

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de Génie des procédés
Laboratoire des Génies pharmaceutique

Mémoire

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Science et Technologie
Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie Chimique

Présenté par

HACHEMI Hicham et MENACER Lina

Thème

Etude de l'extraction de l'huile essentielle de lavande stoechas L., de la région de Béni Maouche (Bejaia) et caractérisations physico-chimiques

Soutenue le 26/09/2022

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade		
Mr SELLAMI Ferhat	MCB	Université de Bejaia	Président
Mme IKHLEF Tassaadit	MAA	Université de Bejaia	Examinatrice
Mr KETRANE Rachid	MCA	Université de Bejaia	Encadrant

Année Universitaire : 2021/2022

Remerciements

Avant tout, nous tenons à remercier Dieu tout puissant, de nous avoir accordés la force, le courage, la volonté et la patience pour achever ce modeste travail de fin d'étude de master.

Nous exprimons nos profonds remerciements et notre vive reconnaissance à notre encadrant Dr Rachid KETRANE, pour avoir assuré le suivi scientifique de ce travail et pour ses aides précieuses durant la réalisation de ce travail.

Nous remercions très sincèrement Mme AMRANI pour sa disponibilité et ses conseils durant notre stage

Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont apporté à notre recherche en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions

Nous souhaitons aussi remercier Mr Abdelkader TIGHILT pour nous avoir fait bénéficier de ses conseils, son expérience et de ses compétences scientifiques et professionnelles.

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.

Merci ...

Dédicaces

A l'aide de dieu tout puissant, qui m'a tracé le chemin de ma vie, j'ai pu réaliser ce travail que je dédie :

A la lumière de mes yeux, l'ombre de mes pas et le bonheur de ma vie ma mère qui ma apporté son appui durant toutes mes années d'étude, pour tous les sacrifices qu'elle me contente, toute la confiance qu'elle m'accorde tout l'amour dont elle m'entoure.

A la mémoire de mon honorable père, qui m'a appris le sens de la persévérance tout au long de mes études, qui représentent pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement que le dieu l'accueille dans son vaste paradis

A mon cher frère ILYES, à ma chère sœur YAMINA, vous êtes mes exemples, vous avez toujours été présente pendant tout mon parcours avec vos bons conseils et votre soutien moral.

A tous mes oncles et tantes et à chaque cousins et cousine pour le soutien indéfectible et leurs encouragements, je les témoigne mon grand amour

A tous mes camarades du Master Génie Chimique.

A tous ceux qui me sont chers.

Hicham

Dédicaces

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

A ceux qui m'ont donnée la vie et le sens à mon existence, à la lumière de mes yeux,

« Mes très chers parents » qui m'ont entourée de leur amour, leur soutien et leur affection et qui m'ont énormément aidée pour réussir et être toujours parmi les premiers

A ma très chère mère et Mon très cher père

J'espère que Dieu vous protège et vous garde.

A mon frère Massinissa et mes sœurs Célia, Tinhinane et Farah et mes amies

A ma très chère grand-mère qui m'a quittée tôt et qui a toujours souhaité avec impatience d'assister à ma soutenance

A tous ceux qui sont chers à mon cœur

Lina

Sommaire

Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste d'abréviations	
Introduction	1

Chapitre I **Généralités sur les huiles essentielles**

I.1. Définition d'une huile végétale	3
I.2. Définition d'une HE.....	3
I.3. Localisation des HE dans les plantes.....	3
I.4. Composition chimique des HE.....	4
I.4.1. Terpènes.....	4
I.4.2. Composés aromatiques dérivés de phénylpropane.....	7
I.4.3. Composés d'origine variée.....	7
I.5. Facteurs influençant la composition chimique.....	8
I.5.1. Espèces et variétés.....	8
I.5.2. Chémotype ou chimiotype.....	8
I.5.3. Partie de la plante utilisée.....	9
I.5.4. Période de récolte.....	9
I.5.5. Facteurs environnementaux.....	9
I.5.5.1. Humidité.....	9
I.5.5.2. Température	9
I.5.5.3. Altitude.....	10
I.6. Toxicité des HE.....	10
I.7. Domaines d'application des HE.....	10
I.7.1. Aromathérapie.....	10
I.7.2. Agroalimentaire	11
I.7.3. Cosmétique et parfumerie.....	11
I.7.4. Agriculture.....	11
I.8. Standards officiels des HE.....	12
I.8.1. AFNOR.....	12

I.8.2. ISO.....	12
I.8.7. Label BIO et AB.....	12
I.9. Propriétés physiques et chimiques des HE.....	13
I.10. Conservation des HE.....	13
I.11. Précautions d’usage des HE.....	13
I.1. Hydrolats	14

Chapitre II

Méthodes d’extraction et caractéristiques des huiles essentielles

II.1. Méthodes d’extraction des HE.....	15
II.1.1. Méthodes classiques.....	15
II.1.1.1. Hydrodistillation	15
II.1.1.2. Entraînement à la vapeur d’eau.....	16
II.1.1.3. Hydrodiffusion.....	17
II.1.1.4. Expression à froid.....	18
II.1.1.5. Distillation sèche.....	18
II.1.1.6. Enfleurage.....	19
II.1.2. Méthodes innovantes.....	20
II.1.2.1. Extraction par solvants.....	20
II.1.2.2. Extraction assistée aux ultrasons.....	20
II.1.2.3. Extraction au CO ₂ supercritique.....	21
II.1.2.4. Extraction assistée par micro-onde	22
II.2. Caractéristiques des HE	23
II.2.1. Caractérisations organoleptiques.....	23
II.2.2. Caractérisations physiques.....	23
II.2.2.1. Pouvoir rotatoire [α_D^{20}].....	23
II.2.2.2. Densité [d_4^{20}].....	23
II.2.2.3. Indice de réfraction [n_D^{20}].....	23
II.2.2.4. Solubilité dans l’alcool	23
II.2.2.5. Mesure du pH	23
II.2.3. Caractérisations chimiques.....	24

II.2.3.1. Indice d'acide [I _a]	24
II.2.3.2. Indice de saponification [I _s]	24
II.2.3.3. Indice d'ester [I _e]	24
II.2.3.4. Indice d'iode [I _i]	25
II.2.3.5. Indice de peroxyde [I _p].....	25

Chapitre III

La lavande

III.1. La lavande.....	26
III.1.1. Généralités sur la lavande.....	26
III.1.2. Origine et répartition de la Lavande.....	27
III.1.2.1. Origine de la Lavande.....	27
III.1.2.2. Aire et répartition.....	27
III.1.3. Types de lavande	27
III.1.3.1. Lavande angustifolia.....	27
III.1.3.2. Lavande aspic.....	28
III.1.3.3. Lavande dentée.....	28
III.1.3.4. Lavande stoechas.....	29
III.1.4. Maladies et ravageurs.....	29
III.1.5. HE de lavande.....	30
III.1.6. Toxicité de l'HE de lavande.....	30
III.2. Lavande stoechas.....	30
III.2.1. Nomenclature.....	30
III.2.2. Systématique.....	31
III.2.3. Description botanique	31
III.2.4. Distribution géographique	32
III.2.4.1. En Algérie.....	32
III.2.4.2. Dans le monde	32
III.2.5. Culture	33
III.2.6. Composition chimique	33

Chapitre IV

Matériels et méthodes

IV.1. Matériel végétal	34
IV.1.1. Présentation du matériel végétal	34
IV.1.2. Récolte	34
IV.1.3. Séchage	35
IV.2. Matériel et produits du laboratoire	35
IV.3. Evaluation du taux d'humidité du matériel végétal	36
IV.4. Extraction de l'HE de LS	36
IV.4.1. Hydrodistillation	36
IV.4.2. Décantation	38
IV.4.3. Conservation	39
IV.5. Evaluation du rendement en HE	40
IV.6. Caractéristiques de l'HE extraite	40
IV.6.1. Tests organoleptiques.....	40
IV.6.2. Paramètres physiques.....	40
IV.6.2.1. Densité	40
IV.6.2.2. Indice de réfraction	41
IV.6.2.3. Détermination du pH.....	42
IV.6.3. Paramètres chimiques	42
IV.6.3.1. Indice d'acide	43
IV.6.3.2. Indice de peroxyde	43
IV.6.3.3. Indice de saponification	44
IV.6.3.4. Indice d'iode	45
IV.6.3.5. Indice d'ester.....	46

Chapitre V

Résultats et discussion

V.1. Extraction de l'HE de LS	48
V.1.1. Extraction menée au mois de mai	48
V.1.1.1. Séchage de la partie F et FFT de LS et détermination de son taux d'humidité au mois de mai	48
V.1.1.2. Rendement en l'HE obtenus par hydrodistillation	49
V.1.1.2.1. Rendement de l'HE obtenu par hydrodistillation avec l'eau distillée comme solvant.....	49

V.1.1.2.1.a. Rendement de l'HE de la Plante à l'état frais et sec	49
V.1.2. Extraction menée au mois de juin	51
V.1.2.1. Séchage de la partie F et FFT de LS et détermination de son taux d'humidité au mois de juin	51
V.1.2.2. Rendement en l'HE obtenus par hydrodistillation	52
V.1.2.2.1. Rendement en l'HE obtenus par hydrodistillation avec l'eau distillée comme solvant	52
V.1.2.2.1.a. Rendement de l'HE de la Plante à l'état frais	52
V.1.2.2.1.b. Rendement de l'HE de la Plante à l'état sec	53
V.1.2.2.2. Rendement en l'HE obtenus par hydrodistillation avec hydrolat comme solvant.....	55
V.1.2.2.2.a. Rendement de l'HE de la Plante à l'état frais	55
V.1.2.2.2.b. Rendement de l'HE de la Plante à l'état sec	56
V.1.2.2.3. Rendement en l'HE obtenu par hydrodistillation avec deux solvants différents... 58	
V.1.2.2.3.a. Rendements obtenus par la plante fraiche avec l'hydrolat et l'eau distillée	58
V.1.2.2.3.b. Rendements obtenus par la plante sèche avec l'hydrolat et l'eau distillée	59
V.2. Etude comparative de l'effet de la période de récolte	61
V.2.1. Taux d'humidité	61
V.2.2. Rendement	62
V.3. Caractérisation des huiles essentielles extraites et commerciale	62
V.3.1. Caractéristiques organoleptiques	62
V.3.2. Caractéristiques physiques	63
V.3.2.1. Densité	63
V.3.2.2. Indice de réfraction	64
V.3.2.3. pH (potentiel hydrogène)	64
V.3.3. Caractéristiques chimiques	65
V.3.3.1. Indice d'acide	65
V.3.3.2. Indice saponification	65
V.3.3.3. Indice d'ester	65
V.3.3.4. Indice d'iode	66
V.3.3.5. Indice de peroxyde	66
Conclusion	68
Références bibliographiques	70

Liste des figures

Figure 1 : Exemple d'HE issues de différentes parties de plante.....	4
Figure 2 : Exemples de structure de composés dérivés du phénylpropane.....	7
Figure 3 : Logo de la norme afnor.....	12
Figure 4 : Logo de la norme iso.....	12
Figure 5 : Label BIO et AB	12
Figure 6 : Montage d'hydrodistillation	16
Figure 7 : Montage d'entraînement à la vapeur d'eau	17
Figure 8 : Montage de l'hydrodiffusion.....	17
Figure 9 : Montage d'une expression à froid à l'aide d'une presse.....	18
Figure 10 : Montage de distillation sèche.....	19
Figure 11 : Méthode d'enfleurage.	19
Figure 12 : Les appareillages d'extraction par solvant	20
Figure 13 : Montage d'extraction par ultrasons.....	21
Figure 14 : Schéma de l'extraction au CO ₂ supercritique.....	22
Figure 15 : Montage d'extraction assistée par micro-ondes.....	22
Figure 16 : Lavande vraie	28
Figure 17 : Lavande aspic	28
Figure 18 : Lavande dentée	29
Figure 19 : Lavande stoechas.....	29
Figure 20 : Feuilles et sommité florale de lavande stoechas	32
Figure 21 : Distribution géographique de quelques genres de lavandula dans le monde (lavande stoechas).....	32
Figure 22 : Distribution en % des différents constituants de l'HE de L. Stoechas	33
Figure 23 : Partie aérienne de la lavande stoechas	34
Figure 24 : Région de récolte (Beni Maouche)	35
Figure 25 : LS avant et après le séchage	35
Figure 26 : Dispositif de l'hydro-distillation	37
Figure 27 : Résidu et distillat récupéré.....	38
Figure 28 : Montage de la décantation.....	39
Figure 29 : Conservation de l'HE extraite	39

Liste des figures

Figure 30 : pycnomètre	41
Figure 31 : Réfractomètre	42
Figure 32 : pH-mètre	42
Figure 33 : Dosage des acides gras libres dans l'HE	43
Figure 34 : Dosage de l'indice de saponification	45
Figure 35 : Dosage d'indice d'iode	46
Figure 36 : Schéma représentant le protocole expérimental effectué sur la plante et l'HE ...	47
Figure 37 : Cinétique de séchage de la partie F et FFT de LS au mois de mai	48
Figure 38 : Distillat contenant des traces d'HE issu de la partie FFT sèche	50
Figure 39 : Cinétique du séchage de la partie F et FFT de LS au mois de juin	51
Figure 40 : Evolution du rendement en HE de la partie FFT de LS fraîche en fonction du rapport M_v/M_e au mois de juin par hydrodistillation (eau distillée comme solvant)	53
Figure 41 : Evolution du rendement en HE de la partie FFT de LS sèche en fonction du rapport M_v/M_e au mois de juin par hydrodistillation (eau distillée comme solvant)	54
Figure 42 : Rendements de LS fraîche et sèche en fonction de masse du végétal (eau distillée comme solvant)	55
Figure 43 : Evolution du rendement en HE de LS fraîche en fonction du rapport M_v/M_{hyd} au mois de juin par hydrodistillation (hydrolat comme solvant)	56
Figure 44 : Evolution du rendement en HE de la partie FFT de LS sèche récoltée au mois de juin en fonction du rapport M_v/M_{hyd} par hydrodistillation (hydrolat comme solvant)	57
Figure 45 : Rendements de la partie FFT de LS fraîche et sèche en fonction de masse du végétal (hydrolat comme solvant)	58
Figure 46 : Evolution des rendements de l'HE obtenus par deux solvants pour FFT fraîche .	59
Figure 47 : Evolution des rendements de l'HE obtenus par deux solvants pour FFT sèche ...	60
Figure 48 : Schéma récapitulatif des R(%) optimaux de l'HE obtenus par deux solvants pour un même état de plante	61
Figure 49 : L'HE extraite et l'HE commerciale	63

Liste des tableaux

Tableau I : Classification des terpénoïdes	5
Tableau II : Quelques terpènes présents dans les végétaux	6
Tableau III : Comparaison des principaux chémotype de <i>rosmarinus officinalis</i>	9
Tableau IV : Conditions climatiques et géographiques de la région de récolte	35
Tableau V : Matériel et produits chimiques utilisés.....	36
Tableau VI : Evolution de la masse de la partie F et FFT de LS et du taux d'humidité au cours du séchage au mois de mai.	48
Tableau VII : Taux d'humidité des parties F et FFT de LS au mois de mai.....	49
Tableau VIII : Récapitulation des essais effectués sur les parties F et FFT récoltés au mois de mai	50
Tableau IX : Evolution de la masse de F et FFT de LS et du taux d'humidité au cours du séchage au mois de juin	51
Tableau X : Taux d'humidité des parties F et FFT au mois de juin	52
Tableau XI : Rendement de l'HE de la partie FFT de LS fraîche récolté au mois de juin par hydrodistillation en utilisant l'eau distillé comme solvant	52
Tableau XII : Rendements de l'HE de la partie FFT de LS sèche récolté au mois de juin par hydrodistillation en utilisant l'eau distillé comme solvant	53
Tableau XIII : Rendements de l'HE de LS fraîche et sèche (eau distillée comme solvant).....	54
Tableau XIV : Rendements de l'HE de la partie FFT de LS fraîche obtenus au mois de juin par hydrodistillation en utilisant l'hydrolat comme solvant.....	56
Tableau XV : Rendements de l'HE de LS sèche obtenus en utilisant l'hydrolat comme solvant	57
Tableau XVI : Rendement de l'HE de LS fraîche et sèche (hydrolat comme solvant)	58
Tableau XVII : Rendements de l'HE obtenus par deux solvants pour FFT fraîche.....	59
Tableau XVIII : Rendements de l'HE obtenus par deux solvants pour FFT sèche.....	60
Tableau XIX : Effet de la période de récolte sur le taux d'humidité des parties de LS.....	61
Tableau XX : Effet de la période de récolte sur le rendement de la partie FFT de LS	61

Liste des tableaux

Tableau XXI : Caractères organoleptiques de l'HE extraite et commerciale de LS	61
Tableau XXII : Masses de pycnomètre et la densité des HE.....	63
Tableau XXIII : Indices de réfraction des HE.....	64
Tableau XXIV : pH des HE.....	64
Tableau XXV : Caractéristiques physiques de l'HE extraite et commerciale de LS.....	64
Tableau XXVI : Caractéristiques chimiques de l'HE extraite et commerciale de LS.....	67

Liste des abréviations

$[\alpha]_D^{20}$: Pouvoir rotatoire.

AB : Agriculture Biologique.

AFNOR : Association Française de Normalisation.

d_4^{20} : Densité à 20°C.

d_4^T : Densité à T°C.

F : Fleurs.

FFT : Fleurs + Feuilles + Tiges.

HE : Huile Essentielle.

I_a : Indice d'acide.

I_e : Indice d'ester.

I_i : Indice d'iode.

I_p : Indice de peroxyde.

I_s : Indice de saponification.

ISO : Organisation Internationale de normalisation.

LS : Lavande Stoechas.

n_D^T : Indice de réfraction à T°C.

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

NRDC : National Research Development Corporation.

pH: Potentiel hydrogène.

R(%) : Rendement.

USA : United States of America.

Introduction

Les plantes sont une source immense de molécules chimiques complexes exploitées par l'homme. Depuis le début de l'histoire, les plantes aromatiques notamment les huiles essentielles sont utilisées pour parfumer, embellir et soigner le corps.

Les égyptiens de l'époque pharaonique connaissaient de nombreuses herbes médicinales et étaient conscients de leur utilité dans le traitement de diverses maladies. Lorsque les pharaons mouraient, leurs corps étaient enveloppés dans des tissus contenant de la cannelle, de la myrrhe, du bois de cèdre et d'autres résines et huiles.

En effet, une plante est dite médicinale lorsque l'un de ses organes par exemple la feuille possède des activités pharmacologiques pouvant conduire à des emplois thérapeutiques [1].

