe, Clou de girofle, Niaouli, Thym à thymol, Marjolaine, Sarriette, Lemon-grass. De plus, certaines huiles essentielles peuvent provoquer des réactions cutanées allergiques [38]. C'est en particulier le cas des huiles essentielles suivantes : la cannelle de Ceylan, la menthe, la Litsée, la mélisse, le pin, ou la mousse de chêne. Les réactions de la maladie sont variées et peuvent apparaître jusqu'à 3 jours après le contact du produit avec la peau. Elles vont du simple prurit (démangeaison) à l'eczéma allergique en passant par des plaques, un aspect psoriasique, voire des pigmentations ou dépigmentations locales. La proportion de la population développant des allergies cutanées dues aux parfums est en augmentation car l'utilisation de parfums et de produits parfumés (cosmétiques, désinfectants parfumés, lessives, bâtons d'encens [39]. Ne cesse d'augmenter. Il a été démontré que les allergènes présents dans l'air jouent un rôle évident dans la formation d'eczéma de contact, soit par inhalation, soit par contact cutané. Les huiles essentielles qui sont utilisées en parfumerie peuvent irriter les muqueuses respiratoires et favoriser le déclenchement de crises d'asthmes pour les asthmatiques (comme par exemple les sprays désodorisants). Il a été rapporté qu'en présence de parfums, les personnes asthmatiques et développant des allergies de contact montrent des détresses respiratoires plus fréquentes que les personnes saines. Cependant, les mécanismes immunologiques n'ont pas été démontrés. Une ingestion accidentelle d'huile essentielle peut, selon la sorte et la quantité, générer une intoxication grave comme le coma et même la mort. Les huiles essentielles très liquides peuvent parvenir dans les voies respiratoires si elles sont malencontreusement avalées ou vomies. Cela peut conduire à une inflammation des poumons (pneumonie). Certaines huiles essentielles

comme le citron, l'orange amère et la bergamote deviennent sensibilisantes et toxiques seulement sous l'influence de la lumière. De plus, les huiles essentielles contenant des phénols sont toxiques pour le foie (clou de girofle, thym, origan). Les cétones et dans une moindre mesure les lactones sont neurotoxiques (romarin, sarriette, cèdre, camphre, thuya, aneth, hysope). La toxicité des huiles essentielles peut aussi provenir des contaminants (si l'huile essentielle est impure) et/ou des produits de dégradation de celles-ci car elles se modifient à l'air, à la chaleur et à la lumière. En effet la combustion de bâtons d'encens et de bougies parfumées ou seulement l'évaporation à chaud d'huile essentielle peut libérer des substances de combustion, des poussières fines, du formaldéhyde et d'autres substances volatiles qui peuvent solliciter les voies respiratoires.

Chapitre II

Généralités sur les graines de chia

II.1. Le chia (*Salvia hispanica*)

La chia (*Salvia hispanica*) est une plante herbacée annuelle de la famille des Lamiacées, originaire du Mexique. Cette sauge était cultivée pour ses graines alimentaires à l'époque précolombienne par les Amérindiens. Les graines de chia, qui furent une des bases de l'alimentation de plusieurs anciens peuples du Mexique, servirent aussi à des fins médicinales et comme offrandes aux dieux aztèques [40]. Après avoir été ignorées pendant des siècles, ces graines ont attiré l'attention des nutritionnistes pour leur haute teneur en lipides (25 à 38 %) comportant une forte teneur en acide alpha-linolénique (du groupe oméga-3) [41]. Depuis la fin des années 1990, une culture commerciale s'est développée dans plusieurs régions d'Amérique et d'Australie, pour fournir des graines aux magasins diététiques des pays développés. Le terme de chia dérive de chiyan désignant la sauge *Salvia hispanica* en nahuatl, la langue parlée par les nahuas. C'est un nom de genre féminin.

II.2. Description de la plante

Salvia hispanica est une plante annuelle d'environ un mètre de haut composée de tiges quadrangulaires. Les feuilles, portées par un pétiole de 40 mm de long, sont opposées, ovales à oblongues, et couvertes d'une pubescence blanchâtre. Elles font 40-60 × 80-100 mm, l'inflorescence porte sur ses rameaux des verticilles de fleurs blanches ou mauves [42]. Nous représentons sur la figure 4, une photo de la plante.



Figure 4 : Plante *Salvia hispanica* [42].

II.3. Les graines de chia

II.3.1. Description

Morphologiquement ces graines sont caractérisées par leur petite taille (longueur de 1,8 à 1,9 mm et largeur de 1,2 mm) et également par leur aspect marbré : taches ou lignes brisées marron se détachant sur un fond ardoisé clair lui-même discrètement ponctué. Dans le lot reçu un faible pourcentage de graines (soit 12,4 %) sont blanches et correspondent sans doute à des graines immatures. Le poids de cent graines est de 0,110 g, soit un peu moins de 1000 graines au gramme. Les graines sont ovales, la partie la plus arrondie étant située à l'opposé du hile. Celui-ci se présente comme une petite cicatrice linéaire déportée légère (figures 5 et 6) [42].

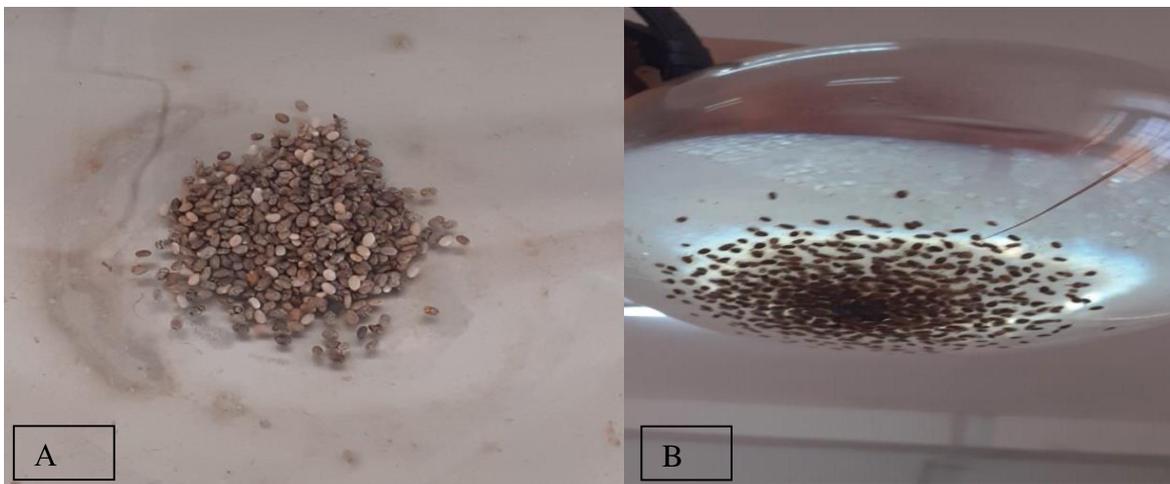


Figure 5 : (A) Vue picturale des graines de chia, (B) les graines de chia dans l'eau.

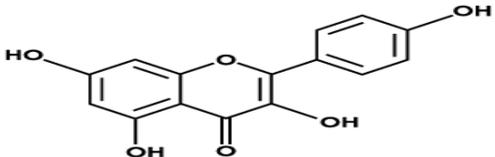
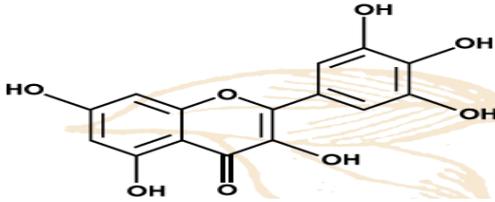
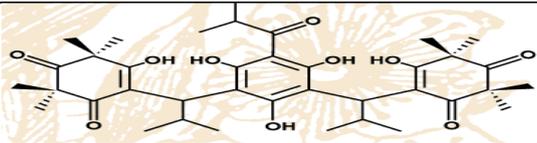


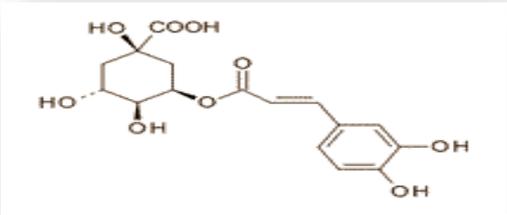
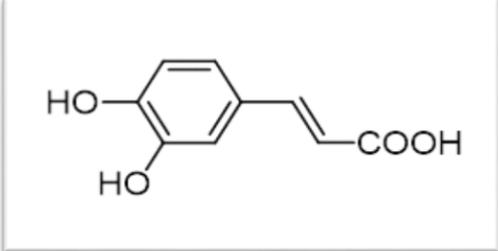
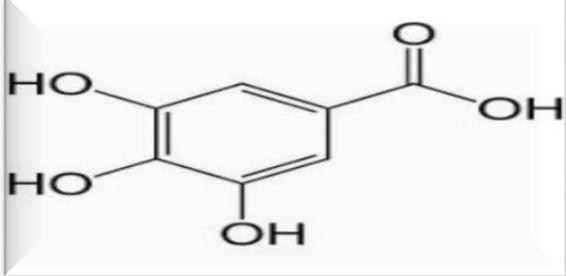
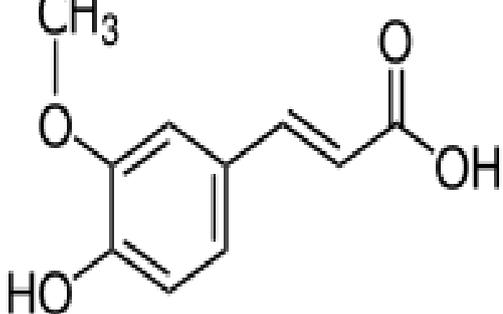
Figure 6 : Graines de chia agrandies, longueur d'une graine environ 2 mm.

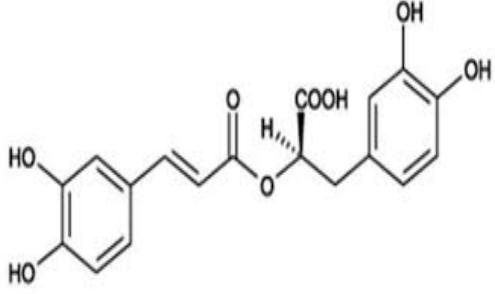
II.3.2. Constituants

Les graines de chia contiennent jusqu'à 38 % de matières grasses, 18 à 23 % de protéines, environ 40 % de glucides et de vitamines A, de la niacine, de la thiamine, de la riboflavine et de l'acide folique [43]. Il contient également les minéraux calcium, phosphore, potassium, zinc et cuivre ainsi que des antioxydants. Les graines de chia sont faibles en sodium. Le reste est constitué de fibres alimentaires, dont certaines se transforment en mucus ou en gel dans l'eau. Les graines normales et blanches diffèrent légèrement par leur contenu nutritionnel [44]. Les graines de chia sont riches en composés phénoliques, le plus souvent en flavonoïdes et en dérivés de l'acide cinnamique. Les graines contiennent des concentrations significatives d'acides gallique, caféique, chlorogénique, ferulique et rosmarinique, elles contiennent également de la myricétine, de la quercétine et du kaempferol [45]. Le tableau représente tous les composés chimiques des graines de chia [45].

Tableau 1 : Composition des graines de chia [45].

Nom	Description	Formule brute	Formule développée
kaempférol	Est un flavonoïde, c'est un pigment jaune	$C_{15}H_{10}O_6$	
Myricétine	Composé organique de la famille flavonols.	$C_{15}H_{10}O_8$	
Quercétine	C'est un flavonoïde présent dans les plantes comme métabolite secondaire.	$C_{15}H_{10}O_7$	

Acide chlorogénique	est l'un des principaux composés phénoliques du café	$C_{16}H_{18}O_9$	
Acide caféique	un composé organique naturellement présent dans toutes les plantes car c'est un intermédiaire clé dans la biosynthèse de la lignine.	$C_9H_8O_4$	
Acide gallique	Composé organique aromatique, largement répandu dans les plantes.	$C_7H_6O_5$	
Acide férulique	L'acide férulique est un acide organique présent, lui ou ses esters, dans de nombreuses plantes.	$C_{10}H_{10}O_4$	

Acide rosmarinique	L'acide rosmarinique est un polyphénol, dérivé de l'acide hydroxycinnamique, un des principaux composés actifs du romarin.	$C_{18}H_{16}O_8$	
--------------------	--	-------------------	--

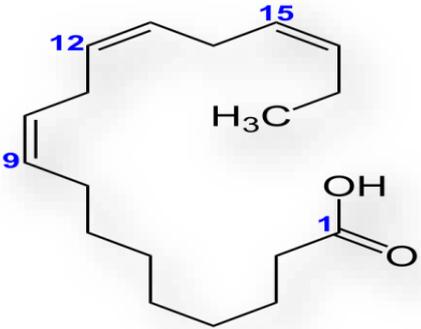
II.4. Huile essentielle de chia

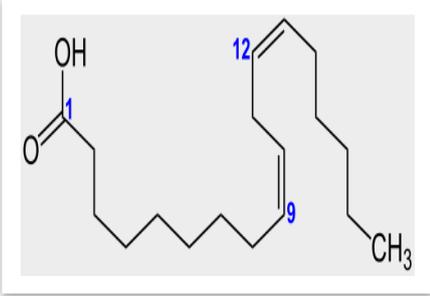
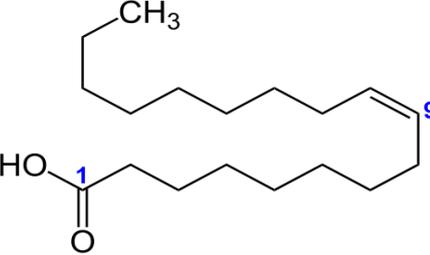
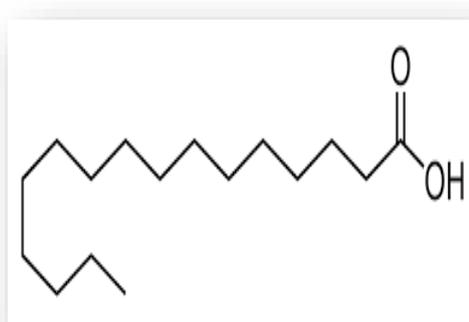
II.4.1. Composition

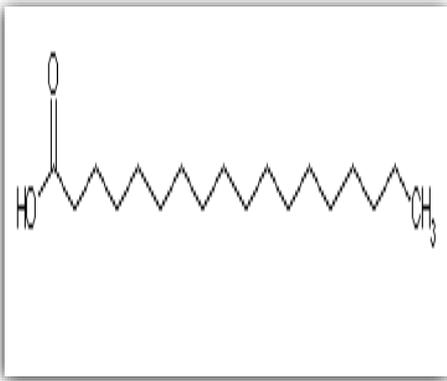
C'est un liquide jaune clair, transparent, inodore à légèrement agréablement parfumé de noisette. Ses principaux composants sont : Acides gras dont les triglycérides, environ 60% sont de l'acide α -linoléique [46]. Ainsi que de l'acide linoléique, des acides gras mono-insaturés tels que l'acide oléique et les acides gras saturés, l'acide stéarique et l'acide palmitique. L'huile contient également des vitamines, des minéraux et des antioxydants. Les propriétés de l'huile de chia sont similaires à celles de l'huile de lin.

Ses principaux composants sont rassemblés dans le tableau :

Tableau 2 : Principaux composants de l'huile des graines de chia [46].

Nom	Description	Formule brute	Formule développée
Acide α -linoléique	Est un triple acide gras insaturé avec 18 atomes de carbone et appartient au groupe des acides gras oméga-3.	$C_{18}H_{30}O_2$	

<p>Acide linoléique</p>	<p>C'est un acide gras diinsaturé à 18 atomes de carbone (18 :2), il appartient au groupe des acides gras oméga-6</p>	<p>$C_{18}H_{32}O_2$</p>	
<p>Acide oléique</p>	<p>Est le représentant le plus important des acides gras monoinsaturés (18 :1).</p>	<p>$C_{18}H_{34}O_2$</p>	
<p>Acide palmitique</p>	<p>C'est un acide organique saturé et compte parmi les acides gras (= acide carboxylique supérieurs).</p>	<p>$C_{16}H_{32}O_2$</p>	

Acide stéarique	C'est un acide gras saturé : il ne possède donc pas d'insaturation pouvant être oxydée par l'oxygène de l'air	$C_{18}H_{36}O_2$	
-----------------	---	-------------------	--

II.4.2. Répartition et localisation des huiles dans la plante

Les huiles essentielles peuvent être stockées dans tous les organes végétaux (feuilles, fleurs, écorces, racines, rhizomes, fruits et graines). La synthèse et l'accumulation sont généralement associées à la présence des structures histologiques spécialisées. Ces dernières sont souvent localisées sur ou approximativement à la surface de la plante : cellules à l'huile essentielles des Lauracées ou des Zingibéracées, poils sécréteurs des Lamiacées, des poches sécrétrices des Myrtacées ou des Rutacées, canaux sécréteurs des Apiacées ou des Astéracées [47].

II.5. Intérêts du chia

Ce n'est que récemment que des études agronomiques ont commencé dans le monde entier afin de chercher les différents intérêts de la plante de chia. Ces études, montrent qu'en plus de la consommation classique des semences, plusieurs utilisations innovantes des graines ainsi que des feuilles de chia ont été proposées [48].

II.5.1. Intérêts nutritionnels

Le chia est une culture oléagineuse avec une forte production d'acides gras, particulièrement d'oméga-3 et oméga-6 et de fibres, et elle est surtout utilisée pour des intérêts culinaires comme pour la phytothérapie. Les graines à leur tour, peuvent être consommées entières, après extraction de l'huile, ou moulues comme additif à d'autres ingrédients alimentaires [49]. Les graines de chia présentent une teneur élevée en protéines [48]. Et sont utilisées pour leurs propriétés nutritionnelles et médicinales, surtout pour améliorer l'endurance des athlètes lors de leurs activités physiques, comme coupe-faim, comme agent amincissant,

comme contrôle glycémique et comme régulateur intestinal [50]. Également, lors de l'imbibition, les graines hydratées secrètent un mucilage, la production de ce mucilage suggère de nombreuses applications [48]. Comme dans les boissons appelées "agua fresca" ou "chia fresca" au Mexique illustré dans la figure 7.



Figure 7 : Boisson à base de chia : "chia fresca".

Il est aussi utilisé couramment dans la préparation de l'eau douce, et comme enrichissant de produits de boulangerie [51]. Un adulte ayant un apport de 2 700 calories aurait besoin de 22,5 à 26,5 g/jour de graines ou de 6,9 à 7,9 g/jour d'huile pour atteindre les recommandations quotidiennes requises d'acides gras en ω -3 [52]. La chia peut-être incorporé dans l'alimentation humaine pour sa teneur et sa composition en protéines. L'huile extraite du chia peut-être utilisée comme assaisonnement [53]. Ou peut être ajoutée pour obtenir des aliments fonctionnels en association avec les graines [54, 55,56]. Les graines de chia ne contiennent pas de gluten ce qui les rend intéressants pour les régimes sans gluten qui sont de plus en plus adoptés. En effet, l'addition de chia aux farines sans gluten améliore leurs qualités nutritionnelles et n'affecte pas négativement leurs caractéristiques organoleptiques [57]. Aux Etats-Unis, en Amérique latine et en Australie, les graines de chia sont largement utilisées dans l'industrie alimentaire pour la production de pain, de barres, de biscuits et de produits de petit déjeuner. En plus de sa consommation culinaire, le chia peut être utilisé comme agent épaississant et stabilisant dans des produits alimentaires comme les conserves, yaourts, mayonnaises et sauces [58]. Ou pour remplacer les œufs ou l'huile dans les produits de boulangerie [48]. Les directives alimentaires américaines recommandent la consommation de chia comme source principale d'aliments, les germes de chia sont utilisés dans les salades, les graines de chia sont utilisées dans les boissons et les aliments à base de céréales et peuvent être consommées sous forme brute [59,60].

II.5.2. Intérêts médicaux

L'utilisation d'aliments à intérêts médicaux date de la nuit des temps où la médecine traditionnelle jouait un rôle important en prévention des maladies. *Salvia hispanica* L. a été consommée traditionnellement en Amérique centrale et méridionale pour ses graines grâce à ses avantages variés pour la santé, en particulier pour maintenir un taux de lipides sériques sain. Cet effet est dû à la présence d'acide phénolique et d'huile oméga 3/6 [61]. La présence d'acide chlorogénique, d'acide caféique, de myricétine, de quercétine kaempférol, acides gras insaturés bénéfiques, de protéines sans gluten, de vitamines, de minéraux et de composés phénoliques, font des graines de chia non seulement une source d'antioxydants mais aussi un aliment à de potentielles propriétés cardiaques, hépatiques protectrices, anti-âge et anticancérigènes. La plante de chia est très riche en fibres alimentaires bénéfiques pour le système digestif et le contrôle du diabète, ses effets thérapeutiques dans le contrôle du diabète, de la dyslipidémie, de l'hypertension, comme anti-inflammatoire, antioxydant, anticoagulant sanguin, laxatif, antidépresseur, anti-anxiété, analgésique, améliorant la vision et le système immunitaire sont scientifiquement établis [61]. Elle a été utilisée aussi dans des projets de recherche sur les médicaments contre les infections oculaires [62,63].

II.5.3. Intérêts commerciaux

La chia est couramment utilisée dans la préparation de l'eau douce, dans la préparation de la peinture (huile) et comme enrichissant de produits de boulangerie [52], ou comme assaisonnement en préparations culinaires ou comme additif dans les produits cosmétiques [53]. Les graines de chia sont aussi largement utilisées pour l'extraction de composés bioactifs pour le développement d'aliments fonctionnels [64]. Aux États-Unis, en Amérique latine, et en Australie, les graines de chia frappent le marché de l'industrie alimentaire. Le chia est commercialisé sous plusieurs formes comme le montre la figure 8 et dont :

- ✓ Graines entières
- ✓ Farine des graines de chia
- ✓ Gel de chia ou mucilage
- ✓ Huile des graines de chia
- ✓ Gélules de chia
- ✓ Jus de fruits avec des graines de chia



Figure 8 : Produits à base de chia.

Chapitre III

Techniques d'extraction

Il existe plusieurs méthodes pour extraire les huiles essentielles :

- Le soxhlet
- La macération
- La distillation
- Technique de la pression
- Extraction par solvant
- Hydro-diffusion
- Extraction à l'eau surchauffée
- Micro onde

III.1. Soxhlet

A. Description et principe de la méthode

L'appareil soxhlet (figure 9) se compose de trois parties : le ballon contenant le solvant, l'extracteur et le réfrigérant. La cartouche en cellulose, contenant l'échantillon de plante finement broyé, est placée dans l'extracteur en verre. Le ballon est chauffé grâce à une source de chaleur (chauffe ballon, bain de sable, ...). Lors de l'ébullition, les vapeurs passent par le tube de dérivation et se condensent dans le réfrigérant. Le solvant liquide arrive ensuite dans la cartouche et extrait peu à peu les composés solubles. Lorsqu'une partie du solvant, enrichie par les composés extraits, commence à retourner dans le ballon par le tube, une dépression se crée au niveau du tube capillaire, puis tout le liquide contenu dans l'extracteur revient dans le ballon. A nouveau, le solvant bout et contribue à une deuxième extraction suivit par un deuxième siphonage, et ainsi de suite. Cette manipulation est menée en continu pendant suffisamment de temps pour que tout le composé à extraire se retrouve dans le ballon. Il suffit, alors, de récupérer le contenu du ballon puis d'évaporer le solvant [65].

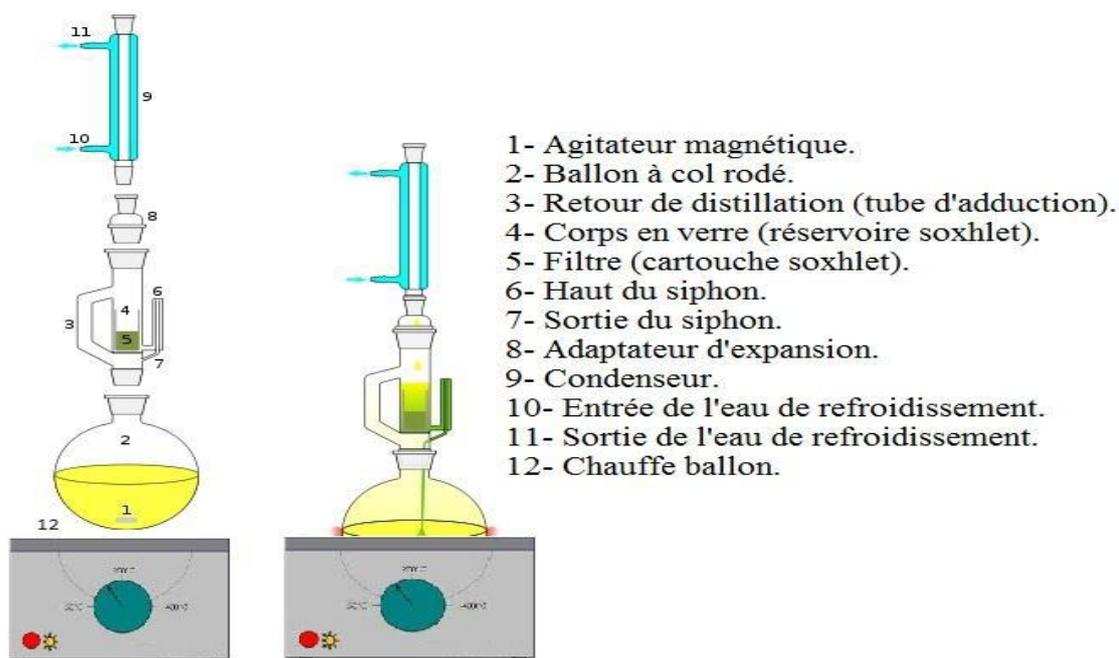


Figure 9 : Schéma d'un montage Soxhlet [66].

B. Utilités et avantages

- Le maintien d'une température relativement élevée d'extraction avec la chaleur du ballon à distiller.
- Le déplacement de l'équilibre de transfert en mettant à plusieurs reprises le solvant frais en contact avec la matrice solide.
- La méthode de soxhlet est très simple et bon marché [67].
- 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 [68].

C. Inconvénients

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

III.2. Macération

A. Description et principe de la méthode

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

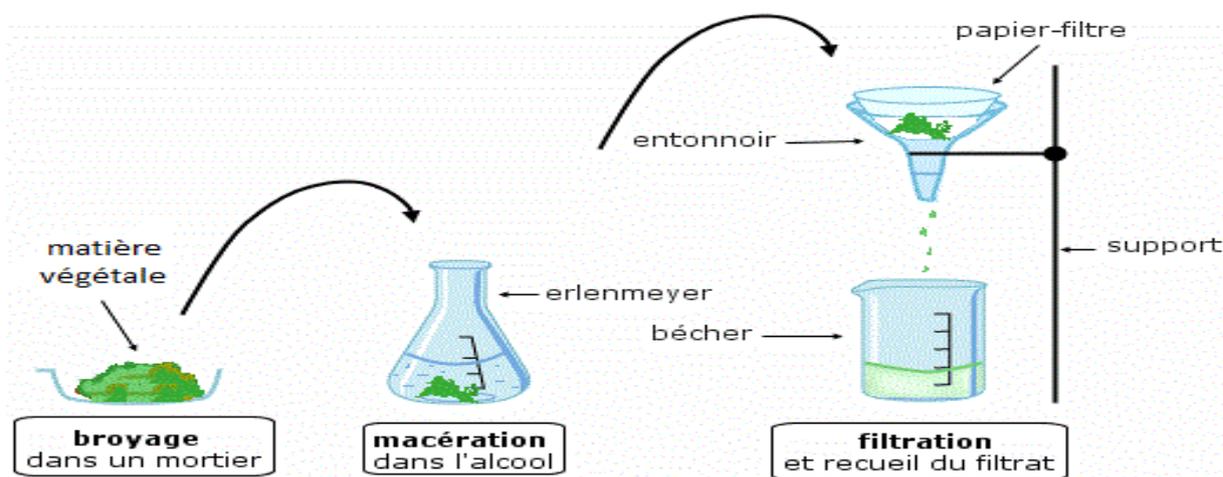


Figure 10 : Schéma d'un montage de macération [69].

C. Avantages

- Utiliser 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 [70].