En Afrique, les plantes médicinales et aromatiques sont utilisées en médecine traditionnelle depuis l'Antiquité et encore aujourd'hui. L'Algérie, dotée d'une diversité climatique et de terrains fertiles, possède une flore très riche : méditerranéenne, saharienne et une flore paléotropicale estimée à plus de 3000 espèces appartenant à plusieurs familles botaniques. Cette diversité offre des conditions de développement de nouvelles exploitations agricoles des plantes médicinales et aromatiques [2].

Le genre *Lavandula* est un membre important de la famille des Lamiacées et se compose d'environ 28 espèces, qui sont pour la plupart d'origine méditerranéenne. La lavande *stoechas* est très connue sous le nom de halhal et est largement distribuée à travers toute la périphérie nord de l'Algérie. Il a été signalé que cette plante est répandue dans tout le bassin méditerranéen. Dans la médecine populaire algérienne, les parties aériennes, surtout les inflorescences, sont utilisées comme agent antiseptique, calmant, adjuvant de cicatrisation. La plupart de ces propriétés sont dûes à la fraction d'huile essentielle (HE) qu'elles contiennent. Elles sont également utilisées dans la cuisine comme herbe culinaire pour préparer le couscous le plus populaire.

Les huiles essentielles disposent de nombreux atouts. Elles sont utilisées pendant de nombreux siècles dans la plupart des civilisations, à des fins religieuses, cosmétiques et médicales. Ces huiles sont extraites par plusieurs méthodes comme l'hydrodistillation [3].

Dans le cadre de la valorisation de la flore algérienne, on s'est intéressé aux espèces de la famille des lamiaceae. « *Lavandula stoechas* L. ». L'objectif de ce travail consiste à étudier cette plante récoltée de la montagne de Beni Maouche et optimiser son rendement en HE en prenant en compte la caractérisation physicochimique et organoleptique. Pour se faire, on a devisé notre travail en cinq chapitres :

- Le premier chapitre représente des généralités et des notions de base sur les huiles essentielles.
- Le deuxième chapitre est dédié aux procédés d'extraction et les caractéristiques des huiles essentielles.
- Le troisième chapitre présente la description de la lavande en générale et la lavande stoechas en particulier, leurs compositions, et leur utilisation.
- Le quatrième chapitre regroupe des différentes méthodes et matériel utilisés de la récolte de la plante jusqu'à la caractérisation d'huile.
- Le cinquième chapitre regroupe les principaux résultats et discussions et enfin une conclusion qui englobe les résultats les plus importants.

Chapitre I

Généralités sur les huiles essentielles



Généralités sur les huiles essentielles

Le présent chapitre a pour objet de découvrir les huiles essentielles leurs propriétés, leur composition chimique et les facteurs influençant cette composition, et leur toxicité ainsi que les divers domaines et voies d'application et quelque standard des huiles essentielles.

I.1. Définition d'une huile végétale [4]

Les huiles végétales sont des acides gras liquides à température ambiante, de nature insaturée. Elles sont obtenues par l'extraction à froid de fruits oléagineux, c'est-à-dire une plante dont les graines, noix, amandes ou fruits contiennent des lipides. Elles présentent de nombreuses « liaisons libres », indispensables pour que l'organisme puisse en disposer selon ses besoins. Les huiles végétales sont les meilleurs diluants des huiles essentielles, elles permettent la pénétration de ces dernières dans l'organisme par voie cutanée, et elles sont d'excellents soins de beauté grâce à leur richesse en acides gras essentiels (Oméga 3, 6 et 9) qui favorisent la régénération et hydratation de la peau et la protège.

Dans ce qui suit l'huile essentielle est notée HE.

I.2. Définition d'une HE [5-7]

Les HE appelées aussi essence, sont des produits nobles, huileux concentrés, synthétisées par toutes les parties des plantes aromatiques comme les feuilles, fleurs et tiges. Contrairement aux huiles végétales, les HE pures et naturelles ne contiennent aucun corps gras, elles sont constituées seulement de molécules aromatiques volatiles qui s'évaporent si on ne les conserve pas correctement.

Selon la pharmacopée française, l'HE est un produit de composition complexe constituant les principes actifs volatils contenus dans les végétaux. Il existe divers procédés d'extraction pour que ces principes actifs soit parfaitement préservés, deux seulement sont utilisés pour la préparation des essences officinales : celui par distillation à la vapeur d'eau et celui par expression à froid.

I.3. Localisation des HE dans les plantes [8, 9]

Les HE peuvent être extraites de différentes parties vivantes de la plante comme les fleurs (camomilles), les écorces (cannelles), les feuilles (eucalyptus). 10% uniquement parmi les 800000 espèces des végétaux sont capables de synthétiser une essence.

Ces huiles essentielles se forment dans le cytoplasme de certaines cellules végétales spécialisées. Elles peuvent être stockées dans les différentes structures de la plante telles que

les poils sécréteurs ou les trichomes, les cellules épidermiques, les cellules sécrétrices internes, les poches sécrétrices et les canaux sécréteurs.

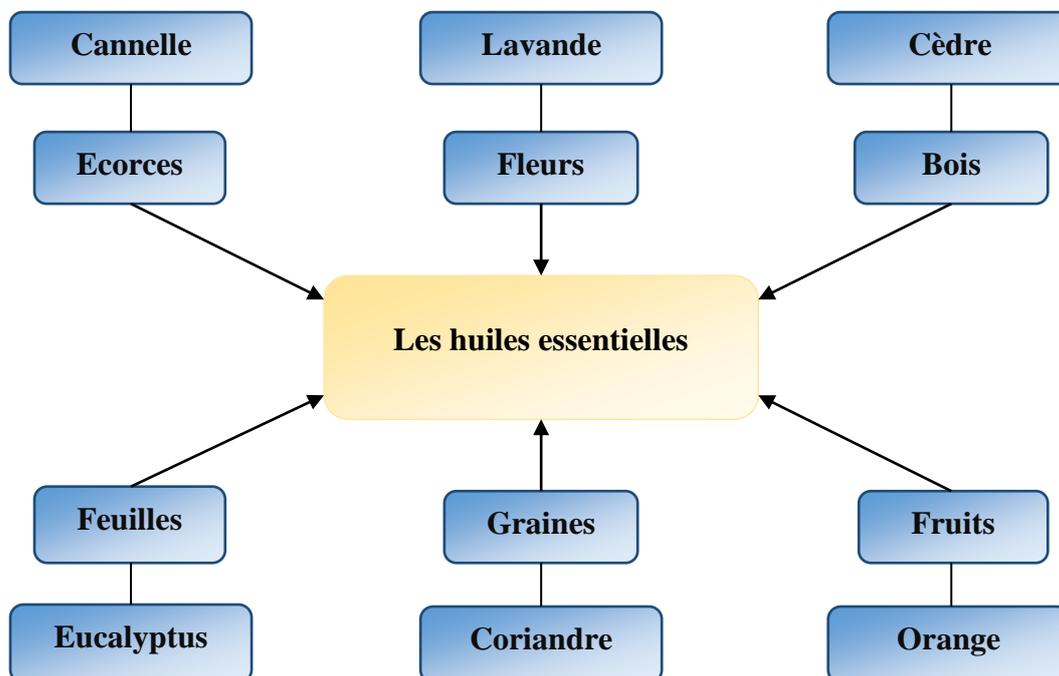


Figure 1: Exemple d'HE issues de différentes parties de plante [10].

I.4. Composition chimique des HE [11]

La composition chimique des HE est complexe et peut varier selon l'organe, les facteurs climatiques, la nature du sol, l'organe considéré, les pratiques culturales et le mode d'extraction. Les HE sont un mélange de constituants qui appartiennent à trois catégories de composés : terpéniques, aromatiques et variés.

I.4.1. Terpènes [12, 13]

Les HE sont constituées d'un certain nombre de composés terpéniques, généralement les plus volatils ayant une masse moléculaire ne sont pas élevés. Ces constituants proviennent de l'isoprène dont la formule générale $(C_5H_8)_n$. Ils sont également nommés isoprénoides ou terpénoides. Le terme « terpénoïde » veut dire l'ensemble des terpènes oxygénés et non oxygénés, alors que le terme « terpène » ne tient pas compte de la présence d'oxygène.

Selon le nombre de carbone on distingue : les monoterpènes (C_{10}) contiennent deux molécules d'isoprènes, les sesquiterpènes (C_{15}) contiennent trois unités d'isoprènes, les diterpènes (C_{20}) ont quatre unités d'isoprènes, les triterpènes (C_{30}) ont six unités et les tétraterpènes (C_{40}) ont huit. Certains composés terpéniques peuvent être toxiques, répulsifs ou attractifs pour d'autres organismes, d'où leurs rôles dans les interactions entre les plantes et plantes-animaux.

Tableau I: Classification des terpénoïdes

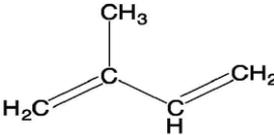
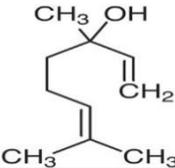
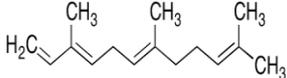
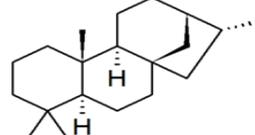
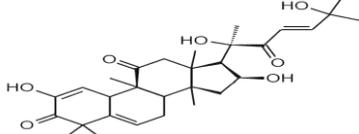
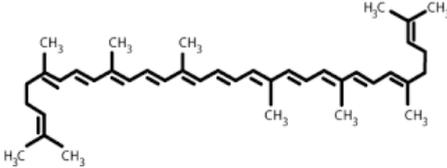
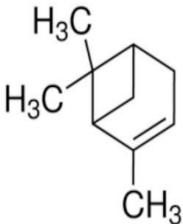
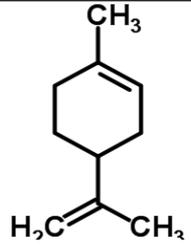
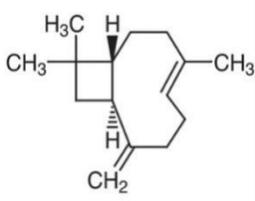
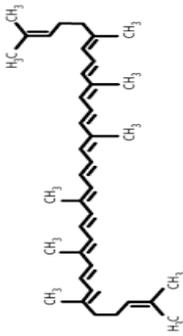
Classe	Formule brute	N° d'isoprène	Exemples
Hémiterpènes	C_5H_8	1	Isoprène 
Monoterpènes	$C_{10}H_{16}$	2	Linalool 
Sesquiterpènes	$C_{15}H_{24}$	3	α farnesene 
Diterpènes	$C_{20}H_{32}$	4	kaurane 
Triterpènes	$C_{30}H_{48}$	6	ucurbitacin 
Tétraterpènes	$C_{40}H_{64}$	8	Lycopene 

Tableau II: Quelques terpènes présents dans les végétaux [14]

Monoterpène		α-pinène (pine needles) Anti-inflammatoire Antiseptique		
		Limonène Antiseptique Antivirale (contre virus) Relaxant		
Sesquiterpène		β-caryophyllène anti-stress effet psychothérapeutique anti bactérienne		
Tétraterpène		Lycopene antioxydant responsable de la couleur rouge		

I.4.2. Composés aromatiques dérivés de phénylpropane [11,15]

Ces composés sont beaucoup moins fréquents dans les HE que les monoterpènes et sesquiterpènes. Cette classe comprend des composés odorants comme l'acide cinnamique et l'aldéhyde cinnamique (HE de cannelle), l'eugénol (HE de girofle), l'anéthol et l'aldéhyde ainsi que (HE fenouil), ainsi que le safrole (HE de sassafras). Les lactones dérivées des acides cinnamiques, comme les coumarines, sont, pour la plupart, entraînaibles par la vapeur d'eau et ainsi présentes dans certaines HE (HE de céleri).

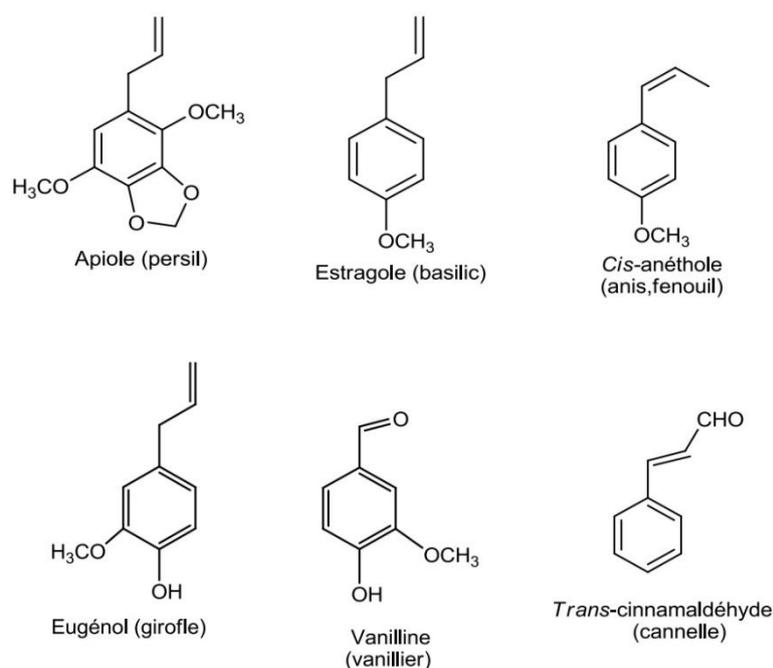


Figure 2 : Exemples de structure de composés dérivés du phénylpropane

I.4.3. Composés d'origine variée [11, 16]

Ces composés résultant de la transformation de molécules non volatiles entraînaibles par la vapeur d'eau lors de l'hydrodistillation, ce sont des hydrocarbures aliphatiques à chaîne linéaire ou ramifiée à faible masse moléculaire, qui portent des différentes fonctions.

- Alcools : menthol, géranol, linalol
- Aldéhydes : géranial, citronellal
- Cétones : camphre, pipéritone
- Phénols: thymol, carvacrol
- Esters : acétate de géranyle
- Ethers : R1-O-R2

I.5. Facteurs influençant la composition chimique

I.5.1. Espèces et variétés [10]

Il est important de préciser le nom scientifique de la plante, pour éviter toutes confusions liées à l'utilisation de noms vernaculaires. Par exemple, on ne peut pas simplement parler d'HE de « lavande » ou d'« eucalyptus » dont plusieurs espèces sont accessibles au public (Par exemple : *lavandula angustifolia*, et *lavandula latifolia medik.*, ou encore *eucalyptus globulus labill.*, et *Eucalyptus radiata Sieber*) et dont les compositions, les propriétés et les toxicités sont différentes. La désignation d'une éventuelle variété et du premier descripteur sont également des informations permettant de verrouiller le risque de confusion. Trop souvent, on retrouve des HE pour lesquelles l'organe producteur ou l'origine géographique ne sont pas précisés. Il est pourtant très utile de les inclure dans la dénomination de l'HE puisque nous verrons que ce sont les premiers facteurs de variation de la composition d'une HE.

I.5.2. Chémotype ou chimiotype [17, 18]

La notion de chémotype est découverte grâce au chercheur aromatalogue Pierre Franchomme au milieu des années 70. Elle désigne la composition des différentes variétés d'une HE de même espèce en fonction de son lieu de naissance, de l'exposition au soleil, du climat, de la composition du sol et de l'altitude, c'est sa carte d'identité précise. En fonction de son chémotype, ses propriétés santé peuvent être totalement différentes. Le romarin (*rosmarinus officinalis*) présente un exemple de ces différents chémotypes :

- Quand il est originaire du Maroc, il développe majoritairement un composé antiseptique : le 1,8-cinéole, ce qui en fait une plante efficace pour traiter des affections ORL notamment.
- S'il est cultivé en Provence (France), le camphre sera le composant majoritaire, il servira à soulager les douleurs articulaires.
- Le romarin provenant de Corse (France) synthétisera une cétone, la verbénone, ainsi qu'un ester, l'acétate de bornyle, deux composés qui ne se retrouvent dans aucun des deux autres chémotypes, et qui en fait une plante à visée hépatoprotectrice, et digestive.

Tableau III : Comparaison des principaux chémotype de *rosmarinus officinalis* [18]

Nom latin	Origine géographique	chémotype	Propriétés thérapeutiques
Rosmarinus officinalis	Maroc	1 ,8-cinéole	Antiseptique
Rosmarinus officinalis	Provence (France)	Camphre (30)%	Anti-rhumatismal
Rosmarinus officinalis	Corse (France)	Verbénone,acétate de bornyle	Hepathoprotecteur

I.5.3. Partie de la plante utilisée [19, 20]

Les cellules productrices d'HE pouvant se situer dans différents organes, il est possible d'obtenir différentes huiles selon les parties sélectionnées d'une même plante. Ainsi les HE extraites à partir des baies et des feuilles de piment ne sont pas identiques, donc il est important de mentionner la partie de plante utilisée car la composition chimique varie selon l'organe considéré, ce qui explique la variété des propriétés des HE.

I.5.4. Période de récolte [21]

La période de la récolte influe sur la composition de l'HE, les études portant sur la variation de la composition chimique des huiles en fonction du cycle circadien et des saisons sont nombreuses. Le moment de la récolte du matériel végétal dans l'année est un facteur important. Ces facteurs n'influent pas seulement sur la composition mais aussi sur la teneur en HE. Les Citrus par exemple ont une teneur plus importante en HE lorsque la température est élevée. Les fleurs de *chrysanthemum coronarium* sont plus riches en HE sous l'effet de fertilisants.

I.5.5. Facteurs environnementaux [10]

I.5.5.1. Humidité

Une baisse d'humidité dans l'environnement de la plante diminue sa croissance et entraîne d'importantes modifications biochimiques et métaboliques, par ailleurs ces modifications ont une influence sur la qualité de l'essence.

I.5.5.2. Température

Une plante subissant un stress hydrique a tendance à produire plus de métabolites secondaires et pour d'autres espèces, la capacité de production des métabolites diminuent. On ne peut pas

juger l'influence de la température sur la production d'essence par la plante tant les réactions sont variables et spécifiques à chaque espèce.

I.5.5.3. Altitude

On sait que la plupart des espèces ne sont présentes que sur une altitude bien définie. Des études ont été menées [7], pour déterminer l'influence que l'altitude à laquelle se développe la plante peut avoir sur son profil biochimique. Ainsi, il a été déterminé pour la lavande (*lavandula angustifolia*) qu'un plant poussant à haute altitude produisait jusqu'à 10% d'esters (acétate de linalyle) de plus qu'un plant se développant à une altitude moyenne. Il existe d'autres facteurs externes pouvant influencer la composition chimique de l'HE comme la durée d'ensoleillement, la composition du sol, les pratiques culturales.