D. 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. La distillation

C'est la technique la plus largement utilisée et la mieux adaptée pour obtenir les huiles essentielles les plus pures [71]. Le principe consiste à faire placer Les plantes dans un alambic industriel ou dans un ballon au laboratoire, puis chauffées avec de l'eau, de la vapeur ou les deux. La chaleur intense fait exploser ou éclater les cellules qui contiennent les huiles, et celles-ci se répandent dans la vapeur d'eau. Elles sont ensuite canalisées dans un condensateur et réfrigérées pour se liquéfier à nouveau. A la sortie, un essencier ou «séparateurflorentin» sépare l'huile qui flotte à la surface de l'eau de distillation (hydrolat) par différence de densités. Les molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau, un mélange azéotropique [72]. D'où l'avantage de cette technique qui réside en l'abaissement de la température de distillation de mélange, les composés sont donc entraînés à des températures beaucoup plus basses que leurs températures d'ébullition, ce qui évite leur décomposition.

III.3.1.1. Hydrodistillation

Il s'agit de la méthode la plus simple et, de ce fait la plus anciennement utilisée. La matière végétale est immergée directement dans un alambic rempli d'eau, placé sur une source de chaleur, le tout est ensuite porté à l'ébullition. Les vapeurs sont condensées dans un réfrigérant et l'huile essentielle se sépare de l'hydrolysat par simple différence de densité. L'huile essentielle étant plus légère que l'eau, elle surnage au-dessus de l'hydrolysat. Cependant, l'hydro distillation possède des limites. En effets, un chauffage prolongé et trop puissant engendre la dégradation de certaines molécules aromatiques [73]. Nous représentons sur la figure 11, le schéma de l'hydrodistillation.

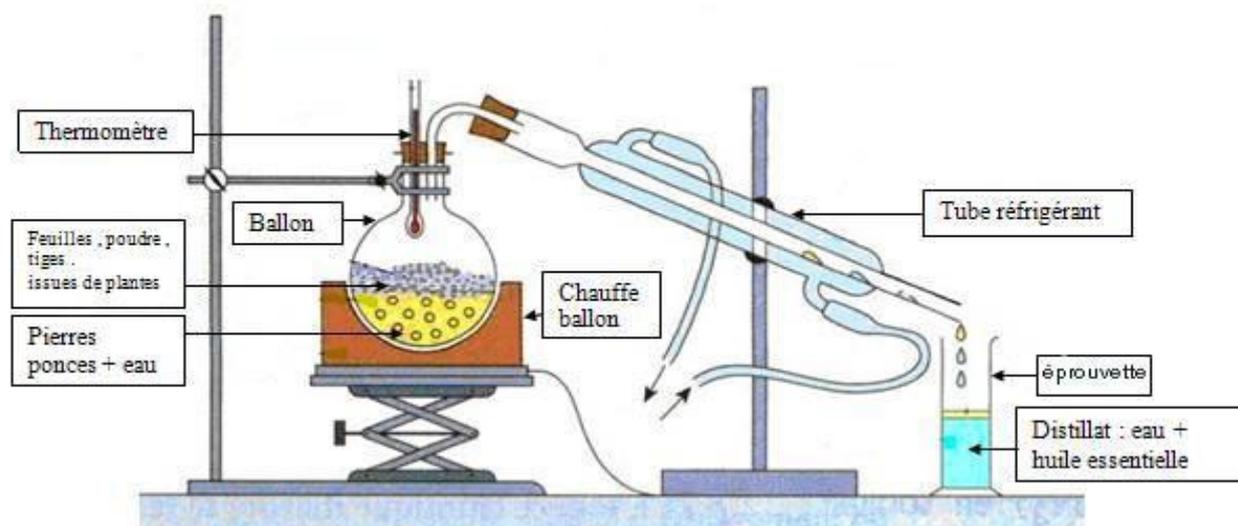


Figure 11 : Schéma simplifié d'un montage d'hydro-distillation [74].

III.3.1.2. Entraînement à la vapeur d'eau (Vapo-distillation)

A la différence de l'hydrodistillation, le matériel végétal n'est pas en contact avec l'eau, il est placé sur une grille ou une plaque perforée au-dessus de la base de l'alambic et placée à une distance adéquate du fond de l'alambic. La partie inférieure de celui-ci est remplie d'eau. Le niveau de cette dernière doit permettre d'éviter tout contact entre l'eau et la plante. Les composés volatils sont entraînés par un courant de vapeur d'eau et récupérés après condensation dans un vase florentin, où ils se séparent du distillat par décantation du distillat refroidi. L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile [75].

III.3.2. Techniques 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. 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 [76].

III.3.3. Extraction par solvant

L'extraction par solvant consiste à dissoudre les composés d'huiles essentielles dans un solvant non miscible avec l'eau et à séparer la phase organique contenant les composés à extraire de la phase aqueuse. Le solvant utilisé dépend de la partie de la plante à utiliser pour l'extraction. Par exemple, les feuilles, les racines, les fruits sont extraits avec du benzène avec ou sans mélange d'acétone ou d'éther de pétrole, à froid ou à point d'ébullition, tandis que les fleurs sont extraites avec des éthers. Le solvant pénètre dans la plante pour dissoudre les cires et la couleur de l'huile. L'extraction par solvant organique volatil reste la méthode la plus pratiquée. Les solvants les plus utilisés à l'heure actuelle sont l'hexane, le cyclohexane, l'éthanol, le méthanol, le dichlorométhane et l'acétone [77]. et Après l'extraction, le solvant est éliminé par distillation sous pression réduite en laissant derrière le concentré semi-solide, ce concentré est extrait avec de l'éthanol absolu. Le second extrait est refroidi pour précipiter les cires puis filtré. Cette solution alcoolique sans cire est distillée sous pression réduite pour éliminer l'alcool de l'huile essentielle.

III.3.4. Hydro-diffusion

Cette technique est relativement récente. Elle consiste à faire passer du haut vers le bas, et à pression réduite la vapeur d'eau au travers la matière végétale. L'avantage de cette méthode est d'être plus rapide donc, moins dommageable pour les composés volatils [78].

III.3.5. Extraction à l'eau surchauffée

En essayant de chercher des méthodes alternatives pour remplacer les solvants organiques dans l'extraction des produits naturels à partir des plantes, une technique utilisant l'eau surchauffée a été utilisée depuis quelques décennies. L'objectif était de réduire la pollution dans les lieux de travail et l'environnement et éviter les résidus indésirables des solvants organiques qui sont souvent présents dans les produits alimentaires et les parfums [79].

III.3.6. 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 d'une manière séquentielle. Les composés volatils sont entraînés par la vapeur d'eau formé à partir de la plante. Ils sont ensuite récupérés à l'aide des procédés classiques condensateur, 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 [80].

III.4. Choix de solvant d'extraction

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

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

III.5. Qualité et rendement des huiles essentielles

La composition chimique, la qualité et la quantité extraite d'une huile essentielle dépendent de plusieurs paramètres à savoir :

- Intrinsèques: les facteurs génétiques, la localisation, le degré de maturité
- Extrinsèques : le sol, le climat, l'environnement
- Technologiques : type de culture, mode de récolte, mode d'extraction.

Par conséquent la composition chimique d'une huile essentielle peut varier au sein d'un même genre botanique. Parfois ces variations peuvent s'observer au sein d'une même espèce, on parlera alors de chémotypes : il s'agit d'un polymorphisme chimique [81]. 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 [82]. 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 faibles.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 [83].

III.6. Facteurs influençant l'extraction

III.6.1. Matière végétale

- Le choix des plantes ;
- La provenance (région d'origine, le sol et le climat) ;
- Le stade végétatif et la partie de la plante distillée sont des paramètres qui influencent l'extraction [84,85].

III.6.2. Nature du solvant

Le choix du ou des solvants est très important. Il doit être d'une grande pureté et avoir un faible point d'ébullition pour pouvoir être éliminé facilement en limitant la perte de composés volatils. Il doit pouvoir extraire les composés polaires et apolaires ou bien être sélectif. Le choix du solvant est fonction de la matrice et des composés à étudier [86].

III.6.3. Méthode, température et durée d'extraction

-La nature des huiles essentielles dépend des méthodes d'extraction utilisées. Par exemple, l'extraction à froid permet l'obtention d'une essence alors que l'entraînement à la vapeur produit une huile essentielle [87].

-L'élévation de la température permet l'augmentation de la solubilité et de la diffusivité du soluté ainsi que la diminution de la viscosité. Elle doit être limitée pour éviter la dégradation thermique du soluté [88].

-La durée influence le rendement de l'extraction. Elle dépend du procédé utilisé et de l'objectif de l'extraction.

III.6.4. Taille des particules

Tous les auteurs s'accordent sur l'effet généralement positif du broyage sur les opérations d'extraction, en effet il 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 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 comme $6/d_p$ [89]. D'autre part, dans les opérations de transfert de matière par diffusion, le gradient de concentration augmente directement avec la diminution de la taille de la particule et le temps de traversée nécessaire intervient généralement proportionnellement au carré de la distance traversée. L'opération doit donc être nettement mieux intensifiée à la suite d'un bon broyage [90]. Nous

pouvons ainsi citer à titre d'exemples que de plus grands rendements d'extraction de composés phénoliques et d'anthocyanes ont été observés avec la diminution de la taille des particules de tournesol [91,92], Ou des résidus de pression de jus de cassis [93].

III.6.5. Nature et état du solide et du soluté

La nature et l'état physique du soluté ont une importance primordiale et déterminent le mécanisme de transfert de matière. Le soluté contenu dans ces corps est soit un solide, soit un liquide, stable ou non à la chaleur ou à l'atmosphère. Il est réparti uniformément en des teneurs variables dans le solide. Si le soluté est dispersé uniformément dans le solide, les parties superficielles sont dissoutes en laissant derrière elles un solide poreux. Le solvant doit ensuite pénétrer cette couche extérieure avant d'atteindre le soluté situé en profondeur. Le chemin du solvant est rendu de plus en plus difficile, traduisant ainsi une diminution de la vitesse superficielle. Lorsque la teneur en soluté est importante dans le solide, la structure poreuse peut être détruite par broyage. La dissolution ultérieure du soluté devient plus facile [94].

III.7. Contrôle et conservation des huiles essentielles

III.7.1. Conservation

Les huiles essentielles de bonne qualité peuvent se conserver plusieurs années sous certaines conditions. Elles sont volatiles, il ne faut donc pas oublier de bien fermer les flacons. Il est préférable de les conserver dans un flacon en aluminium ou en verre teinté (brun, vert, ou bleu) et de les garder à l'abri de la lumière à une température ambiante jusqu'à 20°C [95]. Il existe des normes spécifiques sur l'emballage, le conditionnement et le stockage des huiles essentielles ainsi que sur le marquage des récipients les contenant.

III.7.2. Contrôle

Les huiles essentielles doivent répondre à des normes analytiques, établies par des commissions nationales et internationales d'experts et imposées 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 [96].

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 du chia.

I.1. Matériel et produits chimiques utilisés

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

- **Tamiseuse** : L'opération de tamisage a été réalisée à l'aide d'une tamiseuse de marque RETSCH équipée d'une série de tamis de différentes dimensions. La durée du tamisage de 10 minutes.
- **Balance** : Toutes les pesées ont été réalisées sur une balance analytiques de marque SCALTEC SBC32, de précision égale à $\pm 0.0001\text{g}$.
- **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 plante, elle est de marque Mamert.
- **Spectrophotomètre infrarouge** : Les spectres IR de nos échantillons ont, ont été enregistrés un spectrophotomètre IR à technique ATR de marque Agilent technologie Cary 630.
- **pH-mètre** : La mesure de pH et la lecture de la température, ont été effectuées à l'aide d'un pH-mètre à affichage numérique de marque HANNA instruments, muni d'une électrode combinée, l'une en verre pour la mesure de pH et l'autre en acier pour la lecture de la température. L'appareil est préalablement étalonné avant chaque utilisation avec des solutions tampons de pH 4.7 et 9.

Tableau 3 : 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
Ether di – éthylique	$(C_2H_5)_2O$	74,12	99,5	SIGMA-ALDRICH
Hexane	C_6H_{14}	86,18	-	BIOCHEM
Chlorure d'hydrogène	HCl	36,460	36,5-38	SIGMA-ALDRICH
di-chlorure de calcium	$CaCl_2$	110,98	-	SIGMA-ALDRICH
Acétone	C_3H_6O	58.08	99%	BIOCHEM

I.2. Présentation de la graine 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 chia, 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 dans une épicerie à Bejaia. 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... [97]. Dans cette étude nous avons utilisé trois 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 concrète et en huile essentielle.

I.3.1. Extraction au Soxhlet

L'extraction par l'appareil soxhlet, est une méthode simple qui permet d'effectuer une extraction solide-liquide avec une grande efficacité. Dans le cadre de notre travail, nous avons étudié, l'effet de l'état de la plante (sèche ou fraîche et de la nature du solvant (éthanol, acétone ou hexane) sur le rendement en huile essentielle et pour cela nous avons adopté le mode opératoire suivant :

a) Mode opératoire

Nous avons introduit dans un ballon de 500 mL à fond plat, 200mL de solvant d'extraction. D'autre part, nous avons pesé 15g de matière végétale, que nous avons enveloppé dans des cartouches en cellulose (papier filtre enduci sous forme d'une cartouche), que l'on a mis dans l'extracteur. Une fois le système de réfrigération et de chauffage sont mis en marche, nous observons des vapeurs de solvant qui se condensent au niveau de réfrigèrent puis tombent goutte à goutte sur la cartouche. Au bout d'un certain temps, le solvant entame son extraction et forme un cycle fermé d'extraction que nous pouvons décomposer en plusieurs étapes : [ébullition, vaporisation, condensation, extraction]. Lorsque le solvant d'extraction atteint le niveau supérieur du siphon, le siphon s'amorce et la solution retombe dans le ballon à travers le t-ube de siphonage et se concentre. Pour cela, nous avons réalisé plusieurs siphonages (six). Après refroidissement, nous avons enlevé la cartouche et récupéré la concrète que nous avons mis dans l'étuve portée à une température de 103c°.

I.3.1.1. Effet des différents paramètres sur le rendement en absolue

I.3.1.1.1. Effet de la granulométrie

Le but de cette étude est de déterminer l'effet de la granulométrie des graines de chia sur le rendement en huile essentielle. Nous avons d'abord séché à l'étuve à 103 °C et broyé les

graines à l'aide d'un pilon et un mortier, puis nous avons procédé au tamisage en utilisant une série de tamis de différentes dimensions (0.25, 0.3, 0.5 et 1) mm, puis nous avons réalisé l'extraction au Soxhlet pendant 3 heures pour chaque fraction à la température de 100°C et une masse de matière végétale de 15g.