I.6. Toxicité des HE [22, 9]

Les HE sont de plus en plus reconnus pour leurs bienfaits sur le bien-être et la santé, néanmoins il faut les utiliser avec prudence pour éviter tout effet indésirable. En effet à dose trop faible, leur activité thérapeutique est insuffisante, à dose plus élevée, leur activité est optimale, et au-delà, elles deviennent toxiques. La prudence est donc indispensable quant aux choix des HE, de leur voie d'administration, de leur posologie et de la durée de traitement. Par exemple, l'utilisation de l'HE de menthe poivrée par voie nasale ou sur le visage d'un enfant de 4 ans peut provoquer un spasme de la glotte susceptible de déclencher une asphyxie. Pour cette catégorie d'âge, une quantité de 10 ml de l'HE de clou de girofle qui contient de leugénol mène à une insuffisance hépatique. L'HE de Romarin à camphre, de menthe poivrée provoque des convulsions qui peuvent conduire à un coma, voire au décès.

D'autres effets toxiques sont causés par une mauvaise utilisation des huiles essentielles comme l'irritation de la muqueuse, les vomissements, la diarrhée, les convulsions, l'insuffisance rénale et la dépression du système nerveux central. Donc pour éviter tous ces effets, il faut examiner chaque composant rigoureusement pour vérifier sa toxicité avant qu'il soit autorisé à être mis au contact des produits alimentaires pour la consommation humaine.

I.7. Domaines d'application des HE

I.7.1. Aromathérapie [23]

Le mot « aromathérapie » signifie le traitement des maladies (thérapie) par les arômes (essences ou HE de plantes aromatiques). L'aromathérapie est parmi les techniques de médecine naturelle, alternative ou holistique, généralement fixées par les médecins naturopathes, ostéopathes et biothérapeutes. Les HE sont utilisées également par tous en prévention et en soin, quotidiennement ou pour une certaine durée que ce soit par voie orale,

par application cutanée, en massage, en inhalation ou en bains aromatiques, avec de grands résultats pour les humains comme pour les animaux.

I.7.2. Agroalimentaire [24]

Les HE sont utilisés dans l'industrie alimentaire pour aromatiser les aliments et la conservation grâce aux effets antimicrobiens et antioxydants de certains de leurs constituants. Ces agents naturels viennent réduire ou remplacer les agents de conservation chimiques ou synthétiques qui présentent des effets mauvais sur la santé. En effet, l'utilisation des antioxydants synthétiques tels que l'hydroxytoluène butilé (BHT), ainsi que l'hydroxyanisole butilé (BHA) à long terme est capable de provoquer une mutation ou un cancer.

I.7.3. Cosmétique et parfumerie [10,24]

L'industrie des cosmétiques, savonneries et parfums constitue le plus gros consommateur d'HE. Il représente 60 % de la demande totale en substances naturelles, selon le National Research Development Corporation (NRDC). Ce secteur est caractérisé par une très grande variété de produits, de quantité relativement faible avec des prix souvent élevés. Les HE sont utilisées comme matière première de base dans la fabrication des parfums et d'autres produits cosmétiques. L'exemple le plus notable est celui de l'eau de Cologne dont la formule, mise au point par Jean-Marie Farina au début du 18^{ème} siècle, comportait principalement des HE d'agrumes (fleur d'oranger, cédrat, bergamote) et d'aromates (romarin, thym) complétées par des extraits de fleurs (HE de lavande et de rose double, eau de mélisse et extrait de jasmin).

I.7.4. Agriculture [10, 24]

Les HE présentent des activités insecticides. Elles sont aussi utilisées dans la lutte biologique contre les ravageurs. En effet, ces bios pesticides présentent un avantage par rapport aux produits phytosanitaires qui comportent des risques pour la santé humaine et pour l'environnement. Les bios pesticides à partir des HE sont caractérisés par leur faible toxicité pour l'homme et par leur mode d'action sur les ravageurs. L'action des HE sur les insectes affecte la croissance, la mue, la fécondité et le développement.

Des produits à base d'HE sont déjà commercialisés dans certains pays d'Europe. L'HE de clou de girofle (*syzygium aromaticum* L.) est par exemple proposé pour lutter contre des maladies de conservation des pommes et des poires. La menthe verte (*mentha spicata* L.) est utilisée pour inhiber la germination des pommes de terre. L'orange douce (*citrus sinensis* (L.) osbeck) est proposée contre de nombreuses maladies et insectes (mildiou, oïdium, rouille blanche, cicadelles, aleurodes...).

I.8. Standards officiels des HE [25]

Il existe plusieurs standards officiels pour les HE.

I.8.1. AFNOR

L'AFNOR est l'Association française de normalisation qui représente la France auprès de l'organisation internationale de normalisation (ISO) et du comité européen de normalisation (CEN). On retrouve principalement dans cette norme les caractéristiques organoleptique, physico-chimique et le profil chromatographique



Figure 3 : Logo de la norme afnor.

I.8.2. ISO

L'ISO est un organisme international qui se compose d'organismes nationaux de normalisation. Dans le cas des HE, l'ISO travaille à rassembler les données et les informations des comités nationaux pour créer un référentiel unique.



Figure 4 : Logo de la norme iso.

I.8.7. Label BIO et AB

Que ce soit avec le logo « AB » qui signifie agriculture biologique ou avec l'Eurofeuille, les produits issus de l'agriculture biologique sont facilement reconnaissables par les consommateurs. L'utilisation des HE certifiées est donc un gage de qualité pour le consommateur et elles représentent une part importante du marché en France.



Figure 5 : Label BIO et AB

I.9. Propriétés physiques et chimiques des HE

Toutes les HE sont volatiles, parfumées et inflammables. Leur densité est généralement inférieure à 1. Seules trois HE médicinales sont plus denses que l'eau et ce sont les HE de cannelle, de clou de girofle et de sassafras. Les HE sont généralement incolores ou jaune pâle à l'état liquide à température ambiante à l'exception de quelques HE telles que l'huile de l'Achillée et l'huile de la matricaire. Ces dernières se caractérisent par une coloration bleue à bleue verdâtre, due à la présence de chamazulène et l'azulène. Les HE sont solubles dans l'alcool, dans les huiles fixes et dans la plupart des solvants organiques [26-28]. Leurs points d'ébullition sont toujours supérieurs à 100°C, selon leur poids moléculaire. Par exemple, les points d'ébullition du caryophyllène, le géraniol, le citral et l' α -pinène sont respectivement de 260, 230, 228 et 156°C, mais d'après Valnet (1984), ce point varie de 160 à 240°C. Elles ont un indice de réfraction élevé et deviennent pour la plupart de la lumière polarisée (optiquement actifs) [29, 30]. Elles ont parfois un toucher gras ou huileux mais ce ne sont pas des corps gras et peuvent revenir à l'état de vapeur sans laisser de trace par évaporation, ce qui n'est pas le cas des huiles fixes (olive, tournesol ...) qui ne sont pas volatiles et laissent sur le papier une trace grasse persistante [31].

I.10. Conservation des HE

L'instabilité moléculaire des HE peut être réduite en utilisant des bouteilles en aluminium, en acier inoxydable ou en verre ambré, entièrement remplis et fermés de façon étanche, et stockées à basse température, ou conservés sous atmosphère d'azote [32].

I.11. Précautions d'usage des HE [22]

Dans ce qui suit, sont données quelques précautions d'usage des HE.

- Il faut éviter l'usage des HE pour les femmes enceintes, aux enfants de moins de trois ans, aux personnes âgées, aux asthmatiques et aux personnes sujettes aux allergies.
- Il ne faut pas utiliser les HE pures, sauf exception, quelle que soit la voie d'administration, pour éviter les toxicités.
- La plupart des HE chez l'enfant de moins de 7 ans sont à éviter, sauf avis médical contraire.
- Respecter la dose adaptée à l'âge pour une voie d'administration donnée.
- Ne jamais appliquer les HE dans les yeux, le nez, les oreilles ou sur les muqueuses.

- Après une projection accidentelle d'HE dans les yeux ou sur les muqueuses, rincer rapidement à l'aide d'une huile végétale, et à la suite d'une ingestion massive accidentelle, appeler le centre antipoison.
- Il faut respecter des fenêtres thérapeutiques (cinq jours de traitement, deux jours de pause) de manière à éviter tout surdosage en cas d'usage prolongé.
- Ne jamais laisser les flacons à portée des enfants et se laver les mains après utilisation.
- Ne pas utiliser à des concentrations supérieures à 10% pour un usage cutané.

I.13. Hydrolats [33]

Les hydrolats sont aussi appelés hydrosols ou encore « eaux florales ». Ce dernier terme laisse entendre qu'il n'existerait des hydrolats que pour la distillation de fleurs ce qui est faux : il existe autant d'hydrolats que d'HE. Dans le cas de distillation, les vapeurs d'eau traversent le végétal puis elles se condensent après avoir traversé le système de refroidissement, l'HE se sépare de l'hydrolat par différence de densité.

La durée de vie d'un hydrolat dépend de la qualité de la distillation et des conditions de la conservation du produit. Comme pour les HE, il faut utiliser une eau de source qui contient peu de calcaire pour la distillation intégrale, sous basse pression. Avant d'utiliser l'hydrolat, il faut le laisser se reposer pendant deux mois après sa distillation. Un hydrolat de qualité, conservé à l'abri de la lumière et à une température inférieure à 15° C, peut se conserver deux ans. Il est donc indispensable de conserver le flacon d'hydrolat dans le réfrigérateur après son ouverture. Les hydrolats de qualité ont des propriétés thérapeutiques, ils ne sont pas comme ceux utilisés en cosmétiques qui sont stabilisés par un ajout d'alcool. Les hydrolats sont des produits utilisés pour apaiser l'anxiété chez les grands comme chez les petits. Le parfum des hydrolats rappelle celui de la plante fraîche. On peut utiliser les hydrolats avec plus de souplesse que les HE, que ce soit par voie interne ou par voie externe parce qu'il s'agit de produits moins concentrés.

Chapitre II

Méthodes d'extraction et caractérisation des huiles essentielles



Méthodes d'extraction et caractéristiques physico-chimiques

Dans ce chapitre sont exposés les différentes méthodes d'extraction classiques et innovantes ainsi que les caractérisations organoleptiques et physicochimiques des huiles essentielles.

II.1. Méthodes d'extraction des HE

L'extraction est une technique de séparation en génie chimique. Cette technique sépare sélectivement un ou plusieurs composés à l'aide d'un moyen d'extraction d'un mélange basé sur des propriétés physiques ou chimiques [34]. L'objectif de l'extraction est de capter et de collecter les composants les plus volatils produits par les plantes tout en gardant leur qualité [35].

Le choix des techniques d'exploitation des plantes aromatiques doit être adapté aux composés spécifiques recherchés c'est à dire elle dépend du type de produit ou de la nature chimique de la molécule recherchée, que du type d'organes utilisés (feuilles, fleurs, graines ou fruits, racines ou rhizomes), frais ou secs [36].

Les principaux paramètres à prendre en compte dans l'opération d'extraction des matières premières naturelles aromatiques sont : volatilité, solubilité, la taille et la forme des molécules constitutives et adsorption [36].

Aujourd'hui, il existe plusieurs méthodes pour obtenir les HE, classées en deux catégories distinctes : méthodes classiques et innovantes.

II.1.1. Méthodes classiques

II.1.1.1. Hydrodistillation

L'hydrodistillation est une méthode d'extraction qui permet d'extraire des espèces chimiques volatiles, peu ou pas solubles dans l'eau ainsi que pour le contrôle de qualité des huiles essentielles au laboratoire [37]. Le principe de l'hydrodistillation est celui de la distillation de mélanges binaires non miscibles. Elle consiste à immerger la biomasse végétale dans un bain d'eau, que l'on porte ensuite à l'ébullition [38]. Elle est généralement conduite à pression atmosphérique [39]. Après ébullition les vapeurs hétérogènes sont condensées à l'aide d'un réfrigérant puis récupérées. L'HE se sépare de l'hydrolat par simple différence de densité. Cette méthode est simple dans son principe et ne nécessite pas un appareillage coûteux [38].

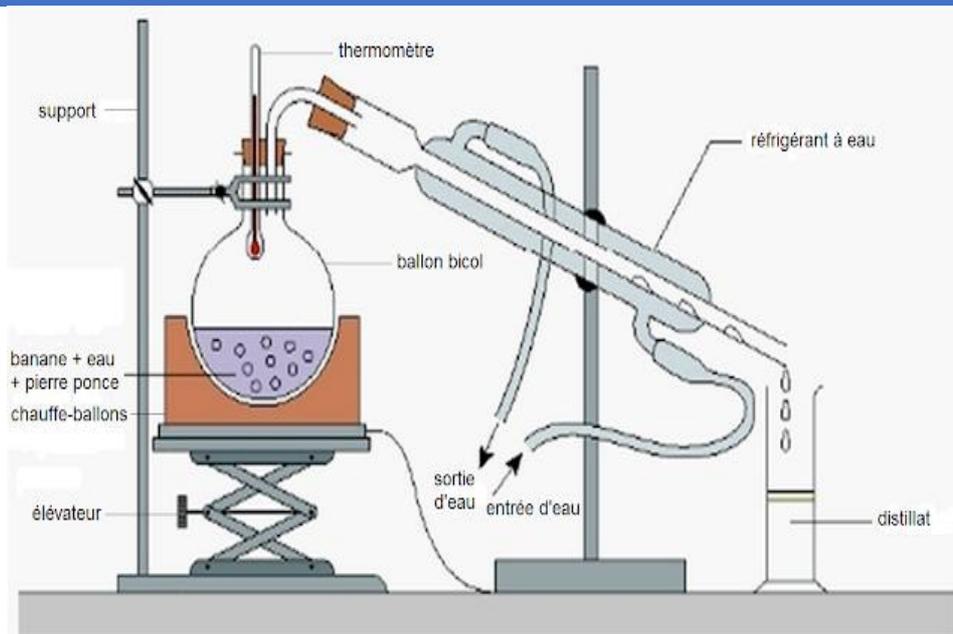


Figure 6 : Montage d'hydrodistillation [37]

II.1.1.2. Entrainement à la vapeur d'eau

L'entraînement à la vapeur d'eau est la technique la plus couramment utilisée et la plus aisée à mettre en œuvre pour la production d'HE et elle reste sans aucun doute la plus rentable, avec un investissement matériel relativement peu important par rapport aux autres techniques [39]. Contrairement à l'hydrodistillation, cette technologie ne met pas l'eau en contact direct avec la matière végétale traitée [40]. Cette technique compte sur la récupération l'HE contenues dans les cellules végétales grâce à la vapeur d'eau. La matière première aromatique naturelle est placée dans un alambic dans lequel est injectée de la vapeur créée par une chaudière ou un générateur. La vapeur d'eau détruit la structure des cellules végétales, libérant des molécules odorantes. La vapeur chargée d'HE est condensée par refroidissement dans le condenseur puis récupérée dans l'essencier. Hydrolats et HE de différentes densités sont naturellement séparés [41].

Cette technique a l'avantage d'être plus efficace que l'hydrodistillation. Elle limite également les phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile [42].

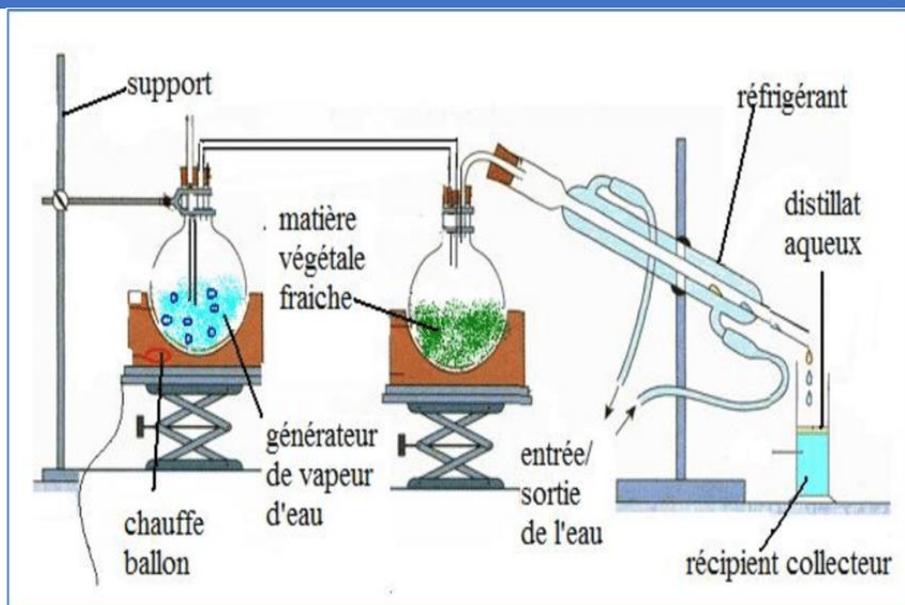


Figure 7 : Montage d'entraînement à la vapeur d'eau [40]

II.1.1.3. Hydrodiffusion

L'hydrodiffusion est une modification du processus d'entraînement par la vapeur d'eau, dans lequel la vapeur provient du haut vers le bas de l'alambic, permettant à la vapeur de s'infiltrer dans la matière végétale par gravité puis le mélange (vapeur d'eau-HE) va se condenser et récupérer, et la manière de séparer l'HE est la même que celle des autres procédés de distillation [13,43]. L'HE obtenue par cette méthode contient des composants non volatils, ce qui a valu un nom spécial « essence de percolation » [44].

Par rapport à la distillation à la vapeur d'eau, cette technique réduit la consommation de vapeur et le temps de distillation et donne des rendements plus élevés [43].

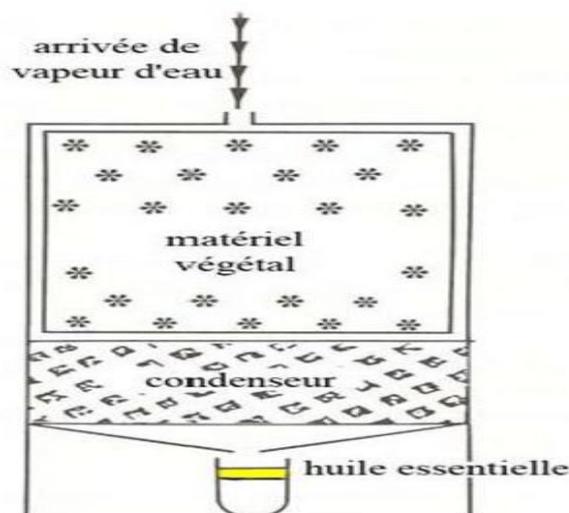


Figure 8 : Montage de l'hydrodiffusion [43]

II.1.1.4. Expression à froid

L'expression à froid ou pression à froid, correspond au troisième procédé d'extraction décrit par la pharmacopée européenne comme un « procédé mécanique sans chauffage » [10]. Il s'agit d'une technique physique simple et dans laquelle les écorces d'agrumes (citron, orange) sont pressées à froid pour extraire leurs HE à l'aide d'un rouleau ou d'une éponge. Cela signifie qu'aucune source de chaleur n'est utilisée, ce qui donne une odeur d'huile très proche de l'originale [44,45].

Le principe de cette méthode est d'éclater par différents processus mécaniques (compression, perforation). Les poches situées à la surface de l'écorce de ces fruits renferment l'HE. Cette dernière libérée vers l'extérieur, et la séparation se fait par centrifugation. Cette technique est simple et limite l'oxydation à son minimum [45, 46].

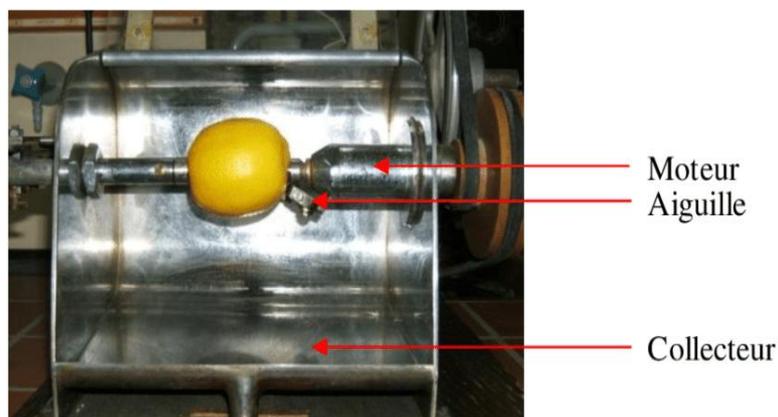


Figure 9 : Montage d'une expression à froid à l'aide d'une presse [44]

II.1.1.5. Distillation sèche

La distillation sèche, aussi appelée distillation destructive est une méthode reconnue par la pharmacopée européenne et très peu utilisée. Elle s'agit d'une méthode d'extraction des HE caractéristiques pour les végétaux fragiles tels que les pétales de rose. Cette technique contrairement à l'hydrodistillation et l'entraînement à la vapeur consiste en un chauffage doux de la matière première sans l'eau. L'absence de ce dernier permet également de préserver les substances volatiles de l'hydrolyse ensuite condensées et récupérées [47,48].

L'avantage de cette méthode est la température à laquelle se déroule l'extraction : inférieure à 100°C, ce qui évite la dénaturation de certaines molécules thermosensibles et on obtient par ce procédé une HE de grande qualité, assez fidèle à l'essence présente dans la plante [10,48].

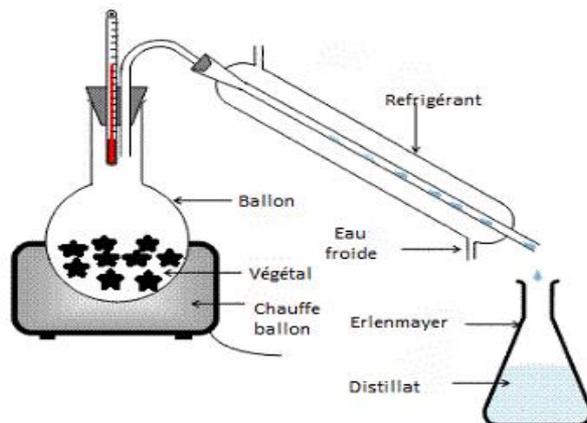


Figure 10 : Montage de distillation sèche [47]

II.1.1.6. Enfleurage [49]

L'enfleurage est une technique ancienne qui met en contact les pétales de fleurs sur une graisse purifiée (d'origine animale ou végétale) qui se sature en HE au bout de quelques jours, après quoi le mélange de graisse et de pétales est pressé donc obtient une substance huileuse fortement concentrée en arômes, elle est rincée à l'alcool qui s'évaporera progressivement ne laissant que de l'HE. C'est le processus le plus courant dans l'industrie du parfum.



Figure 11 : Méthode d'enfleurage [49].

II.1.2. Méthodes innovantes

II.1.2.1. Extraction par solvants

La méthode d'extraction par solvant organique est largement utilisée aujourd'hui et la plus pratique. Le principe de cette technique consiste à placer dans un extracteur un solvant volatil et la matière végétale à traiter [44]. Grâce du lavage successif, le solvant sera chargé en composants aromatiques, puis envoyé au concentrateur pour être distillé à pression atmosphérique [39].

Les solvants les plus couramment utilisés sont l'éthanol, l'hexane et le cyclohexane, plus rarement l'acétone et le dichlorométhane. Le choix de solvant est autorisé en raison de sa stabilité face à la chaleur, à la lumière ou l'oxygène, sa température d'ébullition pas trop élevée pour permettre son élimination totale et ne devra pas réagir chimiquement avec l'extrait [44]. L'avantage d'utiliser ces solvants ont un pouvoir d'extraction plus élevé que l'eau, de sorte que l'extrait contient non seulement des composés volatils mais également de nombreux composés non volatils tels que des cires, pigments, acides gras et bien autres [36].

L'extraction par solvant est réalisée avec différents appareils comme le Soxhlet ou un appareil de Lickens-Nickerson, sont des pièces de verrerie permettant une extraction avec une grande efficacité [47,50].

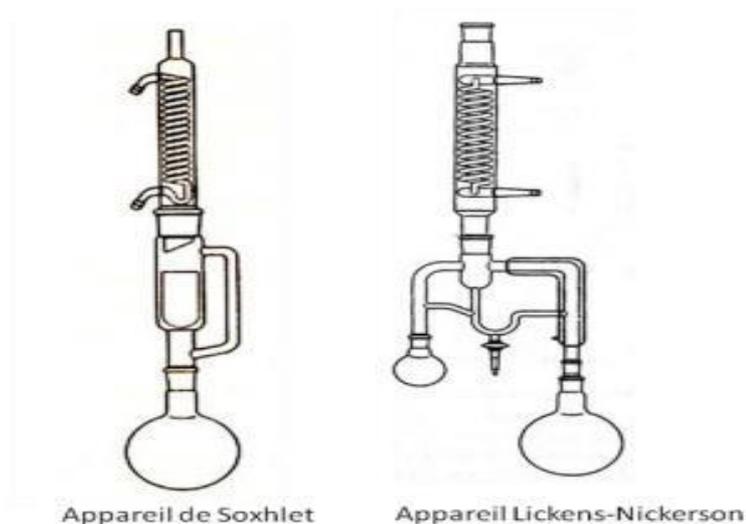


Figure 12 : Appareillages d'extraction par solvant [50].

II.1.2.2. Extraction assistée aux ultrasons

L'ultrason est une onde mécanique capable de se déplacer dans un milieu élastique à des fréquences supérieures à la limite maximale audible de l'oreille humaine (16 KHz). Les ultrasons de puissance fonctionnant à une intensité de 20 à 100 KHz sont utilisés pour extraire les arômes et de nombreuses autres molécules des plantes [51].

La matière végétale est immergée dans un solvant et soumise à l'action des ultrasons. Les ondes sonores induisent des vibrations mécaniques dans le milieu par étapes successives détente et de compression. Il en résulte la formation de bulles (phénomène de cavitation). Près des parois cellulaires, ces bulles se dégonflent, ceci produit des micro-jets ultra-rapides de liquide qui provoquent la destruction de ces parois et entraînent à la libération des molécules recherchées dans le milieu. Une étape d'élimination du solvant est nécessaire pour récupérer l'HE [52].

Comparée aux techniques d'extraction conventionnelles, l'extraction assistée par ultrasons a des avantages notamment : les solutés diffusent plus rapidement dans le milieu d'extraction ce qui réduit le temps d'extraction. La température de l'extraction est plus faible, ce qui permet d'extraire des substances thermosensibles (acides gras polyinsaturés, caroténoïdes, ...) [53].

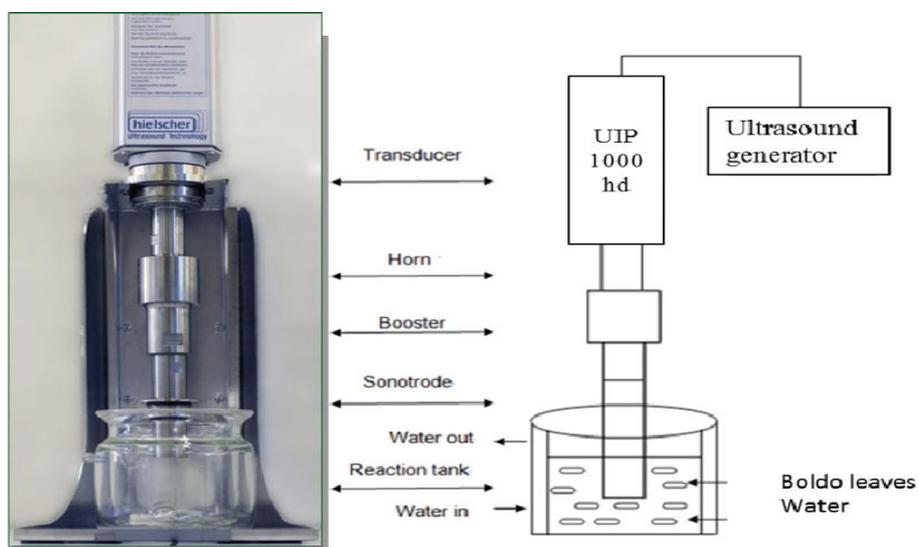


Figure 13 : Montage d'extraction par ultrasons [52]

II.1.2.3. Extraction au CO₂ supercritique

C'est une extraction par fluide supercritique, qui est un processus de séparation d'un composant (l'extractant) d'un autre (la matrice), c'est la technique la plus sophistiquée utilisée [54]. L'entraînement des substances aromatiques se fait par passer un flux de fluide à haute pression à travers la masse végétale (en général les fleurs). En pratique, plus de 90% des extractions analytiques par un fluide supercritique sont réalisées avec du dioxyde de carbone (CO₂) pour plusieurs raisons pratiques [55,56].

Cette extraction est effectuée à une pression critique (74 bars) et une température (32°C) relativement basses, le CO₂ est relativement non toxique, ininflammable, non corrosif, très pur et facilement éliminé de l'extract [57]. Le produit obtenu présente généralement de bonnes caractéristiques organoleptiques de qualité intéressant pouvant être proche de l'HE, mais cette technique nécessite un gros investissement financier [45,58].

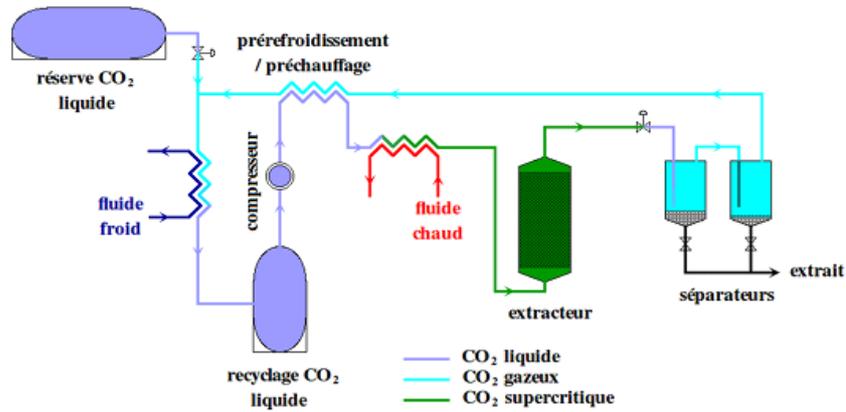


Figure 14 : Schéma de l'extraction au CO₂ supercritique [56]

II.1.2.4. Extraction assistée par micro-onde

C'est une technique récemment développée visant à extraire des produits naturels comparables aux HE et aux extraits aromatiques. Dans cette méthode, les plantes sont chauffées par un rayonnement micro-onde dans une enceinte de pression successivement décroissante : les molécules volatiles sont entraînées dans un azéotrope à vapeur d'eau caractéristique aux plantes traitées. Le chauffage par évaporation de l'eau contenue dans les glandes sébacées crée une pression à l'intérieur de celles-ci, brisant les parois végétales et libérant ainsi l'huile contenue [59].

L'extraction assistée par micro-ondes offre les avantages suivants : technologie verte, économie d'énergie et de temps d'extraction (dix à trente fois plus rapide), investissement initial, dégradations thermiques réduite et hydrolytique minimisée et un rendement très élevé [60].

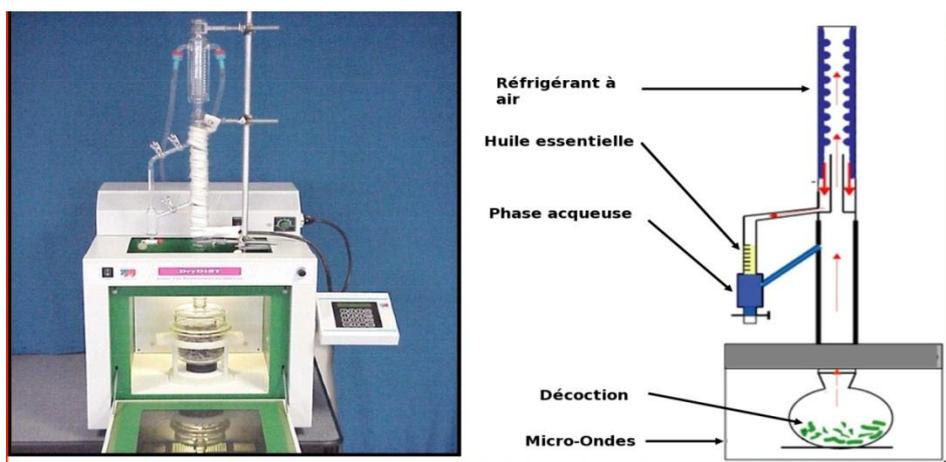


Figure 15 : Montage d'extraction assistée par micro-ondes [59]

II.2. Caractéristiques des HE

II.2.1. Caractérisations organoleptiques

Les HE ont une odeur agréable, aromatique avec une saveur douce, épicée, fruitée, fraîche...etc. Leurs aspects sont liquides à température ambiante, rarement visqueux (myrthe). Certaines cristallisent partiellement ou totalement à plus faible température (anis ; anéthole ; menthe des champs ; menthol). Elles n'ont pas le toucher gras et crémeux des huiles végétales et elles sont rarement colorées [61].

II.2.2. Caractérisations physiques

Les mesures physiques complètent les caractères organoleptiques : ce sont essentiellement le pouvoir rotatoire, la densité, l'indice de réfraction et la solubilité dans l'alcool éthylique [23].

II.2.2.1. Pouvoir rotatoire [α_D^{20}]

Le pouvoir rotatoire d'une huile essentielle est l'angle exprimé en milli radians et ou degrés d'angle dont tourne le plan de polarisation d'une radiation lumineuse de longueur d'onde $\lambda = (589,3 * 0,3)$ nm, correspondant aux raies D du sodium, lorsque celles-ci traversent une épaisseur de 100 mm d'huile essentielle dans des conditions déterminées de température. Le pouvoir rotatoire se mesure à l'aide d'un polarimètre appareil de mesure de la polarisation [62].

II.2.2.2. Densité [d_4^{20}]

La densité présente le rapport de la masse d'un volume d'HE par la masse du même volume de l'eau distillée à 20°C. Elle n'a pas d'unité et varie selon la température. La densité relative est mesurée par deux appareils : le densimètre et le pycnomètre. La densité des HE est plus souvent inférieure à celle de l'eau, cependant, certaines ont une densité supérieure ou voisine de celle de l'eau, comme l'HE de clous de girofle et graines de carotte [61].

II.2.2.3. Indice de réfraction [n_D^{20}]

L'indice de réfraction est une grandeur sans dimension, elle s'exprime par le rapport entre le sinus des angles d'incidence et de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'HE maintenue à une température constante [63]. Les HE ont un indice de réfraction élevé. Il se mesure à l'aide d'un refractomètre [16].

II.2.2.4. Solubilité dans l'alcool

La miscibilité à l'éthanol est déterminée par le volume d'alcool nécessaire pour former avec 0,5 ml d'HE un mélange homogène [64].

II.2.2.5. Mesure du pH

Le pH est l'abréviation de potentiel d'Hydrogène, il mesure l'activité chimique des ions hydrogènes (H^+). Le pH mesure l'acidité ou la basicité d'une solution. Il s'agit d'un coefficient permettant de savoir si une solution est acide, basique ou neutre [65].

II.2.3. Caractérisations chimiques

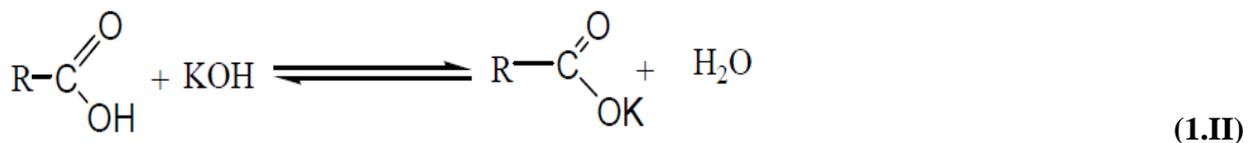
Les analyses chimiques telles que les indices d'ester et d'acide, les dosages de terpènes, phénols, etc., complètent les analyses physiques [23].

II.2.3.1. Indice d'acide [I_a]

La teneur en acides gras libres d'une HE s'exprime par deux façons : l'acidité et l'indice d'acide qui sont déterminés expérimentalement de la même manière et seul le mode d'expression est différent.

L'indice d'acide permet de vérifier la qualité d'une HE, aussi sa dégradation avec le temps durant le stockage. C'est la masse d'hydroxyde de potassium (KOH), exprimée en milligrammes nécessaire pour neutraliser des acides libres contenus dans 1 gramme d'HE [62].