I.3.1.1.2. Effet du temps et de la nature du solvant d'extraction

Dans cette étude, nous avons fait varier, le temps et la nature du solvant d'extraction sur le rendement en huile essentielle. Pour cela nous avons travaillé avec des temps allant de 60 à 180 minutes, avec une incrémentation de 60 minutes et une masse de matière végétale de 15g à 100 °C pour la fraction la plus fine 0.25mm.

I.3.1.1.3. Effet de la masse de la matière végétale

Nous avons étudié dans cette partie l'influence de la masse de la matière végétale (graines de chia) sur le rendement en huile essentielle. Nous avons donc fait varier la masse des graines de chia de 15 à 45g avec un pas de 15 g. Le temps d'extraction et la température du milieu réactionnel, ont été fixés respectivement à 3 heures et 100°C.

I.3.1.1.4. 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 trois heures et une masse de matière végétale 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 remis encore une autre fois à l'étuve pour éliminer complètement le solvant utilisé.

I.3.3. Macération

Dans notre étude, nous avons réalisé des macérations à froid avec l'éthanol, l'hexane et l'acétone.

A) Mode opératoire

Nous avons mélangé dans un bécher de 500 mL, 15g de matière végétale sèche et 200mL d'un solvant (éthanol, acétone, hexane). L'ensemble est soumis à une agitation pendant 20 minutes à 20°C, puis nous avons laissé macérer pendant 24h. Ensuite nous avons filtré la solution à l'aide d'un papier filtre, puis nous l'avons 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.4. Calcul du rendement

Pour calculé le rendement en appliquent les deux formules (1 et 2) suivant :

Les rendements, en concrète et en absolue ont été calculés en appliquant respectivement les équations (1) et (2).

- **Pour la concrète**

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

- **Pour l'absolue**

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

I.5. Méthodes de caractérisation

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

I.5.1. Paramètres organoleptiques

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

I.5.2. Analyses physiques

Les paramètres physico-chimiques étudiés sont :

I.5.2.1. La densité

La densité est une constante physique intrinsèque des corps liquides, gaz, ou solides.

Pour les huiles essentielles, sa mesure représente un paramètre principal permettant de mieux la caractériser. Elle est mesurée à l'aide d'un pycnomètre, la relation de la densité pour les liquides purs est exprimée à 20°C dans l'équation (3) [98].

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

d_{20} : Densité à 20°C ;

M_0 : Masse du pycnomètre vide (g);

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

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

a) Mode opératoire

Après avoir nettoyé le tube du densimètre avec de l'eau distillée, nous l'avons plongé dans la solution d'huile essentielle. Les valeurs de la densité et de la température sont affichées sur l'écran du densimètre. La photo du densimètre électronique utilisé est représentée sur la figure 12.



Figure 12 : Densimètre électronique.

I.5.2.2. L'indice de réfraction

C'est une grandeur sans dimension, caractéristique d'un milieu, décrivant le comportement de la lumière dans celui-ci [99]. Elle est mesurée couramment par le réfractomètre d'Abbe [100].

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

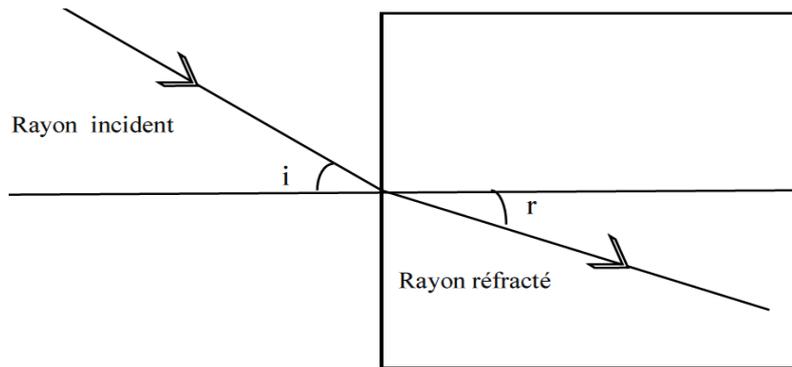


Figure 13 : Diffraction d'un faisceau monochromatique.

a) Mode opératoire

Le réfractomètre dispose d'une lame en verre sur laquelle l'échantillon est déposé. L'appareil a d'abord été ajusté avec de l'eau distillée, puis séché. On place ensuite une goutte d'huile essentielle sur le prisme du réfractomètre et on effectue la mesure. L'indice de réfraction final est donné par l'équation (5).

$$[n]_D^{t'} = n_D^t + 0.0004 [t' - t] \quad (5)$$

Avec :

n_D^t : Indice de réfraction de référence ;

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

t : Température (20°C) ;

t' : Température au moment de la mesure.

Le réfractomètre utilisé est représenté sur la figure 14.



Figure 14 : Réfractomètre.

I.5.3. Analyses chimiques

I.5.3.1. pH (potentiel hydrogène)

Le pH ou « potentiel hydrogène » mesure l'activité chimique des ions hydrogènes H^+ en solution. Le pH mesure l'acidité ou la basicité d'une solution. Cette méthode décrit l'acidité ionique du produit à analyser, son principe consiste à introduire l'électrode du pH-mètre dans le produit après le réglage de la température d'étalonnage. La lecture se fait directement sur le pH-mètre.

$$pH = -\log[H_3O^+] \quad (6)$$



Figure 15 : pH-mètre.

I.5.3.2. Indice d'acide

L'indice d'acide d'une huile essentielle est le nombre de mg d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres (AGL) contenus dans 1 g de corps gras. Il mesure la quantité d'AGL présents dans un corps gras. La teneur en acides gras libres des corps gras augmente avec le temps, l'indice d'acide permet donc de juger de leur état de détérioration.



Cet indice est calculé selon l'équation (8) :

$$I_A = \frac{V \cdot \frac{M}{m}}{100} \quad (\text{mg KOH/ 1g d'huile}) \quad (8)$$

Avec :

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

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

m : Masse d'huile essentielle (g).

I.5.3.3. Pourcentage d'acidité (%)

Le pourcentage d'acidité d'une huile est calculé selon l'équation (9) :

$$A (\%) = \frac{N \cdot M \cdot V}{m \cdot 1000} * 100\% \quad (9)$$

Avec :

M : Masse molaire d'acide oléique (g/mol) ;

m : Masse d'huile essentielle (g) ;

V : Volume de KOH (0,1N) versé (mL) .

N : Normalité de KOH (0.01N).

a) Mode opératoire

Nous avons pesé 20 mL d'éthanol avec 2g d'huile essentielle. Nous avons titré énergétiquement avec la solution de KOH (0,01 N) en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré. Nous avons noté au premier point de virage le volume de KOH versé.

I.5.3.4. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde mesure le degré de rancidité des matières grasses due à l'exposition à l'air, ce qui entraîne la formation de peroxydes à partir des acides gras non saturés. Il est déterminé par la relation (10) :

$$I_P = \frac{V \times N \times 1000}{m} \quad (10)$$

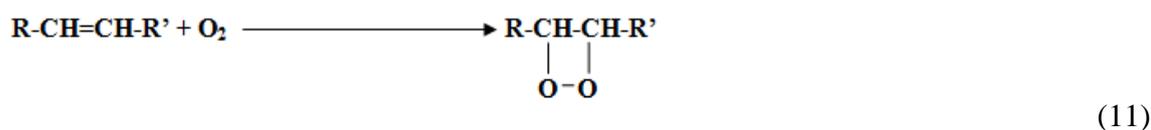
Avec :

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

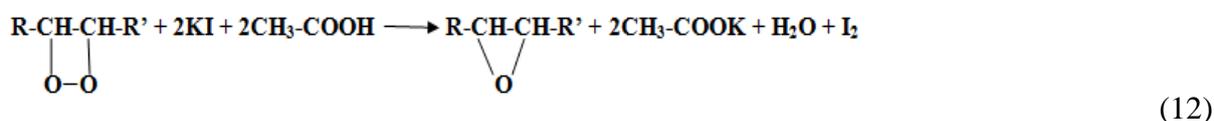
N : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisé (eqg/L) ;

m : Masse de l'huile essentielle (g).

- Réaction de formation du peroxyde :



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



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



a) Mode opératoire

Dans un flacon de 250mL, nous avons introduit 3g d'huile essentielle que nous avons dissout dans 10 mL de chloroforme et 15 mL d'acide acétique. Ensuite nous avons rajouté 1mL de solution d'iodure de potassium, bouché aussitôt le flacon, agité pendant une minute et laissé reposer pendant cinq minutes à l'abri de la lumière puis nous avons rajouté 75 mL d'eau distillée. Nous avons titré tout en agitant vigoureusement en présence d'empois d'amidon comme indicateur, l'iode libéré, avec la solution de thiosulfate de sodium 0.01 N. Nous avons effectué le même procédé mais cette fois sans le corps gras (essai à blanc).

I.5.3.5. Indice de saponification

C'est la masse en milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et saponifier les acides gras combinés (esters) présents dans un gramme de corps gras. Cet indice est calculé par la relation (14) :

$$I_s = \frac{(V_0 - V_1) * (M * N)}{m} \quad (14)$$

Avec :

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

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

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

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

a) Mode opératoire

Nous avons introduit 01g d'huile essentielle dans ballon à fond plat et avons rajouté 25mL de KOH de normalité (0.5N), le mélange est chauffé à reflux pendant une heure sous agitation. A la fin de la manipulation, le mélange qui contient la solution savonneuse est refroidi puis titré avec la solution de HCl de normalité 0.5N en présence de la phénolphtaléine comme indicateur coloré.

I.5.3.6. Indice d'ester

I_E est le nombre de milligramme de potasse nécessaire pour saponifier les esters présents dans 1 gramme d'huile essentielle [101]. Il est donné par la relation (15).

$$I_E = I_S - I_A \quad (15)$$

Avec :

I_E : Indice d'ester ;

I_S : Indice de saponification ;

I_A : Indice d'acide.

I.5.3.7. Indice d'iode

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

Cet indice est calculé par la relation (16).

$$I_I = \frac{12.69 \times N \times (V_1 - V_2)}{m} \quad (16)$$

I_I : indice d'iode ;

Avec :

N : normalité du thiosulfate de sodium ;

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

V_1 : 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 0.2g 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 goutte) 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.6. Les antioxydants

I.6.1. Extraction

a) Mode opératoire

Nous avons mélangé dans un bécher de 250mL, 10g d'huile essentielle de chia avec 50 mL de méthanol à 80% et soumis l'ensemble à une agitation pendant 1 heure à température ambiante. Ensuite nous avons filtré le mélange puis titré le résidu avec 50mL de méthanol à 80 % pendant 30 min à température ambiante, ensuite nous avons filtré, récupéré le résidu et avons répété cette opération trois fois. Les trois filtrats obtenus ont été mélangés.

I.6.2. Les polyphénols

I.6.2.1. Dosage

Pour le dosage des polyphénols, nous avons utilisé le mode opératoire représenté sur la figure 16

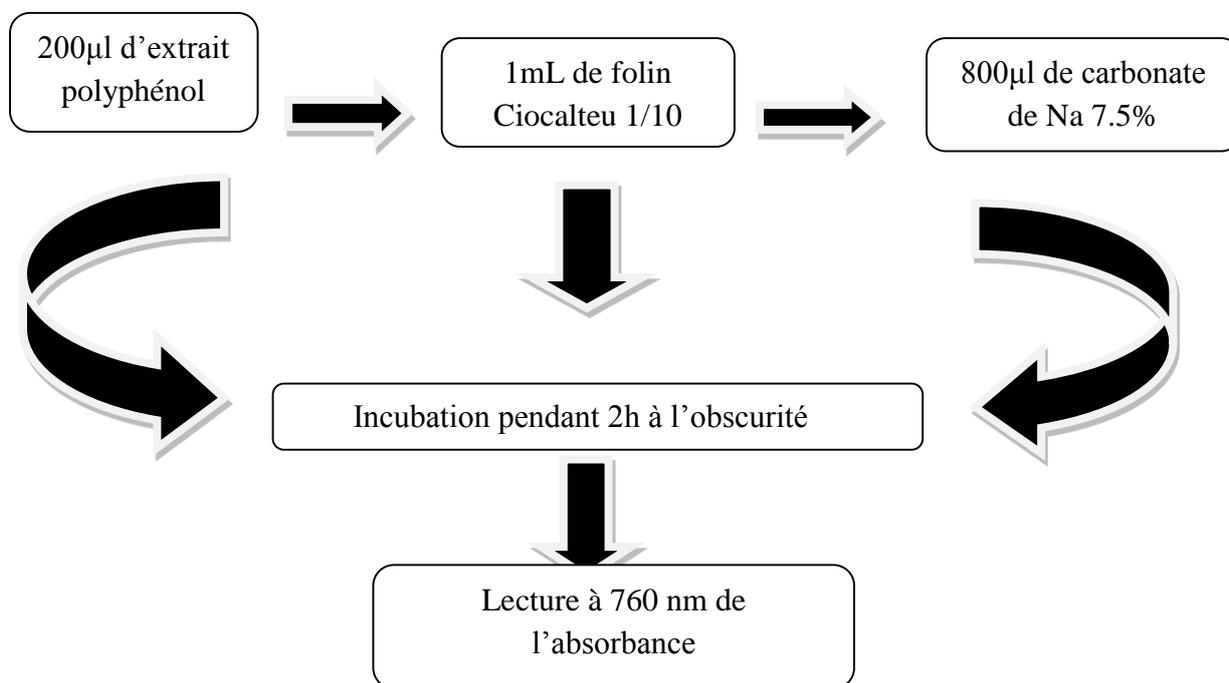


Figure 16 : Protocole de dosage des polyphénols selon [102].