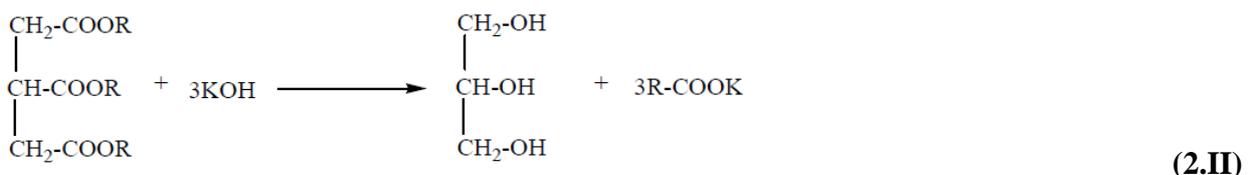
La neutralisation d'un monoacide par le potasse se traduit par la réaction chimique suivante :



II.2.3.2. Indice de saponification [I_s]

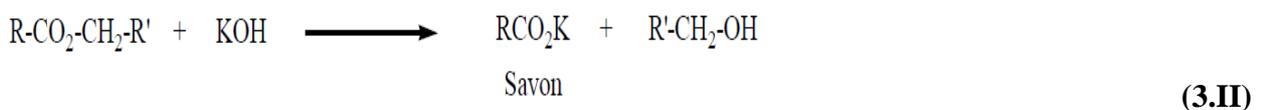
L'indice de saponification est le nombre en milligrammes de potasse caustique (KOH) nécessaire pour transformer en savon les acides gras et les triglycérides d'un 1 gramme d'huile essentielle.

Le principe consiste à titrer l'excès d'hydroxyde de potassium en solution par l'acide chlorhydrique. La réaction de saponification est une réaction lente et incomplète. Pour l'accélérer et la rendre aussi complète que possible, il faut opérer dans un milieu alcoolique, à température élevée et en présence d'un excès de base [64].



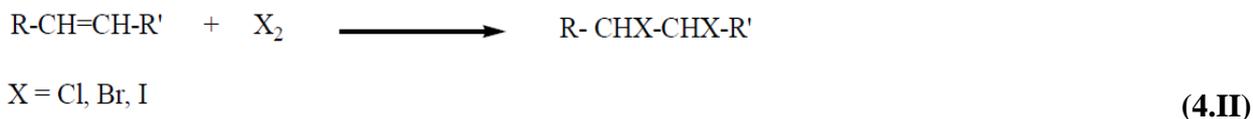
II.2.3.3. Indice d'ester [I_e]

C'est la masse de KOH exprimée en milligrammes nécessaire à la neutralisation des acides libérés par l'hydrolyse des esters contenus dans 1 gramme d'HE. La potasse réagit avec les esters selon une réaction dite la saponification [63] :



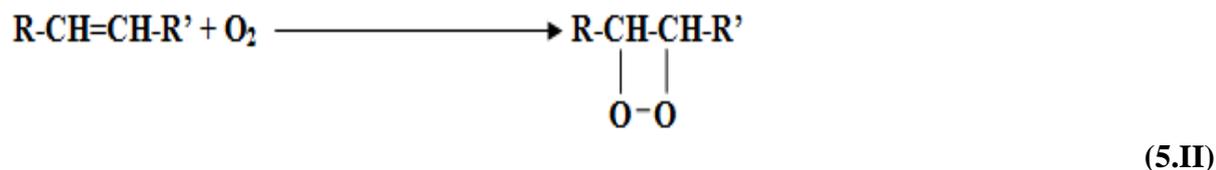
II.2.3.4. Indice d'iode [I_i]

L'indice d'iode est le nombre de grammes d'iode que peuvent fixer les doubles liaisons de 100 grammes de substance. Quel que soit le réactif halogène utilisé, le principe est le même. Les liaisons éthyléniques fixent les halogènes d'après la réaction suivante [64] :

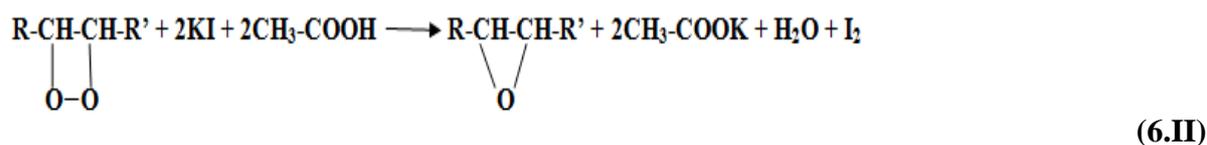
**II.2.3.5. Indice de peroxyde [I_p]**

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.

- Réaction de formation du peroxyde :



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



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



Chapitre III

La lavande



La lavande

Ce chapitre est subdivisé en deux parties. La première partie est consacrée aux généralités sur la lavande, caractéristiques de la famille des lamiacées son aire de répartition, les types de lavande, son huile essentielle et sa toxicité.

La deuxième partie s'intéresse à la lavande stoechas en particulier, aux noms associés à cette plante, sa position systématique, sa distribution géographique et la composition chimique de son HE.

III.1. La lavande

III.1.1. Généralités sur la lavande

Le genre lavande ou *lavandula* est connu depuis l'antiquité. Elle est d'origine de Perse et des îles Canaries. Les anciens semblent avoir découvert très tôt ses usages médicaux. La lavande a une longue histoire en usage médical. Beaucoup de variétés sont cultivées autour du monde mais il existe au moins cinq espèces différentes sont employées en médecine. Elle a été utilisée par les Romains et les Nord-Africains pour parfumer les bains et entretenir le linge. Les Égyptiens employaient la fleur de la Lavande dans le processus de momification. En médecine chinoise traditionnelle, la lavande a été utilisée pour traiter l'infertilité, les infections, l'angoisse et la fièvre. Par contre en médecine arabe l'employait pour les problèmes rénaux et comme traitement des infections de l'estomac [66].

La lavande fut reconnue au cours de 17^{ème} et 18^{ème} siècle pour soigner, outre les cas de coliques et bronchite, les maladies nerveuses où ils s'appelaient plante de tête (pour soulager les maux de tête) [66].

La lavande appartient à la famille des lamiacées (appelées aussi labiées ou labiacées), comme le thym, le romarin, la sarriette, la sauge et la marjolaine. Ces arbustes sont célèbres pour leurs fleurs très parfumées et leurs feuilles persistantes aromatiques. Il existe 39 espèces de lavande, toutes originaires des régions sèches, ensoleillées et rocheuses du monde. Les fleurs de la lavande sont des épis blancs, roses, bleus ou violets selon les espèces. Elles sont agréablement parfumées de mars à septembre, en fin de floraison les épis secs restent décoratifs et parfumés et durent encore de longs mois [67]. Les lavandes s'intègrent à merveille dans tous les jardins et balcons. Elles sont faciles à cultiver, leur forme arrondie et leur feuillage argenté illuminent le jardin même en plein hiver [68].

Aujourd'hui, 20 000 à 25 000 plantes sont utilisées dans la pharmacopée humaine. 75% des médicaments sont d'origine végétale dont 25% contiennent au moins une molécule active

d'origine végétale. Extraire différents produits sous différentes formes dont les plus importantes sont : tisane, gélules végétales, suspensions entières de plantes fraîches, teintures mères, infusions de glycérine et l'HE. Principaux types de plantes aromatiques et médicinales utiles à l'homme peuvent être définis par leur utilisation principale. Nous pouvons citer [69] :

- Plantes pour tisanes, boissons santé et loisirs
- Plantes cosmétiques
- Plantes utilisées pour les arômes et les condiments
- Plantes comestibles
- Installations industrielles
- Plantes médicinales

III.1.2. Origine et répartition de la lavande

III.1.2.1. Origine de la lavande

L'utilisation de la lavande remonte à des temps très anciens. Autrefois, elle a été utilisée en parfumerie et en médecine. Ainsi comme cosmétique pour parfumer l'eau du bain et adoucir les vêtements [70].

L'émergence du terme "lavande" n'a été observée qu'au moyen âge. Il vient du verbe latin "lavare", qui signifie laver. Son utilisation était liée à la lutte contre les maladies infectieuses. En effet, les anciens crurent que les mauvaises odeurs la raison principale de la propagation des maladies infectieuses, de ce fait l'odeur agréable et pénétrante de la lavande est associée à un aspect thérapeutique. Les médecins la recommandent dans liste des plantes antiseptiques avec le thym et le romarin [70,71].

III.1.2.2. Aire et répartition

La lavande pousse à l'état indigène dans certaines îles de l'Atlantique et de bassin méditerranéen jusqu'au nord de l'Afrique Tropicale [72]. Certaines variétés de la lavande se plaisent dans les collines incultes, d'autres préfèrent les bordures des forêts de chênes et oliviers. Leurs stations naturelles s'étendent du bord de mer jusqu'à des altitudes de 2500 mètres. Mais toutes aiment les terrains secs, légers, sablonneux, pierreux et bien drainés [73].

III.1.3. Types de lavande [74]

III.1.3.1. Lavande *angustifolia*

La lavande *angustifolia*, appelée lavande vraie ou lavande officinale est un arbuste touffu, à racine pivotante, à feuilles gris argenté, étroites et aromatiques, se couvre de courts épis de fleurs, denses, très parfumées, bleu-violet. La floraison a lieu du mois de mai au mois de juin.



Figure 16 : Lavande vraie [74]

III.1.3.2. Lavande aspic

Lavande aspic, appelée *lavandula latifolia* ou *spica*. Cette grande lavande pousse au bord de la mer (Méditerranée, Portugal) à 600 mètres d'altitude. C'est un sous-arbrisseau assez fréquent sur sol calcaire, dans les lieux rocaillieux. Les feuilles basales sont très tomenteuses, les caulinaires un peu moins. Elles sont linéaires à lancéolées, parfois un peu spatulées. Pour ce type de lavande la floraison dure tout l'été.



Figure 17 : Lavande aspic [74]

III.1.3.3. Lavande dentée

La lavande dentée ou la *lavandula dentata*, cette espèce se rapproche de *lavandula stoechas* par l'existence de bractées sans fleurs au sommet de l'épi. Mais cet épi se trouve à l'extrémité d'un long pédoncule et surtout les feuilles sont dentées. En outre, les fleurs sont beaucoup plus parfumées. La floraison de lavande dentée a lieu au printemps.



Figure 18 : Lavande dentée [74]

III.1.3.4. Lavande stoechas

La lavande stoechas appelée aussi lavande stoechade. C'est certainement la lavande dont le territoire géographique est le plus vaste (tout le pourtour méditerranéen). Elle se distingue des autres espèces par deux caractéristiques : d'une part elle apprécie surtout les terrains siliceux ; de l'autre elle possède à l'extrémité de ses épis de grandes bractées violettes, sortes de phares pour les abeilles. La floraison dure du mois d'avril jusqu'à juillet.



Figure 19 : Lavande stoechas [74]

III.1.4. Maladies et ravageurs [72]

La lavande est sensible aux insectes salivaires et aux chenilles et est sensible aux maladies fongiques telles que la tâche des feuilles, ainsi que ces plantes poussent dans un sol trop humide également sujettes à la pourriture des racines.

III.1.5. HE de lavande

L'extraction de l'HE de lavande se fait par plusieurs méthodes. Parmi ces techniques, la distillation à la vapeur d'eau. Le processus demande de la patience et de la douceur, et s'effectue à l'aide d'un alambic. C'est à la sortie de cet alambic que se trouve un essencier qui permet d'écupérer deux produits en même temps : l'HE concentrée à la surface, et en dessous l'hydrolat (appelé aussi eau florale de lavande ou eau de lavande), qui correspond à l'eau de distillation [75].

L'HE de lavande est un déodorant puissant : il suffit de quelques gouttes pour débarrasser l'odeur répugnante. Elle peut être utilisée pure ou mélangée avec de l'huile végétal [76].

Les cellules à huile aromatiques sont présentes dans toutes les parties aériennes des plantes : feuilles et tiges, mais ils se concentrent principalement sur les fleurs. Le parfum et la concentration de celles-ci dépendent de la variété cultivée, de la nature des sols, de l'ensoleillement, de l'altitude. La meilleure HE de lavande est celle que l'on obtient par distillation de la lavande vraie, 100 kilogrammes de cette variété de lavande donnent de 500 grammes à 1300 grammes d'essence dont la densité varie entre 0,875 et 0,892. Plus cette densité est faible, plus le parfum est fin. Cette huile est utilisée en parfumerie, mais aussi en aromathérapie et en pharmacie. L'HE de lavandin, dont l'odeur est moins fine, est utilisé principalement dans l'industrie des savons, de la lessive et des produits détergents [76].

III.1.6. Toxicité de l'HE de lavande [77,78]

L'essence de lavande à usage interne doit être utilisée avec prudence car à fortes doses peuvent produire de la nervosité et même des convulsions.

L'HE de la lavande à forte dose est considéré comme de poison narcotique. Elle peut provoquer de graves maladies de la peau. La lavande stoechas est le plus toxique que les autres variétés de la lavande. Elle est strictement interdite aux nourrissons, enfants et femmes enceintes de l'utiliser.

III.2. Lavande stoechas

III.2.1. Nomenclature [79]

Français : Lavande stéchade, Lavande à toupet

Anglais: Butterfly Lavender, French Lavender, Fringed Lavender, Spanish lavender

Espagnol : Cabeçuda, Cantahueso, CantuesoMorocco, Romanímascle

Étalais : Lavanda di monte, Lavanda selvatica, Steca, Stecaole

Berbère : Amezzir, Timerza, ou imezzir

Arabe: Al halhal, al khouzama, astuhudus, meharga

III.2.2. Systématique [80]

La position systématique de lavande stoechas est la suivante :

Règne : végétal(Plante)

Embranchement : Phanérogame ou spermaphyte

Classe : Eudicot

Ordre : Lamiales

Famille : Lamiaceae

Genre : Lavandula

Espèce : Lavandula Stoechas(L)

III.2.3. Description botanique [81-83]

Lavandula stoechas ou lavande papillon présente sous la forme d'un arbrisseau et pouvant atteindre un mètre de haut, blanchâtre, tétragones. Très ramifié et très aromatique avec une lourde odeur semblable à celle du pin, l'essence qu'on peut en extraire a une odeur très forte et désagréable. Elle supporte la mi- ombre, tolère le froid et préfère les endroits ensoleillés et les sols riches.

Fleurs : de couleur mauve foncé, en épis courtement pédonculés, ovales ou oblongues, compactes, quadrangulaires, surmontées d'une houppe de grandes bractées stériles violettes. Bractées fertiles larges, membraneuses, veinées, plus courtes que le calice très velu. Carpelles ovales à 3 angles.

Feuilles : sont petites, grisâtres, tomenteuses, sont opposées de 2- 4 cm de long, sessiles, oblongues, lancéolées, linéaires, étroites et recourbées sur les bords, mais sans dents ni lobes, appariées ou groupées à des nœuds, parfumés lorsqu'elles sont écrasées, stipules-aucune, pétiole-aucune.

Tiges : Nombre-plusieurs, longueur de 20- 40 cm, de couleur grisâtre, ramifiées, carrés quand jeunes, poussent souvent le long du sol, puis pliées vers le haut, densément poilues avec étoile type poils, parties inférieures boisées et rugueuses, taillis lors de la coupe.



Figure 20 : Feuilles et sommité florale de lavande stoechas [83]

III.2.4. Distribution géographique

III.2.4.1. En Algérie

Avec une aire de répartition très vaste, dans tout le Tell [84].

III.2.4.2. Dans le monde

Lavande stoechas a été historiquement la première lavande à être formellement décrite et dont le territoire géographique est le plus vaste, sa répartition est limitée aux régions tempérées, sur les collines siliceuses pierreuses bordant la mer à faible altitude, la plupart des espèces de ce genre de lavande sont indigènes (locales) aux pays du bassin méditerranéen [85].

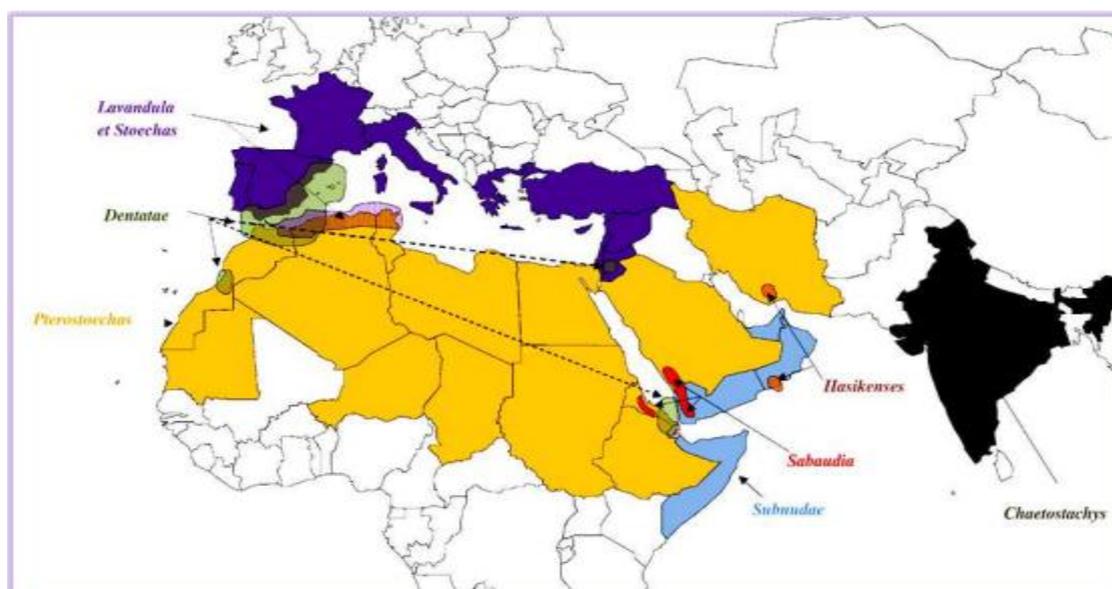


Figure 21 : Distribution géographique de quelques genres de lavandula dans le monde (lavande stoechas) [86].

III.2.5. Culture

La lavande stoechas a besoin de la chaleur, de soleil et d'un sol bien drainant (qui permet l'écoulement de l'eau), calcaire et même caillouteux car elle redoute par-dessus tout l'excès d'eau. Il faudra surtout veiller à ce qu'elle ne souffre pas d'excès d'humidité, elle supporte d'ailleurs la sécheresse [87]. Elle pousse et prospère en plein soleil. Comme beaucoup de plantes aux feuilles poilues, même grises, elles n'aiment guère les sols lourds, argileux et sont capables de prospérer dans la pierraille [88].

III.2.6. Composition chimique

Généralement, *lavandula stoechas* est connue riche en trois composés essentiels, qui sont : le Fenchone, le Cinéole et le Camphre avec des teneurs plus ou moins élevés et la dominance d'un composé ou d'un autre selon la variété de la plante et les facteurs géographiques et écologiques. D'autres composés peuvent se présenter dans cette plante avec des concentrations beaucoup plus faibles tel que ; l'Acétate de Bornyl, le Viridiflorol, le Camphène, le Borneol, pinène, delta-3-carène, Fenchol et le p-cymène [89].

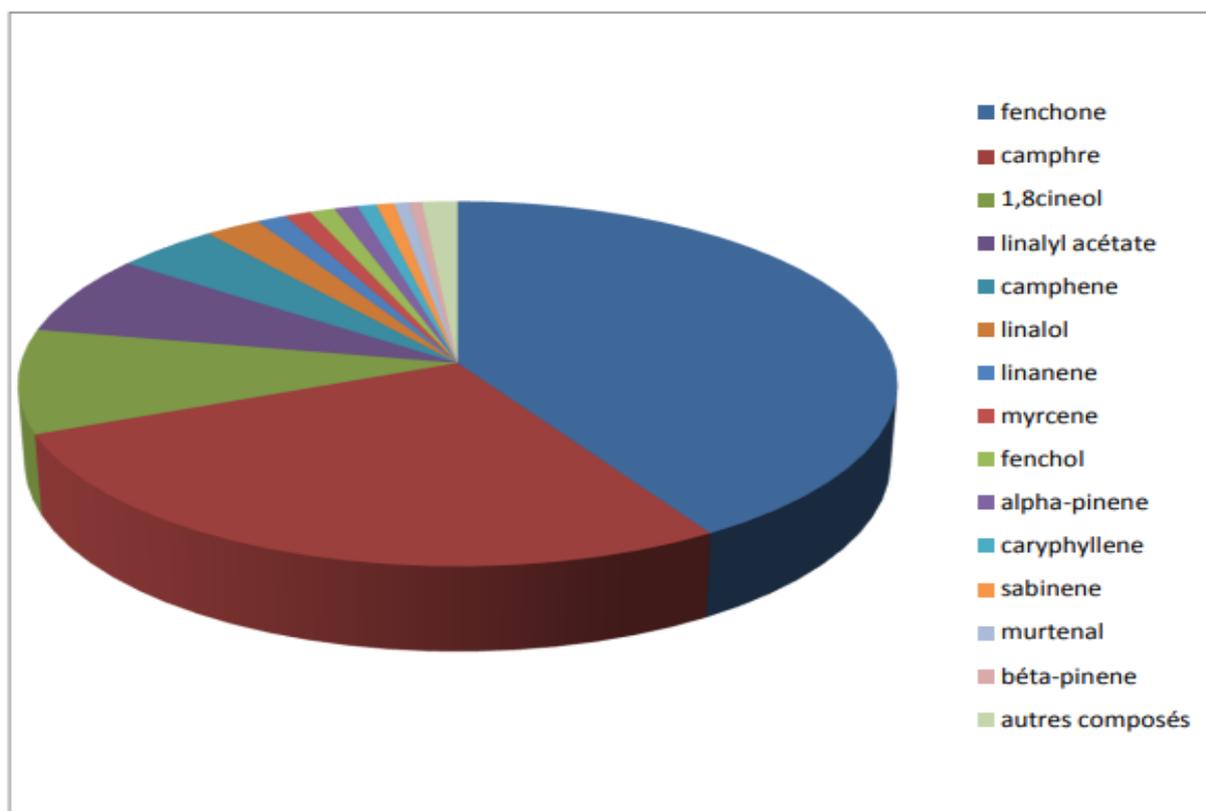


Figure 22 : Distribution en % des différents constituants de l'HE de *L. Stoechas* [90].

Chapitre IV

Matériels et méthodes



Matériels et méthodes

Ce chapitre regroupe l'ensemble de matériels utilisés lors de la manipulation ainsi que les différentes tâches effectuées sur la plante de la récolte jusqu'au analyses physicochimiques de l'HE extraite en spécifiant les méthodes de calcul.

Notre objectif est d'optimiser le rendement d'extraction de l'HE de lavande stoechas (LS). Cela est fait en passant par plusieurs cas d'extraction : (fleurs) et (fleurs, feuilles et tiges). Ensuite caractériser l'HE extraite (caractéristiques physiques, chimiques, organoleptiques) et la comparer avec une HE commerciale. La pratique était réalisée au niveau du laboratoire pédagogique de Génie Pharmaceutique de l'université A. MIRA – BEJAIA et les analyses chimiques ont été réalisées au niveaux du laboratoire de contrôle de qualité et de conformité (prevolab) d'El Kseur.

IV.1. Matériel végétal

IV.1.1. Présentation du matériel végétal

Notre étude a porté sur la partie aérienne de la lavande stoechas (**fig.27**).

Dans ce qui suit la lavande stoechas est notée LS

IV.1.2. Récolte

Les parties aériennes (fleurs, feuilles et tiges) ont été récoltées au début de mois de mai et juin 2022 pendant la matinée au mont Achtoug, dans la commune de Beni Maouche wilaya de Béjaia.



a) LS récoltée au mois de mai



b) LS récoltée au mois de juin

Figure 23 : Partie aérienne de la LS

Les conditions géographiques de site de récolte sont regroupées dans le tableau IV.

Tableau IV : Conditions climatiques et géographiques de la région de récolte

Région	Wilaya	Altitude	Latitude	Longitude	Climat
Beni Maouche	Béjaia	1000m	36° 28' 41 nord	4° 38' 18 Est	Méditerranéen avec été chaud



Figure 24 : Région de récolte (Beni Maouche)

IV.1.3. Séchage

Après la récolte, on a pris une masse de 100g de chaque partie (fleurs) et (fleurs, feuilles et tiges) et on les a laissées séchées au laboratoire à une température ambiante et à l'air libre afin de déterminer leurs taux d'humidité et les comparer. Pour se faire, on a pesé les échantillons chaque jour à la même heure, le séchage a été suivi jusqu'à la stabilisation du poids des échantillons.



Figure 25 : LS avant et après le séchage

IV.2. Matériel et produits du laboratoire

Le tableau suivant regroupe le matériel et les produits chimiques utilisés dans notre travail.

Tableau V : Matériel et produits chimiques utilisés.

Verreries	Matériels	Réactifs chimiques	Autres
-Ballons 500,1000 ml -Becher -Entonnoir -Eprouvette graduée - Ampoule à décanter - Coudes - Réfrigérant - Pycnomètre - Tubes à essai	-Chauffe ballon -Balance analytique -pompe à eau -support élévateur - Refractomètre - pinces et noix de serrage - thermomètre	- Eau distillée -KOH -Ethanol -phénol phtaléine -Réactif de wijs -Chloroforme -Acide acétique glacial (pur) -Iodure de potassium -Thiosulfate de sodium -Amidon -HCl	- Pissette d'eau - Tuyaux -Réservoir d'eau -Papier absorbant - Papier aluminium -Bouchon cellulosique -Ciseaux

IV.3. Evaluation du taux d'humidité du matériel végétal [91]

La détermination de la teneur en eau de la plante a été réalisée par séchage à l'air libre pendant 9 jours. Le taux d'humidité est évalué selon la formule suivante :

$$H(\%) = ((m_1 - m_2) / m_1) * 100 \quad (8.IV)$$

Avec :

m₁ : Masse de l'échantillon avant séchage

m₂ : Masse de l'échantillon après séchage

H(%) : Humidité

IV.4. Extraction de l'HE de LS

L'extraction de l'HE de LS a été effectuée par la méthode classique hydrodistillation car elle permet de fournir une huile essentielle de bonne qualité avec un coût faible.

IV.4.1. Hydrodistillation

L'extraction de l'HE a été effectuée à l'aide d'un montage d'hydrodistillation simple. Le dispositif est représenté dans la figure ci-dessous.



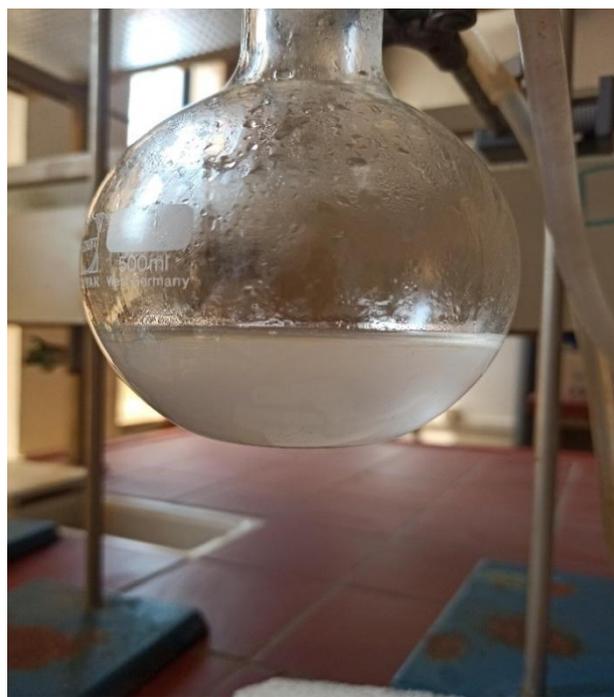
Figure 26 : Dispositif de l'hydrodistillation

Mode opératoire

- On introduit de différentes quantités de matière végétale dans le ballon mono-col de capacité d'un litre
- On ajoute 500 ml du solvant
- On met en marche le système de réfrigération (eau froide à contre-courant) et de chauffage. Ensuite on met le ballon dans un chauffe-ballon, le mélange est porté à ébullition. Les vapeurs chargées d'huiles essentielles sont condensées dans le réfrigérant.
- On recueille le distillat dans un autre ballon de 500 ml (il faut que le distillat soit froid pour diminuer la solubilité de l'HE dans l'hydrolat)
- On arrête la distillation et on note la durée quand l'eau bouillante est presque terminée, cela pour éviter la combustion du végétale.
- Afin de caractériser notre HE (analyse physique et chimiques) et la comparer avec l'HE commerciale et vu le rendement faible, nous avons effectué une hydrodistillation en remplaçant l'eau distillée par l'hydrolat des extractions effectuées, qui a été stocké dans des bouteilles.



a) Eau résiduelle en fin de distillation.



b) Hydrolat et l'HE récupérés.



c) Hydrolat stocké.

Figure 27 : Résidu et distillat récupéré.

IV.4.2. Décantation

L'opération de décantation a été effectuée à l'aide d'une ampoule à décanter.

- On verse le mélange de deux phases dans l'ampoule à décanter à l'aide d'un entonnoir

- On laisse le mélange hétérogène se séparer jusqu'à l'obtention de deux phases distinctes sous l'effet de différence de densité (on remarque qu'il y a de petites bulles qui montent vers le haut), l'HE ayant une couleur jaune qui surnage sur la surface et la phase inférieure correspond à l'hydrolat.

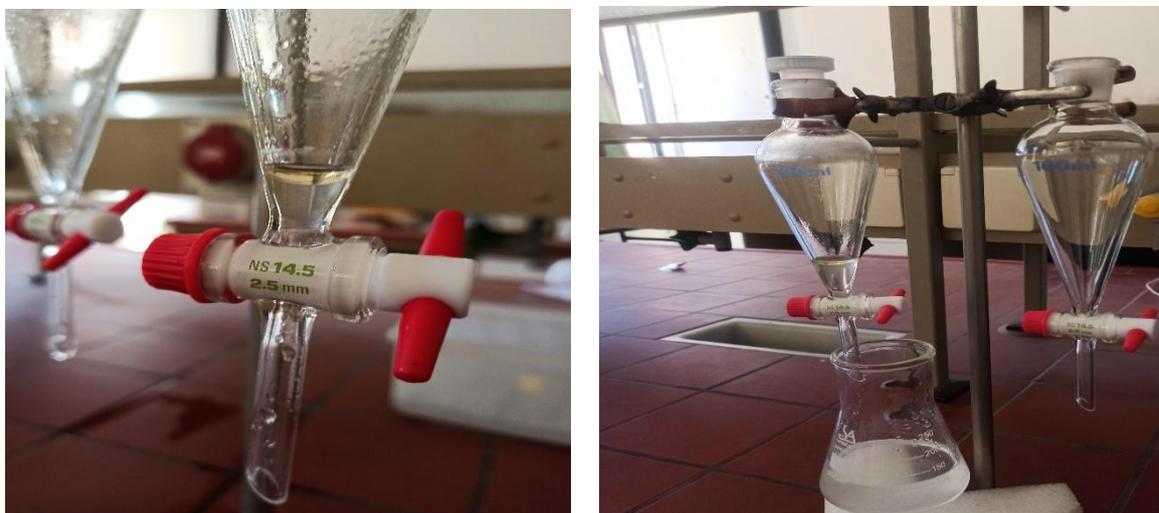


Figure 28 : Montage de décantation

IV.4.3. Conservation

Pour réduire l'instabilité des molécules constitutives des huiles essentielles, l'HE de LS récupérée est conservée dans un flacon en verre stérile fermé hermétiquement pour la préserver de l'air et de la lumière, enveloppé avec du papier d'aluminium, à une température voisine de 4°C, jusqu'à son usage pour éviter toute éventuelle dégradation.

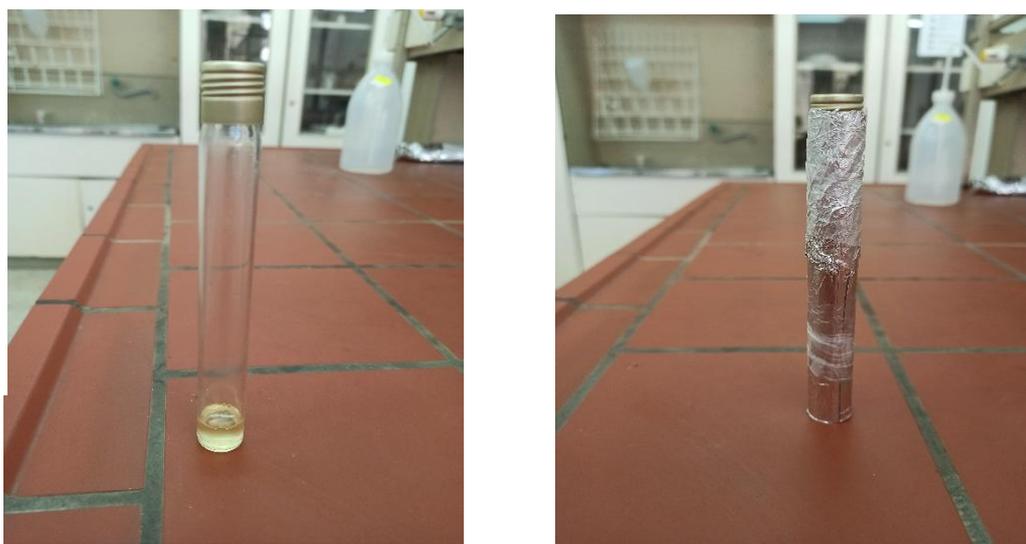


Figure 29 : Conservation de l'HE extraite

IV.5. Evaluation du rendement en HE [13]

Le rendement en HE est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile essentielle obtenue et la masse de la matière végétale initialement utilisée. Le rendement est exprimé en pourcentage, et il est donné par la formule suivante :

$$R_{HE} (\%) = \frac{M_{HE}}{M_v} * 100 \quad (9.IV)$$

Avec :

R_{HE} : Rendement en huile essentielle (en %).

M_{HE} : Masse de l'huile essentielle (en g).

M_v : Masse de la matière végétale utilisée (en g).

IV.6. Caractéristiques de l'HE extraite

IV.6.1. Tests organoleptiques

L'aspect, la couleur et l'odeur de l'HE ont été déterminées sans aucun équipement ni instrument.

IV.6.2. Paramètres physiques

IV.6.2.1. Densité

La densité relative de l'HE est le rapport de la masse d'un certain volume de l'huile à 20°C et la masse d'un égal volume d'eau distillée à 20°C. Elle est donnée par la loi suivante :

$$d_4^{20} = (m_2 - m_0) / (m_1 - m_0) \quad (10.IV)$$

Avec :

m₀: masse du pycnomètre vide en (g).

m₁ : masse du pycnomètre + eau en (g).

m₂ : masse du pycnomètre + huile essentielle en (g).

Mode opératoire

- Le pycnomètre de 5 ml vide est pesé sur une balance et sa masse est notée m_0 à une température de 20°C.
- Le pycnomètre est rempli d'eau distillée en ajustant au trait de jauge et est pesé (m_1).
- Le pycnomètre est rincé et séché, et il est rempli avec de l'HE et est pesé (m_2).

Si l'expérience est effectuée à une température T, un facteur de correction selon la norme AFNOR NF- T 75- 111 est introduit selon la relation suivante :

$$d_4^{20} = d_4^T + 0,0007(T - 20) \quad (11.IV)$$

Où T est la température ambiante au moment de la manipulation en °C.



Figure 30 : Pycnomètre

IV.6.2.2. Indice de réfraction

L'indice de réfraction d'un milieu rapporté à l'air est égal au rapport du sinus de l'angle d'incidence d'un rayon lumineux dans l'air au sinus de l'angle de réfraction du rayon réfracté dans le milieu considéré (HE). L'indice de réfraction a été mesuré à l'aide d'un réfractomètre.

Mode opératoire

- La mesure de l'indice de réfraction des huiles essentielles a été effectuée à l'aide d'un réfractomètre.
- Après nettoyage de l'appareil avec de l'eau distillée ou de l'alcool, on place 2 ou 3 gouttes d'huile essentielle au milieu du prisme. Puis on regarde dans l'oculaire et la mesure se fait en tournant les boutons de réglage de l'indice de réfraction pour amener les zones sombres et éclairées au centre du réticule, finalement on note la valeur de l'indice.

L'indice de réfraction, à la température de référence 20 °C, est évaluée par la formule suivante :

$$n_D^{20} = n_D^T + 0,0004(T-20) \quad (12.IV)$$

Avec :

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

n_D^T : Indice de réfraction à la température de l'expérience T.

T : Température de l'expérience en °C.



Figure 31 : Réfractomètre

IV.6.2.3. Détermination du pH

Le pH est un coefficient qui indique le degré d'acidité ou de basicité d'une solution. Cette grandeur permet d'évaluer la concentration de l'ion hydrogène d'une solution aqueuse.

Le pH a été déterminé à l'aide d'un pH-mètre.



Figure 32 : pH-mètre

IV.6.3. Paramètres chimiques [92]

Les paramètres chimiques mesurés sont l'indice d'acide, de saponification, de peroxyde, d'iode et d'ester

IV.6.3.1. Indice d'acide

L'indice d'acide (I_a) est le nombre qui exprime en milligrammes la quantité d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides libres présents dans un gramme de substance. L'indice d'acide est évalué par la formule suivante :

$$I_a = \frac{V \times 56,1 \times N}{m} \quad (13.IV)$$

Avec :

N : normalité de la solution de KOH.