I.6.3. Les flavonoïdes

I.6.3.1. Dosage

Le protocole du dosage des flavonoïdes est représenté sur la figure 17

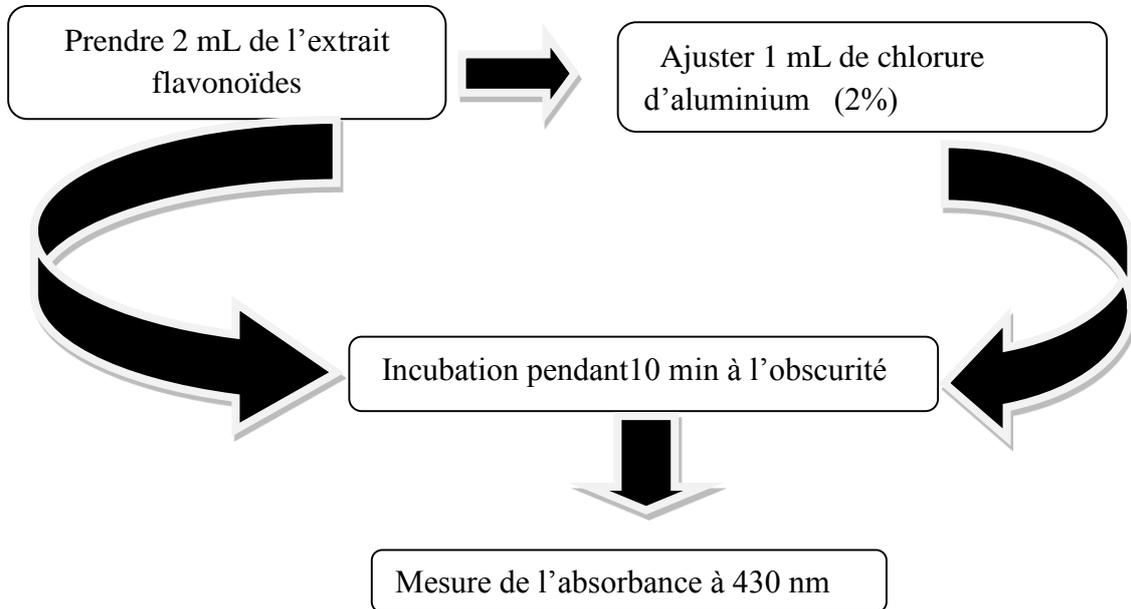


Figure 17 : Protocole de dosage des flavonoïdes [103].

I.7. Vitamine E

I.7.1. Extraction de la vitamine E

Nous introduisons dans un bécher 5g d'huile essentielle de chia que nous avons dissout dans 100mL d'une solution méthanolique d'acide ascorbique obtenue en mélangeant :

- 0,5g d'acide ascorbique
- 4mL d'eau distillée
- 20 mL d'éthanol
- Ajouter a 100mL avec méthanol
- On met au bain Marie 15 à 20 min ;
- On remet au bain Marie 40min ;
- On transvase 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 Na_2SO_4 ;
- On extrait à nouveau avec 120mL d'éther éthylique ;
- On filtre, on évapore et on concentre à 1 mL.

I.7.2. Dosage

Nous avons préparé dans l'hexane des solutions ajout des concentrations bien déterminées à 2mL de chaque solution fille, nous ajoutons 1 mL de réactif phenantadine a 0,01% et 0,5mL de FeCl₃ (FeCl₃ dans l'éthanol) après 3min on mesure l'absorbance a 510nm.

I.8. Méthodes spectroscopiques

I.8.1. Absorbance spécifique au rayonnement UV

La détermination des coefficients d'absorption 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 228 nm et 270 nm, est liée à la formation de diènes conjugués et triènes, du fait des procédés d'oxydation ou de raffinage.

L'équation (19) représente l'extinction :

$$K\lambda = \frac{E\lambda}{S * C} = \frac{E\lambda}{m} \quad (17)$$

Avec :

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

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

m : Masse de l'échantillon ;

S : Epaisseur de la cuve (cm) ;

C : Concentration de la solution à analyser (5g/100mL).

I.8.2. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse prisée, 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 ... [104].

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) ... [105].

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 la graine de chia

I.9.1. pH (potentiel hydrogène)

a) Mode opératoire

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

I.9.2. Taux d'humidité (%)

a) Mode opératoire

Nous avons mis 15 g de graines de chia dans une capsule après les avoir séché. L'ensemble est introduit dans l'étuve chauffée à 103°C pendant 2h. Nous avons ensuite retiré les capsules de l'étuve et les avons mises dans un dessiccateur jusqu'à ce qu'elles aient refroidi complètement et les avons pesé après séchage. Le taux d'humidité est calculé par les relations (20) et (21) :

$$\bullet \text{ Taux en matière sèche (\%)} = \frac{\text{masse de la matière séchée}}{\text{masse de la matière végétale fraîche}} \times 100 \quad (18)$$

$$\bullet \text{ Taux d'humidité (\%)} = 100 - [\% \text{ en matière sèche}]. \quad (19).$$

Chapitre II

Résultas et discussion

Dans ce chapitre, nous présenterons et discuterons les résultats obtenus au cours de notre étude. Nous discutons en premier lieu l'effet de certains paramètres (Durée et nature du solvant d'extraction (éthanol, acétone et hexane), masse et granulométrie de la matière végétale et la température d'extraction) ainsi que le mode d'extraction (soxhlet ou macération), sur le rendement en huile essentielle. Ensuite nous discuterons les résultats de la deuxième partie de ce travail qui représente la partie la plus importante et qui porte sur la caractérisation physico-chimique et spectrale de l'huile et de la graine utilisée (chia).

II.1. Techniques d'extraction

II.1.1. Extraction par Soxhlet

II.1.1.1. Effet de la granulométrie

Nous avons étudié dans cette partie, l'influence de la granulométrie des graines de chia sur le rendement en absolue. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure 18.

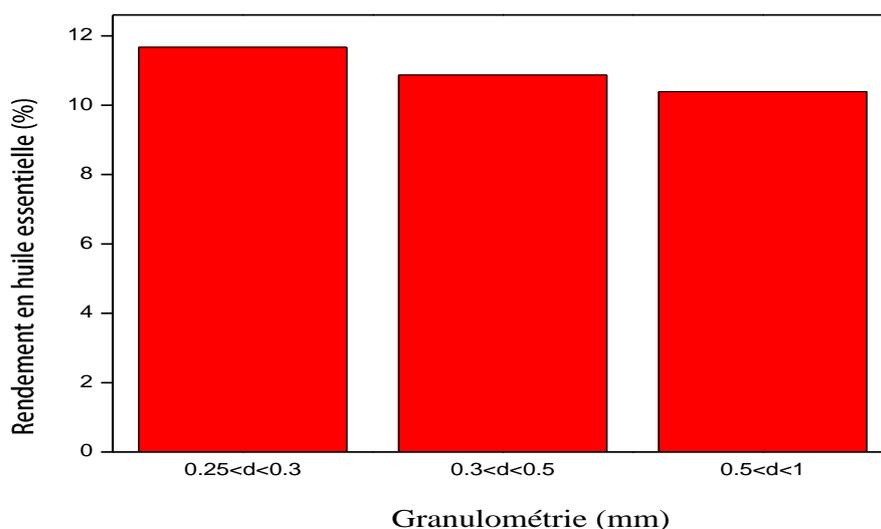


Figure 18 : Effet de la granulométrie sur le rendement en absolue.

La figure 18 montre que le rendement en absolue ou huile essentielle augmente quand la granulométrie diminue. En effet le rendement le plus élevé en absolue (11.67 %) est atteint pour la granulométrie la plus fine (0,25mm), ceci est dû à la facilité de la dissolution et de l'éclatement des gouttelettes d'huile dans la fraction fine.

II.1.1.2. Effet du temps et de la nature du solvant d'extraction

Le rendement en absolue est déterminé par rapport à une masse de graines de chia de 15 g, à une température de 100°C, pour des temps d'extraction de 60, 120 et 180 minutes et avec différents solvants d'extraction (éthanol, acétone et hexane). Nos résultats sont représentés dans le tableau 4

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

Nature du solvant d'extraction	Temps d'extraction (min)	Rendement en absolue (%)
Acétone	60	10.39
	120	10.87
	180	11.67
Ethanol	60	2.32
	120	3.12
	180	4.59
Hexane	60	4.06
	120	5.19
	180	5.93

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

Tableau 5 : Quelques propriétés 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 5 :

- Le rendement en huile essentielle augmente avec l'accroissement du temps d'extraction ;
- L'acétone est le solvant qui a donné le meilleur rendement en huile essentielle. Cette différence est due à la polarité, qui est plus élevée que celles de l'éthanol et de l'hexane.

Pour la suite de notre étude, nous avons fixé, le temps d'extraction à 180 minutes, la température à (100°C) et utilisé l'acétone comme solvant d'extraction.

LII.1.1.3. Effet de la masse des graines de chia

Nous nous sommes intéressés dans cette partie à l'influence de la masse des graines de chia, le rendement en huile essentielle. Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau 6.

Tableau 6 : Effet de la masse des graines de chia sur le rendement en huile essentielle.

Masse des graines de chia (g)	Rendement en huile essentielle (%)
15	11,67
30	11,85
45	12,02

Il apparait sur le tableau 6 que :

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

II.1.1.4. Effet de la température

Nous avons suivi l'effet de la température sur le rendement en huile essentielle, récupérée. Le temps d'extraction a été fixé à 180 minutes, nous avons utilisé 45g des graines de chia. Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 7.

Tableau 7 : Effet de la température, sur le rendement en huile essentielle.

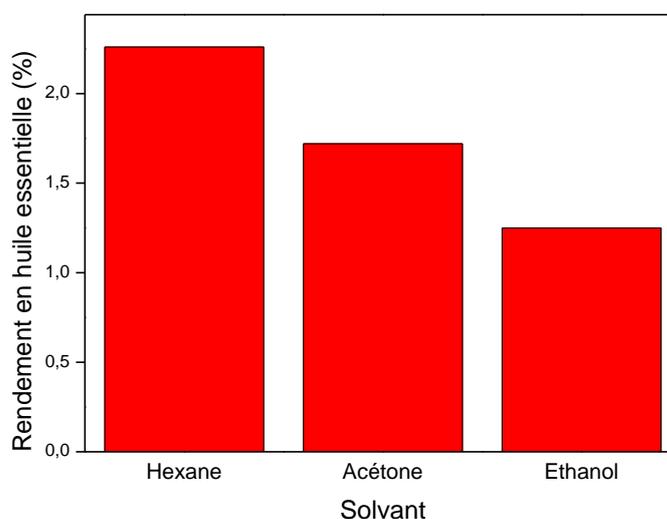
Température (°C)	Rendement en absolue (%)
100	12,02
150	12,89
200	12,92

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 stabilise, Cela nous amène à dire que 150°C, est la température la plus adéquate pour l'extraction des huiles essentielles des graines de chia, car au-delà, l'huile peut se dégrader.

II.1.2. Extraction par macération

Nous nous sommes intéressés dans cette partie à l'extraction par la méthode de macération à froid. Nous avons mélangé 15 g de graines de chia avec 200 mL de solvant (éthanol, acétone ou hexane). Les résultats obtenus sont représentés sur le figure 19.

**Figure 19** : Comparaison des rendements des trois solvants.

- Nous remarquons sur la figure 19 que l'hexane est le solvant qui a donné le meilleur rendement en huile essentielle.

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 chia (jaune claire à jaune orangé).

Tableau 8 : Influence de procédé d'extraction sur la couleur de l'huile essentielle.

Technique	Norme	Macération	Soxhlet
Couleur	Jaune clair à jaune orangé	Jaune clair	Jaune orangé

Les couleurs observées dans le cas de notre huile, nous indiquent la présence de pigments caroténoïdes (xanthophylles), lesquels jouent un rôle très important dans la nutrition et la santé, car ils présentent des propriétés anti-oxydantes... [106].

II.2.1.2. Aspect

Les huiles essentielles extraites des graines de chia, ont un aspect liquide ce qui confère à nos extraits une bonne mobilité et une faible limpidité.

II.2.2. Paramètres physico-chimiques

La détermination des paramètres physico-chimiques a été faite pour l'huile extraite par la technique du soxhlet parce que c'est elle qui a donné un meilleur rendement.

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 9.

Tableau 9 : Densité de l'huile essentielle.

Densité	Valeur	Norme
	0,9208	0,82-0,99

La densité est une caractéristique physique d'une grande importance lors de l'évaluation de la qualité d'une huile. Il ressort du tableau 9, que la valeur obtenue de la densité est dans la

norme AFNOR (NFT 75, 111.2000), mais avec de grandes valeurs (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. Les résultats obtenus dans notre étude, sont comparés à la norme AFNOR NFT 75-112-2000 et regroupés dans le tableau 10.

Tableau 10 : Indice de réfraction.

Indice de réfraction(°)	Valeur	Norme
	1,4829	[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 mon-terpènes, et en dérivés oxygénés. Une forte teneur en mon-terpènes donnera un indice de réfraction élevé, dans notre cas les indices de réfraction de notre huile est proche de la norme AFNOR NFT 75-112-2000, ce qui confirme que notre huile se réfracte faiblement par la lumière monochromatique ce qui favorise son utilisation en cosmétologie.

II.2.2.1.3. 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 :

$$Ic = 1,29A_{460} + 69,7A_{550} + 41,2A_{620} + 56,4A_{670}$$

Tableau 11 : Valeurs des absorbances à différentes longueurs d'ondes.

Longueur d'onde (nm)	Absorbance
460	0,428
550	0,291
620	0,268
670	0,284

L'indice de couleur calculé (Ic) est égal à 47,8940, ce qui correspond à une couleur jaune

orangée. Selon les normes internes du complexe agro-alimentaire Cevital [norme ISO], cette couleur correspond à des valeurs qui varient entre 30 et 70.

II.2.2.2. Analyses chimiques

II.2.2.2.1. pH (potentiel hydrogène)

Les résultats, obtenus sont rassemblés dans le tableau 12.

Tableau 12 : pH de l'huile essentielle.

pH	Valeur	Norme
	4,3	3,8 à 5

Il ressort des résultats du tableau 12, que le pH de notre huile est acide, et répond aux normes données par la pharmacopée européenne [107].

II.2.2.2.2. Indice d'acide

Il est calculé en utilisant, l'équation (8). Le volume de la solution de KOH versé est de 0.6 mL et la masse de l'huile est de 1g. La valeur de l'indice d'acide (IA) obtenue dans le cas de nos huiles essentielles est de 1,66 mg KOH/ 1g d'huile, elle est dans le domaine de la norme fixé par la "ANSM" (France) < 2 pour les huiles essentielles à usage médical.

II.2.2.2.3. Acidité (%)

La normalité de KOH, les masses de l'acide gras, le volume de KOH versé et la masse de l'huile, sont respectivement égales à 0,1N, 282g/mol, 3,5ml et 1g. Le pourcentage d'acidité a été déterminé avec l'équation (9). L'acidité de notre huile essentielle A (%) est de 0,839 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 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 (14).

Avec :

$V_0=22,90$ mL ;

$V_1=15,8$ mL ;

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

$m = 1,0136$.

-La valeur de l'indice de saponification I_s de notre huile est de 196.48 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) [108]. 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 longue chaîne hydrocarbonées.

II.2.2.2.5. 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 (15). La valeur de l'indice d'ester de notre huile est de 194,82 mg KOH/1g d'huile, Ce qui signifie que notre huile contient une quantité appréciables 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 [109].

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 (16).

Avec :

m (échantillon) = 0,1159 g

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

$V_1 = 6,80 \text{ mL}$

La valeur de l'indice d'iode de notre huile est de 96,89 g/100 g d'huile, valeur proche à celle de l'huile de colza 97-107 g/100 g d'huile). 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 de peroxyde

L'oxydation d'une l'huile commence après la cueillette et continue pendant le stockage et la conservation. Les premiers produits formés par l'attaque de l'oxygène, activé sur les doubles liaisons des chaînes d'acides gras, sont des composés peroxydés instables, et des hydro-peroxydes dont la structure va dépendre de la nature des acides gras attaqués (acides mono, di, tri ou polyinsaturés). L'indice de peroxyde est l'un des paramètres importants qui

peuvent nous renseigner sur la qualité d'une huile essentielle, nous avons appliqué pour la détermination de ce paramètre, l'équation(10). Avec :

V à l'équivalence = 2,4 mL

N= 0,01 méq/L ;

m= 3,0298 g.

L'indice de peroxyde I_p de notre huile est de 73.93 méq O_2 /kg, il est élevé comparé à la norme donnée [13,5meq O_2 /kg d'huile] [110]. 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 en l'action de l'air, ou au contraire, les peroxydes qu'il contient peuvent être détruits si matière grasse est portée au cours des manipulations à plus de 150°C.

II.3. Les antioxydants

II.3.1. Polyphénols

C'est la présence d'au moins deux groupes phénoliques associés en structures plus ou moins complexes. Les résultats pour le dosage des polyphénols sont exprimés en (mg/100g d'extrait) en utilisant l'équation de régression linéaire de la courbe d'étalonnage (figure 20).

Avec :

- M (échantillon)= 1,0070g
- Extrait méthanolique : 11 mL
- $\lambda=760$ nm
- T=0,08
- Abs= 0,212

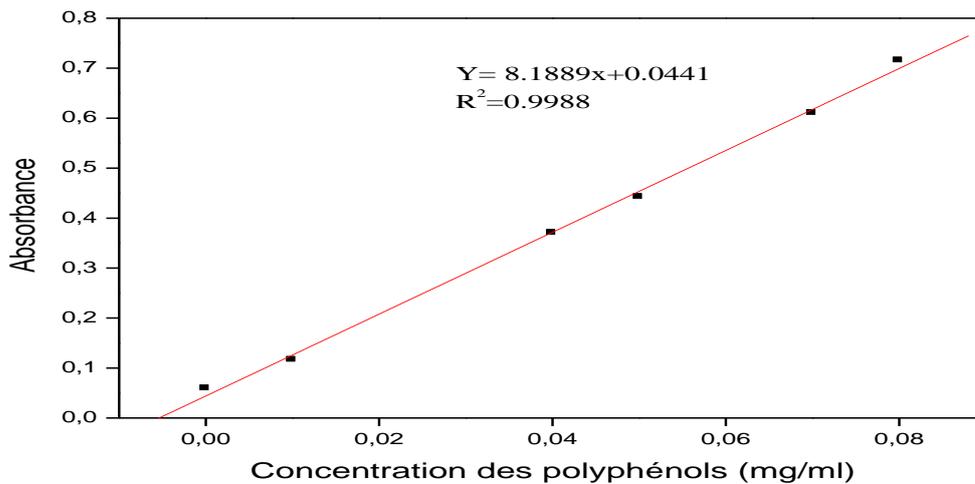


Figure 20 : Courbe d'étalonnage des polyphénols [102].

D'après la courbe on aura :

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

$$X = 0,0205$$

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

$$C = 22,39 \text{ mg}/100\text{g}.$$

La quantité de polyphénol obtenue est de 22.39 mg/100g d'extrait. On constate que notre huile est riche en polyphénols.

II.3.2. Flavonoïde

Sont des pigments végétaux de la famille des polyphénols qui sont responsable 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 régression linéaire de la courbe d'étalonnage, (figure 21).

Avec :

- m (échantillon)=1.186g
- Extrait méthanolique =0.086
- T=0,013
- $\lambda=430$

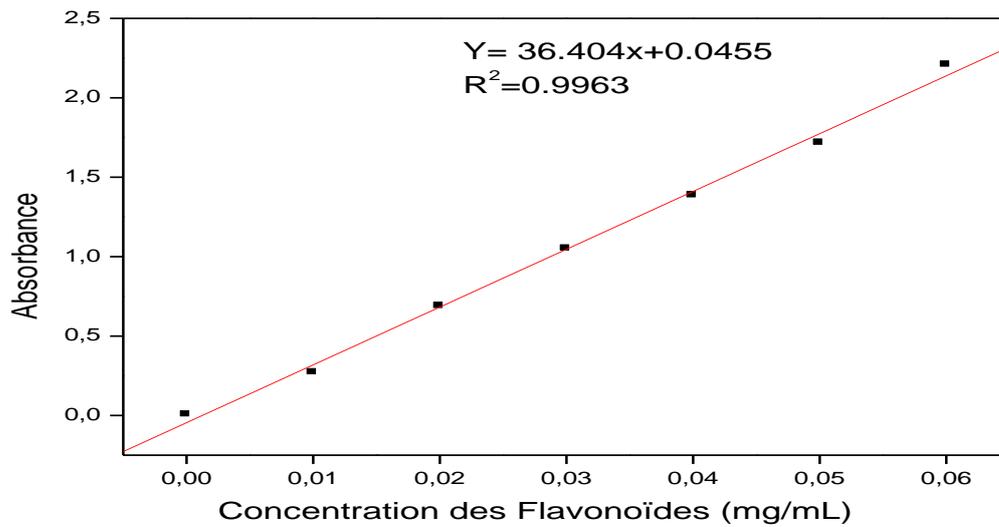


Figure 21 : Courbe d'étalonnage des flavonoïdes [103].

D'après la courbe on aura :

$$X = \frac{\text{Abs} - 0.0455}{36.404} = 1,48 \times 10^{-3}$$

$$C = \frac{X \times V_{\text{récupéré}} \times 100}{m \text{ échantillon}} = 1,60 \text{ mg/100g.}$$

La quantité de flavonoïdes obtenue est de 1,60mg/100g d'extrait. On peut dire que notre huile riche en flavonoïdes.

II.3.3. Vitamine E

Les résultats obtenus pour le dosage de la vitamine E sont exprimés en mg/100g d'extrait en utilisant l'équation de régression linéaire de la courbe d'étalonnage (figure 22).

Avec :

$$m_{(\text{huile})} = 1,0169\text{g}$$

$$m_{\text{KOH}} = 10,59\text{g}$$

$$T = 0,196$$

$$\text{Abs} = 0,272$$

$$\lambda = 510 \text{ nm}$$

$$V_{\text{récupéré}} = 11 \text{ mL}$$

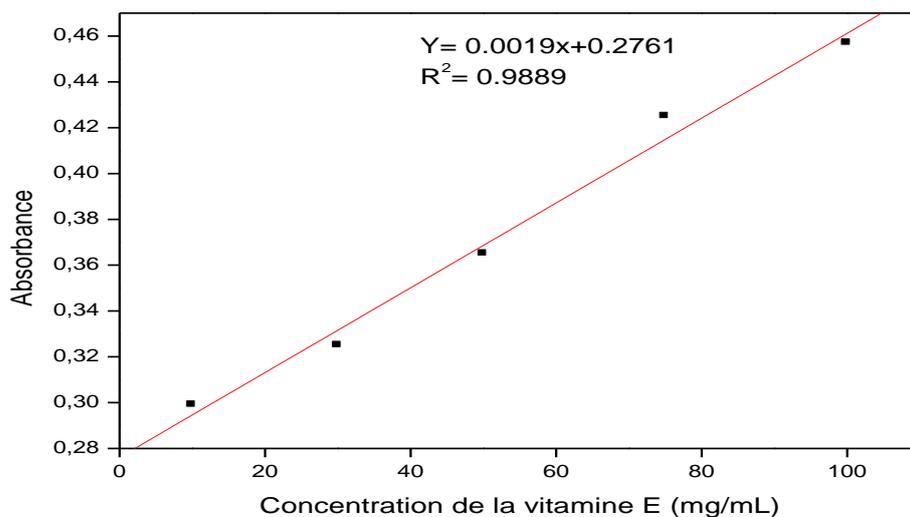


Figure 22 : Courbe d'étalonnage de vitamine E.

D'après la courbe

$$X = \frac{\text{Abs} - 0,0455}{36,404} = 0,0087$$

$$C = \frac{X \times V_{\text{récupéré}} \times 100}{m_{\text{échantillon}}} = 9,43 \text{ mg}/100\text{g}.$$

Nous avons obtenu une valeur de 9.43 mg de vitamine E/100g d'extrait. notre huile est riche en vitamine E.

II.4. La spectroscopie UV-Visible

II.4.1. Absorbance spécifique au rayonnement UV

L'utilisation de l'équation (17), nous a permis de calculer K_{232} et K_{270} , les quelles sont respectivement égales à 2.719 et 2.640.

La valeur de K_{232} et K_{270} , sont respectivement égales à 2.719 et 2.640 et

$K_{232/270}$ est égal à 1.029.

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 doubles liaisons) et les produits secondaires d'oxydation tels que les aldéhydes et cétones - insaturés, absorbent la lumière vers

270 nm. La détermination des absorbances au voisinage de 232 et 270 nm permet de détecter et d'évaluer les quantités de produits d'oxydation : plus l'extinction à $\lambda = 232$ nm est forte, plus elle est peroxydée. De même plus l'extinction à $\lambda = 270$ 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 » [111].

II.5. Spectroscopie Infrarouge

Nous avons utilisé pour notre l'analyse infrarouge un spectrophotomètre ATR, les résultats obtenus sont rassemblés dans la figure 23.

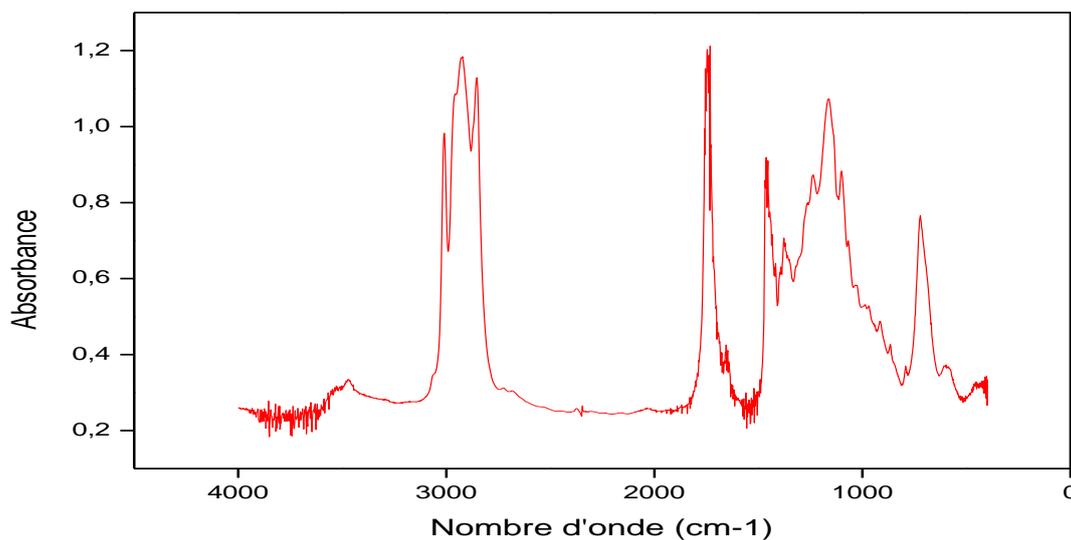


Figure 23 : Spectre IR obtenu pour l'huile essentielle de chia.

Les différents groupements observés sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 15 : Position et identification des bandes observées sur l'huile essentielle de chia.

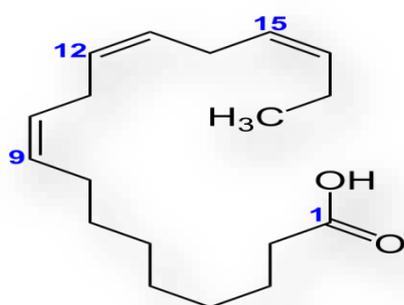
Position des bandes (cm^{-1})	Espèces identifiées	intensité
720-740	Liaison CH_2 alcane	Intense
1100-1210	Liaison C-O esters	intense
1320-1400	Liaison O-H	faible
1410-1480	Liaison CH alcane	faible

1730-1755	Liaison C=O cétones	intense
2855-3000	Liaison C-H acides	Bande large
2845-2900	Liaison CH ₂ alcane	intense

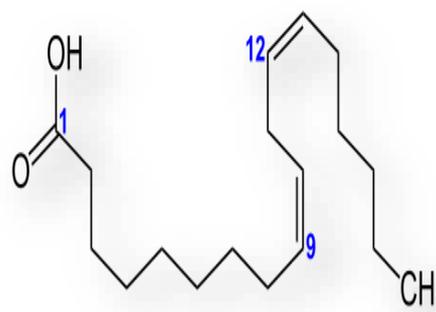
• Conclusion

Il ressort des résultats de l'analyse du spectre Infrarouge de la figure 23 que :

La présence d'une bande large et intense 3000 cm⁻¹, qui correspond à la fonction acide, et présence de fonction cétone vers 1700cm⁻¹ et aussi la présence d'intense vers 2900 cm⁻¹. Dans notre cas nous pouvons proposer des composés qui correspondent à ces spectres :



L'acide α -linoléique



L'acide linoléique

Il ressort du tableau 15 la présence des bandes intenses suivantes :

- Vers 3000 cm⁻¹, qui correspond à la liaison C-H acides.
- Vers 2900cm⁻¹ et 740 cm⁻¹, qui correspond à la liaison CH₂ alcanes.
- Vers 1730cm⁻¹, qui correspond à la liaison C=O, cétones.
- Vers 1210 cm⁻¹, qui correspond à la liaison C-O esters.

II.6. Analyses effectuées sur la graine de chia

II.6.1. pH

Les pH initial et final sont respectivement 7,18 et 5,89. Lumière de ces résultats nous remarquons, que nos échantillons ont un caractère acide qui est dû à plusieurs facteurs (facteur climatique, le pH du sol, facteurs génétiques,...). Le pH est un facteur clé, influençant l'assimilation des éléments par la plante et de ce fait, la composition chimique de l'huile essentielle. Il a été établi que l'efficacité de l'huile augmente avec la diminution du pH des graines [112].