V : volume de KOH utilisé pour le titrage (en ml).

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

M : masse molaire de KOH (56,1 mol/l)

Mode opératoire

- On pèse avec précision 0,5 g d'HE et on les dissout dans 5 ml d'éthanol.
- On ajoute 3 gouttes de phénol phtaléine comme indicateur coloré.
- Ensuite on neutralise le liquide avec la solution de KOH (0,1N) contenu dans une burette.
- Nous poursuivons l'addition jusqu'à ce que la solution vire au rose, on note ensuite le volume de la solution de KOH utilisé.

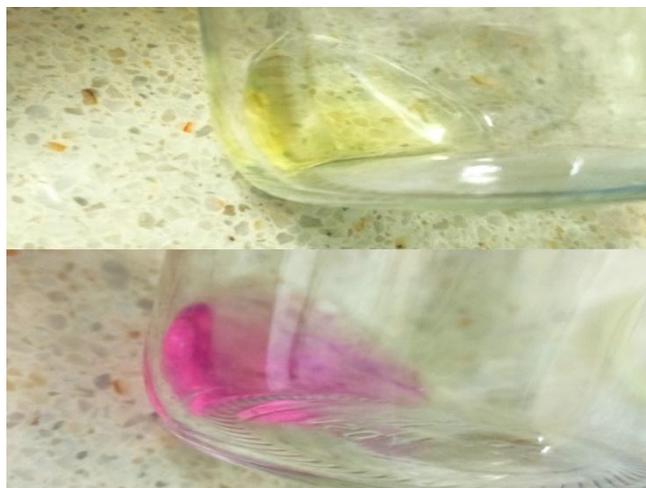


Figure 33 : Dosage des acides gras libre dans l'HE

IV.6.3.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde (I_p) est le nombre qui exprime en milliéquivalents d'oxygène actif la quantité de peroxyde contenue dans 1000 g de substance. L'indice de peroxyde est calculé en utilisant la formule suivante :

$$I_p = [10(V_1 - V_0)] / m \quad (14.IV)$$

Avec :

V₀ : volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium Na₂S₂O₃ à 0,01 N utilisé pour le témoin (en ml)

V₁ : volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium Na₂S₂O₃ à 0,01 N utilisé pour la prise d'essai (en ml)

m : Prise d'essai (en g)

Mode opératoire

- On introduit 3 g d'HE à examiner dans une fiole conique de 250 ml à bouchon rodé.
- On ajoute 10 ml de chloroforme et de 15 ml d'acide acétique glacial.
- On agite jusqu'à dissolution de l'échantillon et ajouter 1 ml de solution saturée d'iode de potassium.
- On agite pendant exactement 1 min, on met le mélange à l'obscurité pendant 5 min puis on ajoute 75 ml d'eau distillée.
- On tire le mélange avec une solution de thiosulfate de sodium 0,01 N jusqu'à la disparition de la coloration.
- Ensuite, on ajoute 1 ml de solution d'amidon (pour vérifier les traces d'iode (bleu)).
- On continue le titrage en agitant énergiquement jusqu'à disparition de la coloration (V₁ de thiosulfate de sodium 0,01 N).
- On effectue un essai à blanc dans les mêmes conditions (V₀ de thiosulfate de sodium 0,01 N). Le titrage de l'essai à blanc ne doit pas consommer plus de 0,1 ml de thiosulfate de sodium 0,01 N.

IV.6.3.3. Indice de saponification

Représente la quantité d'hydroxyde de potassium (KOH) ou de la soude (NaOH) en mg nécessaire pour saponifier 1g de l'HE. Il est calculé par la formule :

$$I_s = [(V_0 - V_1) * M * N] / m \quad (15.IV)$$

V₀ : volume en ml de la solution d'acide chlorhydrique HCl à 0,1 N utilisé pour le témoin

V₁ : volume en ml de la solution d'acide chlorhydrique HCl à 0,1 N utilisé pour la prise d'essai

M : masse molaire de KOH (56,1 mol/l)

N : normalité de la solution de HCl

m : masse de la prise d'essai

Mode opératoire

- On introduit 01g d'huile essentielle dans ballon à fond plat.
- On rajoute 25mL de KOH de normalité (0,5N).
- On chauffe le mélange à reflux pendant une heure sous agitation.
- On titre le mélange qui contient la solution savonneuse après avoir refroidi avec la solution de HCl de normalité 0,5N en présence de la phénolphthaléine comme indicateur coloré.

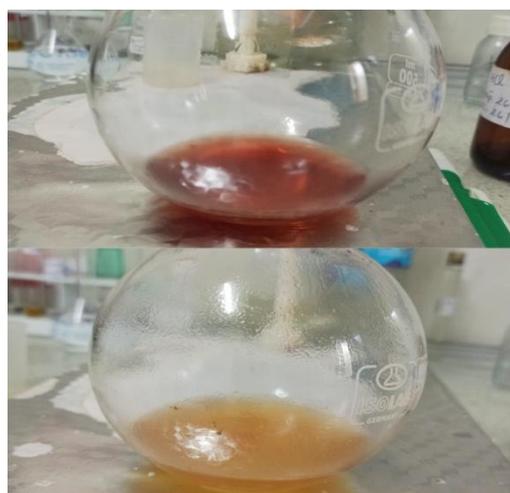


Figure 34 : Dosage de l'indice de saponification

IV.6.3.4. Indice d'iode

Est la masse d'iode, exprimée en gramme capable d'être fixée par 100g de substance, par la rupture de la double liaison. Il est exprimé par :

$$I_i = [N_t * (V_0 - V_1)] / m \quad (16.IV)$$

N_t : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium

V_0 : volume, en ml, de la solution $Na_2S_2O_3$ utilisé pour l'essai à blanc

V_1 : volume, en ml, de la solution $Na_2S_2O_3$ utilisé pour la détermination d'Ii

m : masse en g de la prise d'essai

Mode opératoire

- On introduit dans un erlenmeyer 0,2g d'huile essentielle avec 25 ml de réactif de wijs.
- On agite énergétiquement ce mélange après avoir couvert l'erlenmeyer.
- On le laisse reposer pendant 1 heure à l'obscurité en secouant de temps en temps.
- Ensuite on ajoute 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.
- Ensuite On effectue un dosage l'iode formé par le thiosulfate de sodium (0,1N).



Figure 35 : Dosage d'indice d'iode

IV.6.3.5. Indice d'ester

L'indice d'ester (I_e) est le nombre de milligramme de potasse nécessaire pour saponifier les esters présents dans 1 gramme d'huile essentielle. Il est donné par la relation :

$$I_e = I_s - I_a \quad (17.IV)$$

Avec :

I_e : Indice d'ester ;

I_s : Indice de saponification ;

I_a : Indice d'acide.

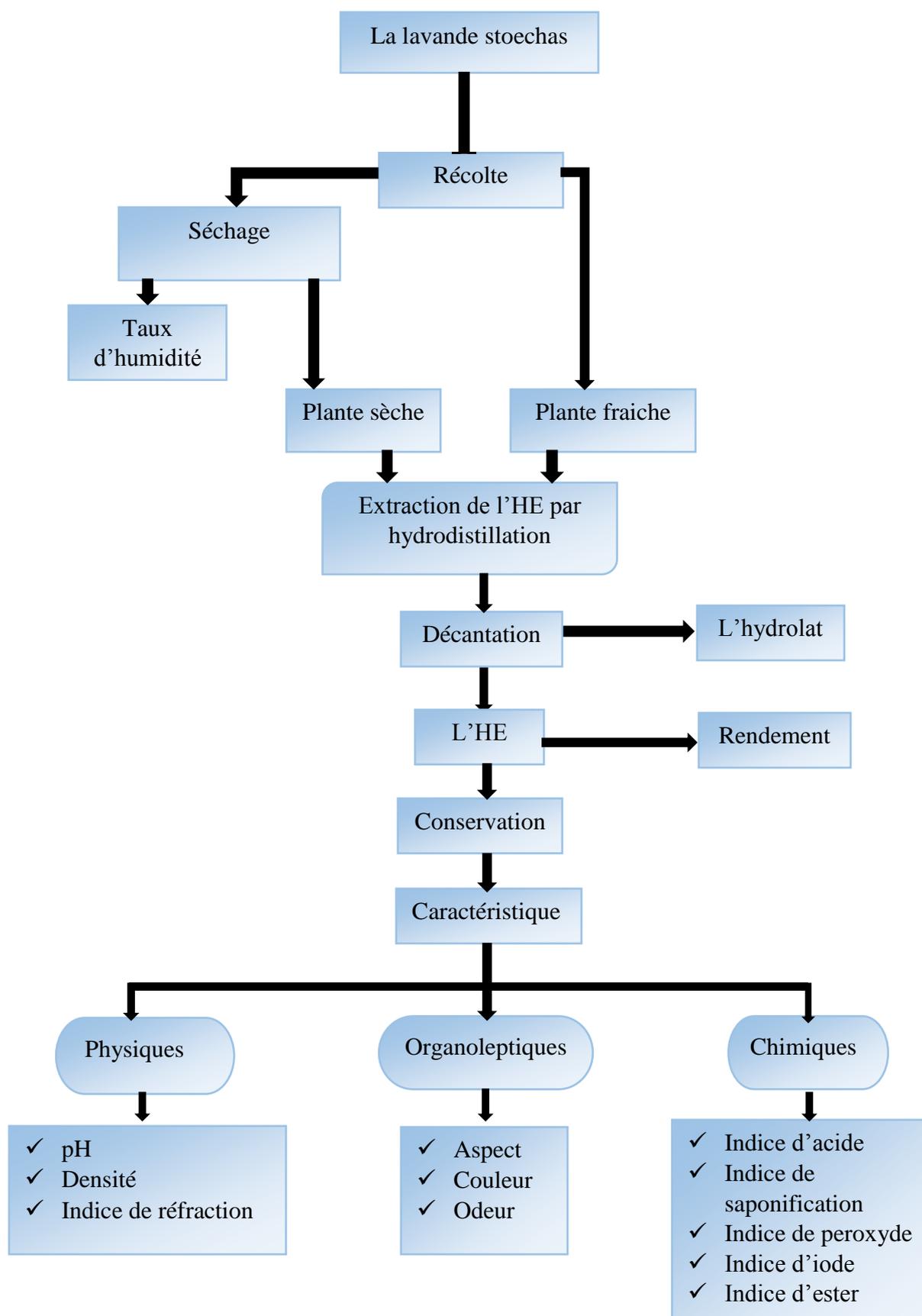


Figure 36 : Schéma représentant le protocole expérimental effectué sur la plante et l'HE

Chapitre V

Résultats et discussion



Résultats et discussion

Dans ce chapitre, sont présentés et discutés les résultats obtenus au cours de notre étude. En premier lieu, sont présentés et discutés les résultats relatifs au séchage.

En deuxième lieu, la présentation et la discussion va porter sur les facteurs influençant le rendement d'extraction de l'HE de LS.

Enfin, viendront les résultats et discussion des analyses physico-chimiques de l'HE.

V.1. Extraction de l'HE de LS

V.1.1. Extraction menée au mois de mai

V.1.1.1. Séchage de la partie Fet FFT de LS et détermination de son taux d'humidité

Le séchage a été effectué au mois de mai pour la partie fleurs (F) et fleurs+feuilles+tiges (FFT) de LS à l'air libre et à l'abri de la lumière et à une température ambiante.

L'évolution de la masse et du taux d'humidité de la partie F et FFT en fonction du temps (jours), sont représentées dans le tableau et les figures ci dessous :

Tableau VI : Evolution de la masse de la partie F et FFT de LS et du taux d'humidité au cours du séchage au mois de mai.

Temps (jours)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
M F (g)	100	55	33	30	28	27	26	26	26
H (%)	0	45	67	70	72	73	74	74	74
M FFT (g)	100	60	45	40	37	35	35	35	35
H (%)	0	40	55	60	63	65	65	65	65

Représentation graphique de la variation de masse des parties F et FFT de LS en fonction du temps (**fig.37**)

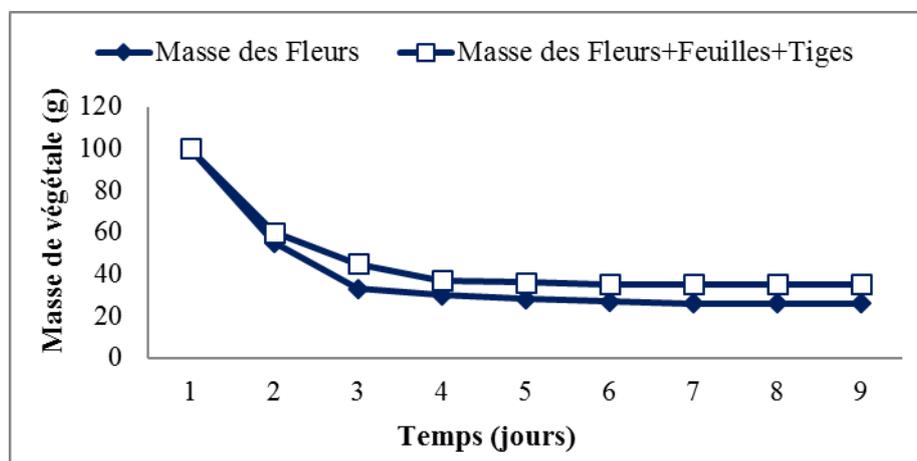


Figure 37 : Cinétique du séchage de la partie F et FFT de LS au mois de mai

On observe sur la **figure 37** que le séchage de la partie F de LS pris 7 jours pour que la masse soit stable. Ainsi on remarque que dans le 1^{er} jour la masse a diminué d'environ 1/2 de la masse initiale. Ainsi que on peut voir clairement sur la même figure que la masse de la partie FFT de LS diminue régulièrement avec le temps et elle se stabilise à 35g à partir du 6^{ème} jour. La pesée a été suivie jusqu'au 9^{ème} jour, pour assurer la stabilisation définitive de la masse pour les deux parties F et FFT.

D'après la **figure 37**, on remarque que la masse de la partie FFT se stabilise après 6 jours du séchage, par contre celle de la partie F se stabilise après 7 jours du séchage. Cette différence d'une journée est probablement liée au facteur d'humidité.

Tableau VII : Taux d'humidité des parties F et FFT de LS au mois de mai

Partie	Mv (g)	Ms (g)	Taux d'humidité (%)
F	100	26	74
FFT	100	35	65

Les taux d'humidité déterminés dans notre étude pour la partie F et FFT sont 74% et 65% respectivement. Le taux d'humidité est important dans la partie F, ceci nous permet de dire que les rendements qui seront donnés par la partie FFT seront meilleurs que ceux de la partie F.

Notons que la plante étudiée (FFT) a été récoltée dans une région située à 1000 m d'altitude avec un taux d'humidité de 65%. Ce dernier est presque similaire à celui trouvé par (**Bourkache K. ; 2016**) [93] dans une région ayant 750 m d'altitude avec un taux de 68 %. Cette petite différence est probablement due aux différentes régions de récolte.

V.1.1.2. Rendement en l'HE obtenus par hydrodistillation

V.1.1.2.1. Rendement de l'HE obtenu par hydrodistillation avec l'eau distillée comme solvant

V.1.1.2.1.a. Rendement de l'HE de la Plante à l'état frais et sec

Pour extraire l'HE, on a fixé le volume d'eau distillés à 500 ml et varié la masse du végétal de (F et FFT) fraîche et sèche. En se basant sur le rapport Mv/Me. Lors des extractions on a remarqué que le distillat a une odeur caractéristique de la lavande avec des traces négligeables d'HE.

On a laissé décanter le distillat dans une ampoule à décanter pour pouvoir séparer l'HE de l'hydrolat. On a remarqué que l'huile est collée sur les parois de l'ampoule. De ce fait nous n'avons pas pu déterminer le rendement de ces parties.

Les ratios M_v/M_e ainsi que l'état de plante sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau VIII : Récapitulation des essais effectués sur les parties F et FFT récoltées au mois de mai

Partie utilisée	Fleurs		Fleurs + Feuilles + Tiges	
	Frais	Sec	Frais	Sec
M_v/M_e	0,1 - 0,16 - 0,2 - 0,24 - 0,32 - 0,4			
Rendement (%)	Traces			
V de distillat (ml)	[350 ; 450]			
Durée (min)	[70 ; 120]			

Avec M_v : masse initiale du végétal (g)

M_e : masse d'eau (ml)

On peut voir clairement sur la **figure 38** si dessous une couche très mince de l'HE sur la surface du bécher, le distillat a été obtenu à partir d'une masse de 140g de matière sèche avec un rapport M_v/M_e égal à 0,28.

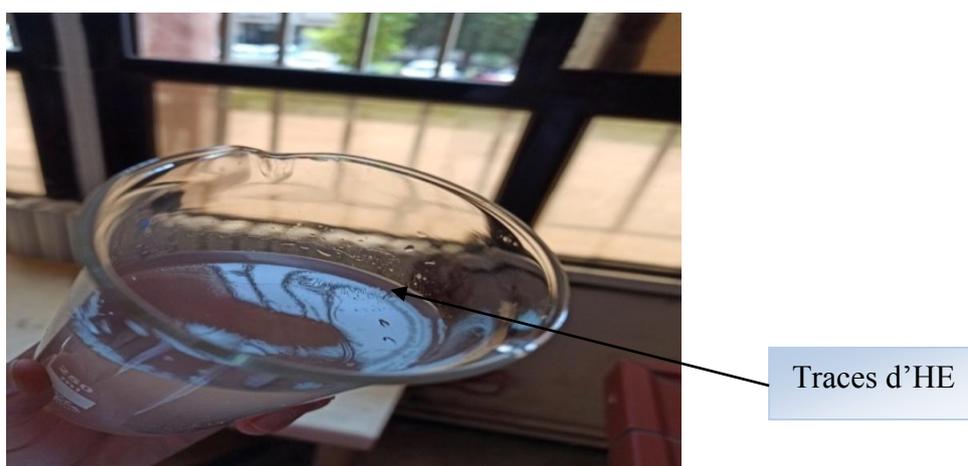


Figure 38 : Distillat contenant des traces d'HE issue de la partie FFT sèche

Notre échantillon qui a été récolté au mois de mai a donné un rendement nul. Ce résultat est différent de celui obtenu par (**Bourkache ; 2016**) [93] (0,04% pour 90g de sommités sèches) pour la même période de récolte. Cela est probablement lié à la région de récolte.