II.6.2. Taux d'humidité (%)

Pour le calcul du taux des matières sèches et d'humidité, nous avons respectivement appliqué les relations (18) et (19)

Masse de la matière végétale fraîche broyée : 5,0351 g.

Masse de la matière séchée : 4,7053 g.

Donc:

Taux en matières sèches (%) = 93,44%

Taux d'humidité (%) = 6,55%

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

Conclusion

Notre étude, a porté sur l'extraction des huiles essentielles de chia, 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 et la granulométrie de la matière végétale, la nature du solvant), sur le rendement et en huile essentielle et nous avons effectué des analyses physico-chimiques sur l'huile essentielle extraite par le procédé soxhlet car par le procédé de macération, nous n'avons pas récupéré une quantité suffisante d'huile essentielle.

Il ressort de notre travail les résultats suivants :

- ❖ Le rendement en absolue, augmente quand la granulométrie diminue. En effet la quantité maximale 1,5596g, est atteinte pour la granulométrie la plus fine (0,25 mm) ;
- ❖ L'acétone est le solvant qui a donné le meilleur rendement en huile essentielle ;
- ❖ Le rendement en absolue ou huile essentielle augmente significativement dans l'intervalle 60 à 120 min, puis se stabilise à 180min ;
- ❖ Le rendement en absolue (huile essentielle), croit avec l'augmentation de la masse de la matière végétale ;
- ❖ La masse d'huile essentielle, croit de 100 à 150°C puis se stabilise, cela nous amène à dire que 150°C, est la température la plus adéquate pour l'extraction des huiles essentielles de chia, 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 de chia (jaune claire à jaune orangée) ;
- ❖ La valeur de la densité de notre huile est 0,9208 et répond à la norme AFNOR (NFT 75, 111.2000), 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 1,4829, qui est proche de la norme AFNOR NFT 75-112-200, qui est de 1,45 à 1,47 ;
- ❖ L'indice de couleur de notre huile essentielle est 47,8940 ce qui correspond à une couleur jaune orangée et qui répond aux normes internes du complexe agro alimentaire Cevital [norme ISO], qui varient entre 30 et 70 ;
- ❖ Le pH de notre huile essentielle est 4,3 il est acide, et répond aux normes données par la pharmacopée européenne ;
- ❖ L'indice d'acide (IA) de notre huile est de 1,66 mg KOH/ g d'huile, il répond à la norme fixée par la "ANSM" (France) < 2 pour les huiles essentielles à usage médical ;

- ❖ L'acidité de notre huile essentielle A (%) est de 0,839 elle est dans le domaine de la norme fixée par la "ANSM" (France) < 1% pour les huiles essentielles destinées à l'utilisation médicale.
- ❖ La valeur de l'indice de saponification (Is) de notre huile est de 196,48 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) [110]. La valeur obtenue dans cette étude indique que notre huile nécessite plus d'hydroxyde de potassium pour être transformé en savon et aussi qu'elle contient des acides gras à longueur chaîne hydrocarbonées ;
- ❖ L'indice d'ester (IE) de notre huile est égal à 194,82 mg KOH/ g, Ce qui veut dire que notre huile 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 ;
- ❖ La valeur de l'indice d'iode de notre huile est de 96,89 g/100 g d'huile, valeur proche à celle de l'huile de colza (97-107 g/100 g d'huile). 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 ;
- ❖ L'indice de peroxyde (Ip) de notre huile est de 73,93 méq O₂/kg, il est élevé comparé à la norme donnée Atta M.B 2003 (13,5meqO₂/kg d'huile). Ceci est probablement dû à la durée de conservation. En effet, le corps gras extrait peut être oxydé au cours de l'extraction et/ou lors de la distillation par solvant. Totalement protégés de l'action de l'air, ou au contraire, les peroxydes qu'il contient peuvent être détruits si matière grasse est portée au cours des manipulations à plus de 150°C ;
- ❖ Les teneurs de l'huile de chia extraite, en polyphénols, flavonoïdes et vitamine E, sont respectivement égales à 22.39, 1,60 et 9,43 mg/100g d'huile, on peut dire que notre huile est riche en ces composés.
- ❖ L'analyse du spectre Infrarouge, a montré de plusieurs bandes vers 3000 cm⁻¹ qui correspond à la fonction acide , et aussi la présence d'une bande intense vers 1700 cm⁻¹ qui correspond à Liaison C=O cétone. Dans notre cas nous pouvons proposer comme composés, L'acide α-linolénique et L'acide linoléique.

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

Références bibliographiques

- [1] SCHUCHARDT, Ulf, SERCHELI, Ricardo, et VARGAS, Rogério Matheus. Transestérification des huiles végétales : une revue. *Journal de la Société chimique brésilienne*, 1998, vol. 9, p. 199-210.
- [2] A. M. Rabasco Alvarez and M. L. González Rodríguez, “Lipids in pharmaceutical and cosmetic preparations,” *Grasas y Aceites*, vol. 51, no. 12, pp. 74–96, 2000.
- [3] MORO-BURONZO, Alessandra et SCHNEBELEN, Jean-Charles. *Grand guide des huiles essentielles*. Hachette santé, 2013.
- [4] FESTY, Danièle. *Huiles essentielles: le guide visuel*. Éditions Leduc. s, 2014.
- [5] Anne Huete, <<Huiles essentielles pour tous les jour>>, © 2012, Losange, Chamalières, France, pour l'édition française, p23.
- [6] veronique, lucette couderc, <<Toxicité des huiles essentielles>>, thèse de doctorat, l'université paul-sabtier de toulouse, 2001, p02.
- [7] N. Dagi, R. Dagi, R. S. Mahmoud, and K. Baroudi, “Essential oils, their therapeutic properties, and implication in dentistry: A review.,” *J. Int. Soc. Prev. Community Dent.*, vol. 5, no. 5, pp. 335–40, 2015.
- [8] M. Hyldgaard, T. Mygind, and R. L. Meyer, “Essential oils in food preservation: Mode of action, synergies, and interactions with food matrix components,” *Front. Microbiol.*, vol. 3, pp. 1–24, 2012.
- [9] C. . Bagamboula, M. Uyttendaele, and J. Debevere, “Inhibitory effect of thyme and basil essential oils, carvacrol, thymol, estragol, linalool and p-cymene towards *Shigella sonnei* and *S. flexneri*,” *Food Microbiol.*, vol. 21, no. 1, pp. 33–42, 2004.
- [10] N. Balasundram, K. Sundram, and S. Samman, “Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses,” *Food Chem.*, vol. 99, pp. 191–203, 2006.

- [11] L. R. Fukumoto and G. Mazza, "Assessing antioxidant and prooxidant activities of phenolic compounds," *J. Agric. Food Chem.*, vol. 48, p. 3597–3604, 2000.
- [12] S. de Pascual-Teresa, D. A. Moreno, and C. García-Viguera, "Flavanols and anthocyanins in cardiovascular health: a review of current evidence," *Int. J. Mol. Sci.*, vol. 11, no. 4, pp. 1679–1703, 2010.
- [13] L. Morton, R. Abu-Amsha Caccetta, I. Puddey, and K. Croft, "Chemistry and Biological Effects of Dietary Phenolic Compounds: Relevance to Cardiovascular Disease," *Clin. Exp. Pharmacol. Physiol.*, vol. 27, pp. 152–159, 2000.
- [14] D. Treutter, "Significance of flavonoids in plant resistance: a review," *Environ. Chem. Lett.*, vol. 4, no. 3, pp. 147–157, 2006.
- [15] A. Ghasemzadeh and N. Ghasemzadeh, "Flavonoids and phenolic acids: Role and biochemical activity in plants and human," *J. Med. Plants Res.*, vol. 5, no. 31, pp. 6697–6703, 2011.
- [16] A. Khoddami, M. Wilkes, and T. Roberts, "Techniques for analysis of plant phenolic compounds," *Molecules*, vol. 18, no. 3, pp. 2328–2375, 2013.
- [17] Benabdelkader T. Biodiversité, Bioactivité et Biosynthèse des composés terpéniques volatils des Lavandes Ailées, *Lavandula stoechas* Sensu Lato, un complexe d'Espèces Méditerranéennes d'Intérêt Pharmacologique [thèse]. Alger: Ecole Normale Supérieure de Kouba-Alger et Université Jean- Monnet de Saint-Étienne, 2012.
- [18] Franchomme P, Jollois R, Pénoel D. l'aromathérapie exactement : Encyclopédie de l'utilisation des extraits aromatiques. Paris : Éditions Roger Jollois ; 2001.
- [19] Duval L. Les huiles essentielles à l'officine [thèse]. Rouen: Université de Rouen, 2012.
- [20] Laib I. Etude des activités antioxydantes et antifongiques de l'huile essentielles des fleurs sèches de *Lavandula officinalis* sur les moisissures des légumes secs [thèse]. Constantine: Université Mentouri Constantine, 2011.

- [21] Haddad D, Hadji D. Contribution à l'Etude des L'Huile Essentielle De *Myrtus communis* L. [thèse]. Tizi Ouzou: Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, 2016.
- [22] Benouali D, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran « Mohamed Boudiaf ». Extraction et identification des huiles essentielles [Cours En ligne]. 2015 [Consulté en Déc 2016].
- [23] Caractérisation des huiles essentielles de trois plantes aromatiques [En ligne]. [Consulté en Déc 2016].
- [24] Kaloustian J, Hadji-Minaglou F. La connaissance des huiles essentielles : qualité et aromathérapie. Paris : Editions Springer. 2012.
- [25] Biotechnologie végétale. LES HUILES ESSENTIELLES [En ligne]. 2012 [Consulté en Déc 2016]. Disponible sur : <http://mira-biotechnologievgtale.blogspot.com>.
- [26] Herboristerie Bardou. Critères de qualité des huiles essentielles chémotypées [En ligne]. [Consulté en Déc 2016]. Disponible sur : <http://www.herboristeriebardou.com.fr>.
- [27] SOURAI, P.G., 1989: Antimicrobial action of dental material Is used in operative dentistry: a review Odontostomatol. Proodos. 43 (5): 399-408.
- [28] KATO, T., LIJIMA, H., ISHIHARA, K., KANEK, T., HIRAI, K., NAITO, Y., OKUDA, K., 1990: Antibacterial effect of listerine on oral bacteria. Bull. Tokyo. Dent. Coll. 31(4):301-307.
- [29] HITOKOTO, H., MOROZOMI, S., WAUKE, T., SAKAI, S., KURATA, H., 1980: Inhibitory effects of spices on growth and growth and toxin production of toxinogenic fungi. App. Env. Microbiol. 39, p 818-822.
- [30] FAN, J.J., CHEN, J.H., 1999: Inhibition of aflatoxin-producing fungi by welsh onion extracts. J. Food protection. 62, p 414-417.
- [31] ARORA, D.S., KAUR, j., 1999: Antimicrobial activity of spices. Int j Antimicrob Agents; 12, p 257-62.

Références bibliographiques

- [32] BOUAMER A., BELLAGHIT M. et MOLLAY AMERA., 2004 : Etude comparative entre l'huile essentielle de la menthe vert et la menthe poivrée de la région de Ouargla. Mémoire DES .Unive. Ouargla, p 2-5; 10 ; 19 ; 21-22.
- [33] BOUANANE N, BOUSSEHEL N., 2005 : contribution agroécologique aux essais d'introduction de la menthe poivrée (*Mentha piperata* L) dans la région de Ouargla en vue de l'utilisation de ses huiles essentielles en thérapie; mémIng. Univ. Ouargla, p 22-23; 28.
- [34] J.M. Meynadier, N. Raison-Peyron. Allergie aux parfums. Re. Fr. Allergol., 1997, 37 (5), 641-650.
- [35] Hayakawa R. Depigmented contact dermatitis due to incense. Contact Dermatitis, 1987, 16, 272-274.
- [36] Axel Schnuch, Wolfgang Uter. Untersuchungen der Bedeutung luftgetragener Kontaktallergene bei der Entstehung von Kontaktekzemen. Umweltbundesamtes 2006.
- [37] Elberling J, Skov PS. Increased release of histamine in patients with respiratory symptoms related to perfume. Clin Exp Allergy. 2007 Nov, 37 (11): 1676-80.
- [38] Victor R. Preedy, Ronald Ross Watson, Vinood B. Patel, *Nuts and seeds in health and disease prevention*, Academic Press, 2011, 1226 p..
- [39] passeportsanté (http://www.passeportsante.net/fr/Solutions/PlantesSupplements/Fiche.aspx?doc=chia_salba_ps).
- [40] Victor R., Ronald C., Vinood B., 2011. *Nuts and seeds in health and disease prevention*, Academic Press, p. 1226.
- [41] Vanesa Y., Marcela L., Viviana S., Carmen M., Damian M., Bernd W., Susana M., Mabel C., 2011. « Characterization of chia seed oils obtained by pressing and solvent extraction », Journal of Food Composition and Analysis, vol. 24, p. 166-174.
- [42] Jamzad Z., Ingrouille D., Simmonds M., 2003. Three new species of Nepta (Lamiaceae). Taxon.

- [43] Cahill J, 2004. « Genetic diversity among varieties of Chia (*Salvia hispanica*) », vol. 51, p. 773-781.
- [44] J. M. Bourre, “Omega-3, animal feeding, nutritional value, and derived products,” *J. Nutr. Health Aging*, vol. 9, no. 4, pp. 232–242, 2005.
- [44] R. Bochicchio et al., “Innovative crop productions for healthy food: the case of chia (*Salvia hispanica* L.),” *Sustain. Agro-Food Nat. Resour. Syst. Mediterr. Basin*, pp. 29–45, 2015.
- [45] S. Suri, S. Jain Passi, and J. Goyat, “Chia seed (*Salvia hispanica* L.) – A new age functional food,” *Int. J. Adv. Technol. Eng. Sci.*, vol. 4, no. 3, pp. 286–299, 2016.
- [46] G. Scapin, M. Schmidt, R. C. Prestes, and C. S. Rosa, “Phenolics compounds, flavonoids and antioxidant activity of chia seed extracts (*Salvia hispanica*) obtained by different extraction conditions,” *Int. Food Res. J.*, vol. 23, no. 6, pp. 2341–2346, 2016.
- [47] G. K. Divyapriya, D. J. Veeresh, and P. C. Yavagal, “Evaluation of antibacterial efficacy of chia (*Salvia hispanica*) seeds extract against *Porphyromonas gingivalis*, *Fusobacterium nucleatum* and *Aggregatibacter actinomycetemcomitans* an in vitro study,” *Int. J. Ayurveda Pharma Res.*, vol. 4, no. 4, pp. 22–26, 2016.
- [48] B. Bezanger, M. Pinkas, M. Torck, « Les plantes dans la thérapeutique moderne » Edition Maloine, 1975.
- [49] Bochicchio R., Philips T.D., Lovelli S., Galgano F., Di Marisco A., Perniola M., Amato M. (2015). Innovative Crop Productions for Healthy Food: The Case of Chia (*Salvia hispanica* L.). The Sustainability of Agro-Food and Natural Resource Systems in the Mediterranean Basin. Springer yield. 39-45.
- [50] Ayerza R., Coates W. (2004). Composition of chia (*Salvia hispanica*) grown in six tropical and subtropical ecosystems of south America. *Trop. Sci.* 44: 131–135.
- [51] Martínez-Cruz O., Paredes-López O. (2014). Phytochemical profile and nutraceutical potential of chia seeds (*Salvia hispanica* L.) by ultra-high-performance liquid chromatography. *J. Chromatogr. A* 1346: 43–48.

- [52] López X., Huerta A.G., De la Cruz Torrez A., Sangerman-Jarquín E., Ma.D., De Rosas Guillermo O., Arriaga Martin R. (2017). Chía (*Salvia hispanica* L.) situación actual y tendencias futuras. *Revista Mexicana de Ciencias Agrícolas*, 8 (7): 1619-1631.
- [53] Ayerza R., Coates W. (2004). Composition of chia (*Salvia hispanica*) grown in six tropical and subtropical ecosystems of south America. *Trop. Sci.* 44: 131–135.
- [54] Muñoz A. Harries E., Contreras-Valenzuela A., Carmona L., Read N.D., Marcos J.F. (2013). Two functional motifs define the interaction, internalization and toxicity of the cell-penetrating antifungal peptide PAF26 on fungal cells.. doi: 10.1371/journal.pone.0054813.
- [55] Pizarro L., Lopes Almeida E., Samma'n NC., Chang YK. (2013). Evaluation of whole chia (*Salvia hispanica* L.) flour and hydrogenated vegetable fat in pound cake. *LWT—Food Sci. Technol.* 54 (1): 73–79.
- [56] Da Silva Marineli R., Lenquiste S.A., Moraes É.A., Maróstica Jr M.R. (2013). Antioxidant potential of dietary chia seed and oil (*Salvia hispanica* L.) in diet-induced obese rats. *Food Research International.* 76(3): 666-674.
- [57] Silveira Coelho M., De las Mercedes., Salas-Mellado M. (2015). Effects of substituting chia (*Salvia hispanica* L.) flour or seeds for wheat flour on the quality of the bread. *LWT—Food Sci Technol* 60 : 729–736.
- [58] Steffolani E., De La Hera E., Perez G., Gomez M. (2014). Effect of chia (*Salvia hispanica* L.) addition on the quality of gluten-free bread. *J. Food Qual.* 37: 309–317.
- [59] De la Paz Salgado-Cruz M., Calderon-Domínguez G., Chanona-Pérez J., Farrera-Rebollo Reynold R., Méndez-Méndez JV., Dí'az-Ramírez M. (2013). Chia (*Salvia hispanica* L.) seed mucilage release characterisation. A microstructural and image analysis study. *Industrial Crops and Products* 51:453–462.
- [60] Ali N.M., Yeap S.K., Ho W.Y., Beh B.K., Tan SG. (2012). The promising future of Chia (*Salvia hispanica* L.). *J. of Biomed. and Biotech.* 2012: 9.

- [61] Ullah R., Nadeem M., Ayaz M., Imran M., Tayyab M. (2016). Fractionation of Chia oil for enrichment of Omega 3 and 6 Fatty Acids and Oxidative Stability of Fractions. *Food Sci. Biotechnol.*, 25 (1) :41-47.
- [62] Norlaily MA., Swee KY., Wan YH., Boon K., Sheau WT., Soon GT. (2012). The promising future of chia, *Salvia hispanica* L. *J Biomed Biotechnol* (171956): 1–9.
- [63] Lu Y., Foo L.Y. (2002). Polyphenolics of Salvia: A review. *Phytochemistry*, 59: 117-140.
- [64] Bresson JL., Flynn A., Heinonen M. (2009) Opinion on the safety of Chia seeds (*Salvia hispanica* L.) and ground whole Chia seeds, as a food ingredient. *J Eur Food Safety Authority* 996:1–26.
- [65] Kaloustian J. 2012. La connaissance des huiles essentielles : qualilogie et aromathérapie. Edition springer. Paris, France.
- [66] 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, p201-242.
- [67] Firestone D. 1999. Physical and chemical characteristics of oils, fats and waxes. AOCS Press: Champaign Il.
- [68] Daun, J., Barthet, V., Chornick, T., Duguid, S. (2003) Structure, composition, and variety development of flaxseed. *dans: Flaxseed in Human Nutrition, Second Edition*. Eds Thompson, L. U. and Cunnane, S. C., AOCS Press, Champaign, Illinois, USA, pp 1-40.
- [69] M.chavanne,g. beaudoin, A Julien,E.Armand « chimie organique expérimentale » Edition MODULO “CANDA“ 1986. P.149-307.
- [70] <http://threefarmers.ca/extraction-par-pression-a-froid/> consulté le 07/04/2017 à 19h50.
- [71] Normes AFNOR ;(1992). Recueil des normes françaises. Huiles essentielles. AFNOR, Paris.

[72] Gramegn Morchio ;(2004). Extraction de l'eugénol. Andrea Biochimie.

[73] 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 Réunion, Faculté des Sciences et Technologies.

[74] B.Djabali, « Polycopie de cours master 02 contrôle de qualité « extraction et identifications des huiles essentielles » ,(U.S.T Oran) (faculté de chimie) 2015/2016.

[75] Benjilali Bachir; (2006).Extraction des plantes aromatiques et médicinales. Cas particulier de l'entraînement à la vapeur d'eau et ses équipements ; Département des sciences alimentaires et nutritionnelles, Institut agronomique et vétérinaire (I.A.V.) Hassan II, Rabat, Maroc ; pp : 18-23.

[76] Knupp G. Rucker G. Ramos-Cormenzana A. Garrido Hoyos S. Neugebauer M. Ossenkop T. (1996).problems of identifying phenolic compounds during the microbial degradation of olive mill wast water . International Biodeterioration and Biodegradation.38.277-282.

[77] KIM N-S., LEE D-S. (2002). Comparison of different extraction methods for the analysis of fragrances from Lavandula species by gas chromatography–mass spectrometry. Journal of Chromatography A, 982, 31–47.

[78] Bassereau, M., A. Chaintreau, S. Duperrex, D. Joulain, H. Leijs, G. Loesing, N. Owen, A. Sherlock, C. Schippa, et P.-J. Thorel., 2007. GC-MS Quantification of suspected volatile allergens in fragrances. 2. Data treatment strategies and method performances.*Journal of agricultural and food chemistry*. **55**(1): p. 25-31.

[79] - Clifford A.A. (2002) Extraction of Natural Products with Superheated Water. *In*: Clark J.Macquarrie D. (Eds) Handbook of Green Chemistry and Technology. Blackwell Science Ltd. p524-531.

- [80] Hemwimon S., Pavasant P. et Shotiprux A., 2007. Microwave assisted extraction of antioxidative anthraquinones from roots of *Morinda Citrifolia*. *Separation and Purification Technology*, **54**, 44-50.
- [81] Himed, 2011- Facteurs influençant la composition (qualité).
- [82] http://www.portailfluidessupercritique.com/fileadmin/user_upload/fiches_procdes/extraction_par_eau_subcritique.pdf consulté le 08/04/2017 à 21h51.
- [83] F.padrini, M.T. Lucheroni, ((le grand livre des huiles essentielles)) , office des publications Universitaire Algérienne.
- [84] Sallé J.L. 2004. Les huiles essentielles, synthèse d'aromathérapie. Editions Frison-Roche, 2ème édition. In Bousbia N. 2011. Extraction des huiles essentielles riches en antioxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires. Université d'Avignon, Institut national agronomique (El Harrach, Algérie).
- [85] Möller K. 2008. La distillation à l'alambic, un art à la portée de tous. Edition UNICO. Paris, France. In Bousbia N. 2011. Extraction des huiles essentielles riches en antioxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires. Université d'Avignon, Institut national agronomique (El Harrach, Algérie).
- [86] CICLE J.C. 2002. Distillation. Absorption Etude pratique. Techniques de l'ingénieur J 2610, 1-20. In Bousbia N. 2011. Extraction des huiles essentielles riches en antioxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires. Université d'Avignon, Institut national agronomique (El Harrach, Algérie).
- [87] FERHAT M.A., MEKLATI B.Y., CHEMAT F. 2010. Citrus d'Algérie les huiles essentielles et leurs procédés d'extraction. Office des publications universitaires. Edition: 1.03.5130, Algérie.
- [88] Leybros J., et Fremeaux P. 1990. Extraction solide-liquide, aspect théorique. Techniques de l'ingénieur J 2780, 7-8. In Bousbia N. 2011. Extraction des huiles essentielles riches en antioxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires. Université d'Avignon, Institut national agronomique (El Harrach, Algérie).

- [89] Mohammad Mounir, S. (2007). Département Génie des procédés Industriels. La Rochelle, Université de La Rochelle.
- [90] Mafart, P. and E. Béliard (1993). Génie Industriel Alimentaire techniques séparatives. Paris, Techniques et Documentation-Lavoisier.
- [91] Gao, L. and G. Mazza (1996). "Extraction of anthocyanin pigments from purple sunflower hulls." J. Food sci. 61: 600-603.
- [92] Pifferi, P. G. and A. Vaccari (1983). "The anthocyanins of sunflower. II. A study of the extraction process." Journal of Food Technology 18: 629-638.
- [93] Landbo, A.-K. R. and A. B. S. Meyer (2001). Enzymatic enhancement and oxidant activities of anthocyanins and other phenolic compounds in black currant juice. Biologically-active phytochemicals in food. Cambridge UK, Royal Society of Chemistry: 354-356.
- [94] J.Leybros et P.Fremeaux. « Extraction solide-liquide, aspect théorique » , Edition Techniques de l'ingénieur, paris, p 7-8.
- [95] AGKERMAN A., ERKEY C. OREJUELA M., 1976. Limiting diffusion coefficients of heavy molecular weight organic contaminants in supercritical carbon dioxide. Ind. Eng. Chem. Res, 35 (3), pp 911–917.
- [96] Bego GV. Connaître l'essentiel sur les huiles essentielles. Ed. MDB 2003.
- [97] J.valnet, « traitement des maladies par les essences des plantes » ,Edition Maloine n°10 1984 ‘‘Aromathérapie’’ , Edition Maloine,2000.
- [98] TRICHOPOULOU A., LAGIOU P., KUPER H., TRICHOPOULOS D., (2000). Cancer and Mediterranean dietary traditions. Department of Hygiene and Epidemiology, University of Athens Medical School, Greece. Cancer Epidemiol Biomarkers, Sep; 9(9):869-873.

[99] ROSA M., LAMUELA-RAVENTOS E., GIMENO E., MONTSE F., CASTELLOTE A.I., COVAS M., DE LA TORRE-BORONAT M.C., LOPEZ-SABATER M.C., (2004). Interaction of Olive Oil Phenol Antioxidant Components with Low-density Lipoprotein .*Biol Res* 37: 247-252.

[100] ARAB K., BOUCHENAK O., YAHIAOUI K. (2014). Etude physico-chimique et évaluation de l'activité antibactérienne des huiles essentielles de la Sarriette des montagnes vis-à-vis des bactéries isolées des infections urinaires .*Revue Agriculture*, 07, 12 – 19. 6. ARUOMA O., (1998). Free Radicals, Oxidative Stress, and Antioxidants in Human Health and Disease. *JAOCS*. 75, 200- 212.

[101] VANDENDORPE, Christian. Le phénomène Wikipédia: une utopie en marche. *Le débat*, 2008, no 1, p. 17-30.

[102] ZOUAGHI, G., NAJAR, A., ABDERRABBA, M., *et al.* Rootstocks effect on flavonoid content and antioxidant properties of Maltese (*Citrus sinensis* L.) ethanolic extracts. *Journal of New Sciences*, 2018, vol. 49, p. 2956-2960.

[103] M.Chavanne, « Chimie organique Expérimentale », Edition Modulo Canada, 1986.

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

[105] Aissi VM,Soumanou MM, Tchobo FP, Kiki D,2009. Etude comparative de la qualité des huiles végétales alimentaires raffinés en usage de Bénine. Bulletin d'information de la sociétés ouest Africaine de Chimie,6 :25-37.

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

[107] www.oleassence.fr donné par Christine Cuisiviez (pharmacienne experte en dermatologiec cosmétique) France.

[108] 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.

Références bibliographiques

[109] 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.

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

[111] *Revue nature & technologie, A-sciences fondamentales et engineering*, n°11/juin 2014, p 7-13.

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

Résumé

Nous nous sommes intéressés dans notre étude à l'extraction et à la caractérisation de l'huile essentielle des graines de chia vu ses effets thérapeutiques (Antibactérien, anti-tumoral, anti-inflammatoire, analgésique, antiscorbutique.....), par deux méthodes différentes (Soxhlet et Macération).

Les résultats obtenus montrent que le rendement maximal est obtenu pour l'extraction par soxhlet ; la granulométrie des graines de chia la plus fine (0.25mm) ; une masse de 45g ; une durée d'extraction de trois heures ; à 150°C et en utilisant l'acétone comme solvant d'extraction. 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 : L'acide α -linoléique et l'acide linoléique.

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

Abstract

In our study, we were interested in the extraction and characterization of essential oil from chia seeds given its therapeutic effects (Antibacterial, anti-tumor, anti-inflammatory, analgesic, antiscorbutic, etc.), by two methods different (Soxhlet and Maceration).

The results obtained show that the maximum yield is obtained for the soxhlet extraction; the finest grain size of chia seeds (0.25mm); a mass of 45 g ; a three hour extraction time; at 150 ° C and using acetone as the extraction solvent.

The physico-chemical and biochemical characterization shows that our oil is of good quality.

IR spectroscopic analysis of our oil identified the following compounds: α -Linolenic acid and linoleic acid.

Keywords: Essential oils, Extraction, Characterization, Chia seeds.