V.1.2. Extraction menée au mois de juin

V.1.2.1. Séchage de la partie F et FFT de LS et détermination de son taux d'humidité

Le séchage a été effectué au mois de juin pour la partie fleurs (F) et fleurs+feuilles+tiges (FFT) de LS à l'air libre et à l'abri de la lumière et à une température ambiante.

L'évolution de la masse et du taux d'humidité de la partie F et FFT en fonction du temps (jours), sont représentées dans le tableau et les figures ci dessous :

Tableau IX : Evolution de la masse de F et FFT de LS et du taux d'humidité au cours du séchage au mois de juin

Temps (jours)	1	2	3	4	5	6	7
M F (g)	100	58	44	39	34	33	33
H (%)	0	42	54	61	66	67	67
M FFT (g)	100	65	48	44	43	43	43
H (%)	0	35	52	54	57	57	57

Représentation graphique de la variation de masse des parties F et FFT de LS en fonction du temps (**fig.51**)

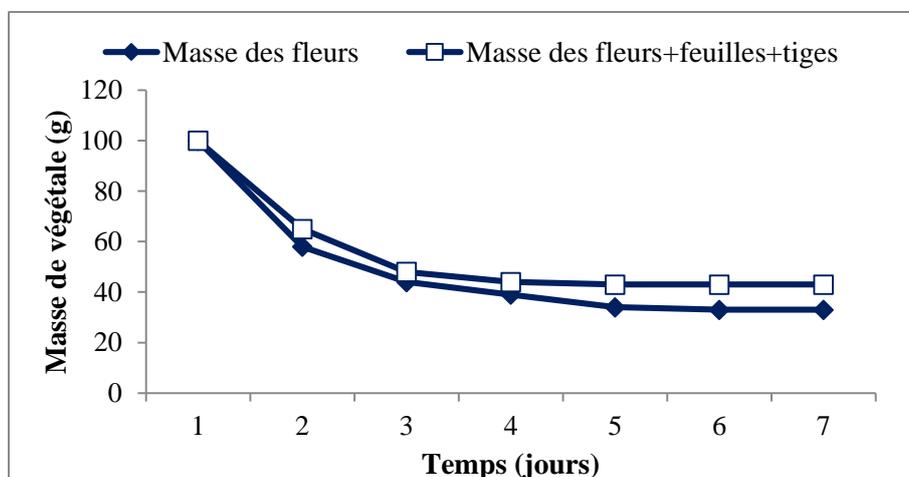


Figure 39 : Cinétique de séchage de la partie F et FFT de LS au mois de juin

On observe sur la **figure 39** que le séchage de la partie F de LS a pris 6 jours pour que la masse soit stable. Par contre le séchage de la partie FFT a pris 5 jours pour que la masse soit stable. La pesée a été suivie jusqu'au 7^{ème} jour pour assurer la stabilisation de la masse pour les deux parties F et FFT.

D'après la **figure 39**, on remarque que la masse de la partie FFT se stabilise après 5 jours du séchage, par contre celle de la partie F se stabilise après 6 jours du séchage. Cette différence d'une journée est probablement liée au facteur d'humidité

Tableau X : Taux d'humidité de la partie F et FFT au mois de juin

Partie	Mv (g)	Ms (g)	Taux d'humidité (%)
F	100	33	68
FFT	100	43	57

Le taux d'humidité est important dans la partie F par rapport à la partie FFT, et ceci explique la différence d'une journée de séchage entre F et FFT.

V.1.2.2. Rendement en l'HE obtenus par hydrodistillation

Dans cette partie on a utilisé deux solvants (l'eau distillé et hydrolat). Pour chaque solvant on a effectué des extractions avec la matière végétale fraîche et sèche.

Dans ce qui suit on s'intéresse juste à l'extraction de l'HE de la partie FFT

V.1.2.2.1. Rendement en l'HE obtenus par hydrodistillation avec eau distillée comme solvant

V.1.2.2.1.a. Rendement de l'HE de la Plante à l'état frais

Le tableau suivant représente le ratio masse du végétal/masse d'eau et les rendements obtenus par la plante fraîche.

Tableau XI : Rendement de l'HE de la partie FFT de LS fraîche récolté au mois de juin par hydrodistillation en utilisant l'eau distillé comme solvant

Partie utilisée	(Fleurs+Feuilles+Tiges) fraîches						
	1	2	3	4	5	6	7
Essai							
V H ₂ O (ml)	500	500	500	500	500	500	500
Mv (g)	50	80	100	120	140	160	180
Mv/Me	0,1	0,16	0,2	0,24	0,28	0,32	0,36
Durée (min)	71	68	60	53	40	35	27
V hydrolat (ml)	352	210	170	160	145	114	130
M HE (g)	0,07	0,15	0,22	0,28	0,35	0,52	0,39
Rendement (%)	0,14	0,19	0,22	0,23	0,25	0,33	0,22

Représentation graphique du rendement de partie FFT de LS fraîche en fonction du Mv/Me (fig.40)

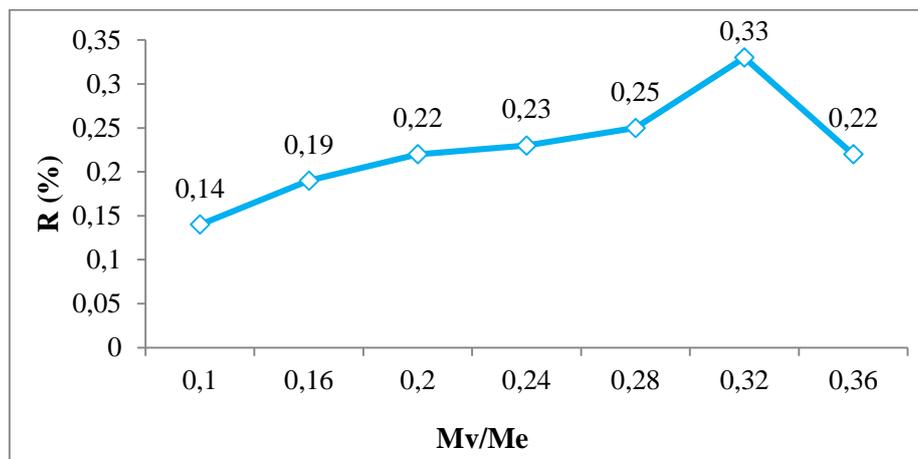


Figure 40 : Evolution du rendement en HE de la partie FFT de LS fraîche en fonction du rapport Mv/Me au mois de juin par hydrodistillation (eau distillée comme solvant)

D'après la **figure 40**, on remarque qu'avec un volume d'eau fixé à 500 ml, et des masses de matière végétale fraîche allant de 50 à 160g, que le rendement croît de 0,14% jusqu'à ce qu'il atteigne un rendement optimal 0,33% qui correspond à un rapport Mv/Me égal à 0,32 (160g de matière végétal). Au-delà du rendement optimal, on remarque que celui-ci décroît à 0,22%. Cela est dû au fait que le volume de l'eau n'est plus capable d'extraire plus de l'huile.

V.1.2.2.1.b. Rendement de l'HE de la Plante à l'état sec

Le tableau suivant représente le ratio masse du végétal / masse d'eau et les rendements obtenus par la plante séchée.

Tableau XII : Rendements de l'HE de la partie FFT de LS sèche récolté au mois de juin par hydrodistillation en utilisant l'eau distillée comme solvant

Partie utilisée	(Fleurs+Feuilles+Tiges) sèches					
	1	2	3	4	5	6
Essai						
V H₂O (ml)	500	500	500	500	500	500
Mv (g)	50	80	100	120	140	160
Mv/Me	0,1	0,16	0,2	0,24	0,28	0,32
Durée (min)	61	49	41	28	22	18
V hydrolat (ml)	286	270	108	144	114	95
M HE (g)	0,08	0,17	0,25	0,37	0,36	0,3
Rendement (%)	0,16	0,21	0,25	0,31	0,26	0,19

Représentation graphique du rendement de partie FFT de LS sèche en fonction du Mv/Me (fig.41)

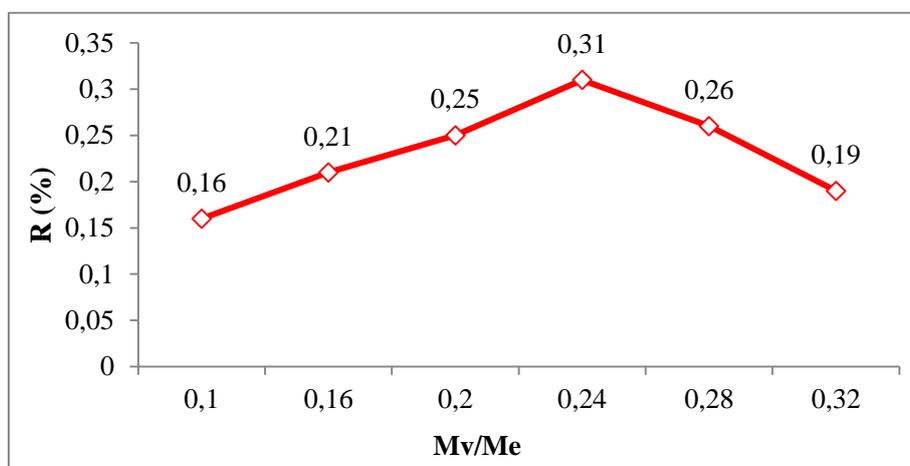


Figure 41 : Evolution du rendement en HE de la partie FFT de LS sèche en fonction du rapport Mv/Me au mois de juin par hydrodistillation (eau distillée comme solvant)

Les résultats sur la **figure 41** montrent que le rendement de la lavande augmente de 0,16 à 0,31 avec le rapport Mv/Me qui varie entre 0,1 à 0,24 et qu'il diminue lorsque ce dernier dépasse 0,24. Notons également que le rendement optimal est de l'ordre de 0,31%. Celui-ci correspond à une masse végétale de 120g (essai 4).

Avec l'eau distillée comme solvant nous avons trouvé un rendement optimal de l'ordre de 0,33 et 0,31% pour la plante fraîche et sèche respectivement.

- En fixant le solvant d'extraction (500 ml d'eau distillée) et fait varier l'état de la plante (fraîche ou sèche) nous avons pu évaluer les rendements. Le tableau ci dessous regroupe les rendements de la LS fraîche et sèche et les masses utilisées ainsi que le rendement optimal pour chaque état.

Tableau XIII : Rendements de l'HE de LS fraîche et sèche (eau distillée comme solvant)

Masse utilisée (g)	R(%) de LS Fraîche	R(%) de LS Sèche
50	0,14	0,16
80	0,19	0,21
100	0,22	0,25
120	0,23	0,31
140	0,25	0,26
160	0,33	0,19
180	0,22	

Représentation graphique des rendements en fonction des masses de LS fraîche et sèche (**fig.55**)

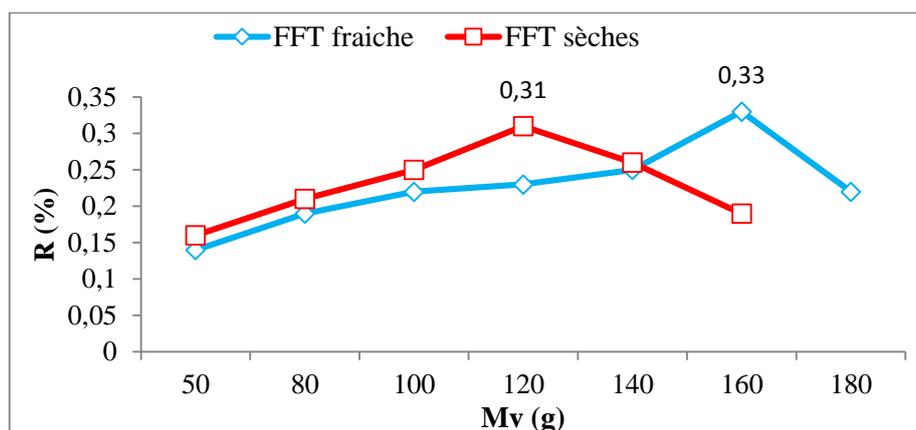


Figure 42 : Rendements de LS fraîche et sèche en fonction de la masse du végétal (eau distillée comme solvant)

On remarque que les meilleurs rendements sont donnés avec la matière végétale fraîche et sèche dans deux intervalles de masses différents, cela nous permet de découper les graphes en deux parties. Pour des masses allant de 50 à 140g de matière végétale fraîche et sèche les rendements sont meilleurs pour la plante à l'état sec comme le montre la **figure 42**, au-delà de 140g de matière végétale fraîche et sèche, on remarque que les rendements à l'état frais sont meilleurs. L'hydrodistillation simple avec l'eau distillée de la partie FFT fraîche et sèche récolté au mois de juin nous a permis d'obtenir des rendements de 0,33 et 0,31% respectivement, qui sont différents de celui obtenu par (**Mouhammedi ; 2006**) [94] avec le même procédé d'extraction ; il cite qu'il a obtenu un rendement de 0,46% pour une plante sèche (feuilles) récoltée en (automne), cela a probablement une relation avec la période de récolte.

V.1.2.2.2. Rendement en l'HE obtenus par hydrodistillation avec hydrolat comme solvant

V.1.2.2.2.a. Rendement de l'HE de la Plante à l'état frais

Le tableau suivant représente le ratio masse du végétal/ masse d'hydrolat et les rendements obtenus par la plante fraîche.

Tableau XIV : Rendements de l'HE de la partie FFT de LS fraiche obtenus au mois de juin par hydrodistillation en utilisant l'hydrolat comme solvant

Partie utilisée	(Fleurs+Feuilles+Tiges) fraiches					
	1	2	3	4	5	6
Essai						
V hyd (ml)	500	500	500	500	500	500
Mv (g)	50	80	100	120	140	160
Mv/M hyd	0,1	0,16	0,2	0,24	0,28	0,32
Durée (min)	79	60	40	43	44	40
V hydrolat (ml)	392	370	192	232	245	232
M HE (g)	0,19	0,32	0,59	0,60	0,63	0,66
Rendement (%)	0,38	0,40	0,59	0,5	0,45	0,40

Avec **M hyd** : masse d'hydrolat

Représentation graphique du rendement de partie FFT de LS fraiche en fonction du Mv/M hyd (fig.43)

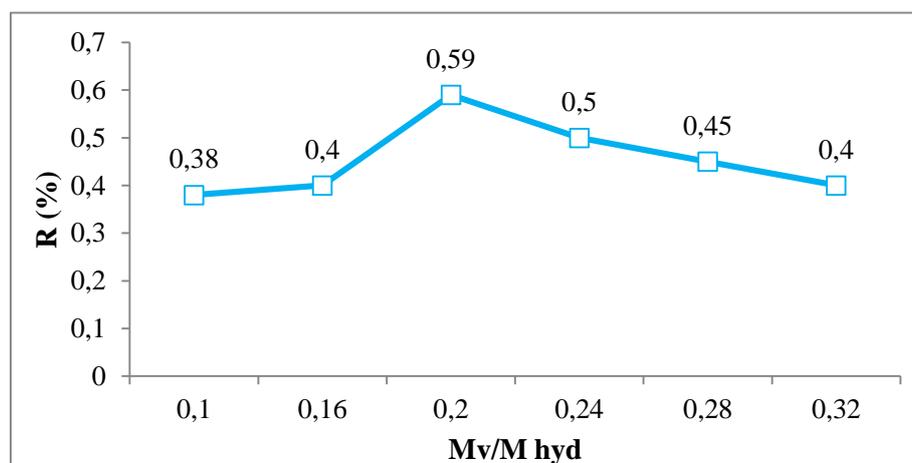


Figure 43 : Evolution du rendement en HE de LS fraiche en fonction du rapport Mv/M hyd au mois de juin par hydrodistillation (hydrolat comme solvant)

On remarque sur la **figure 56** qu'avec 500 ml l'hydrolat, le rendement augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale (0,59%) puis il diminue. Cette valeur correspond à un rapport Mv/M hyd égale à 0,2 (Mv =100g).

V.1.2.2.2.b. Rendement de l'HE de la plante à l'état sec

Le tableau suivant résume l'ensemble des paramètres d'hydrodistillation obtenu par la plante séchée en utilisant l'hydrolat comme solvant.

Tableau XV : Rendements de l'HE de LS sèche obtenus en utilisant l'hydrolat comme solvant

Partie utilisée	(Fleurs+Feuilles+Tiges) sèches					
Essai	1	2	3	4	5	6
V hyd (ml)	500	500	500	500	500	500
Mv (g)	50	80	100	120	160	200
Mv/M hyd	0,1	0,16	0,2	0,24	0,32	0,4
Durée (min)	47	40	42	29	27	19
V hydrolat (ml)	196	188	174	122	102	80
M HE (g)	0,28	0,83	1,5	1	0,64	0,31
Rendement (%)	0,56	1,04	1,5	0,83	0,41	0,16

Représentation graphique du rendement de partie FFT de LS sèche en fonction du Mv/M hydrolat (**fig.44**)

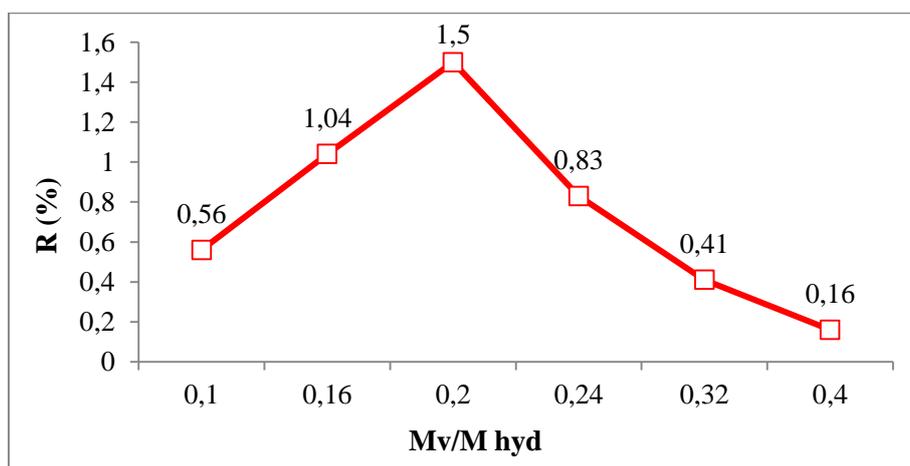


Figure 44 : Evolution du rendement en HE de la partie FFT de LS sèche récolté au mois de juin en fonction du rapport Mv/M hyd par hydrodistillation (hydrolat comme solvant)

La **figure 44** montre que le rendement de l'HE augmente proportionnellement avec la masse du végétal jusqu'au rendement optimale (1,5%) puis décroît après cette valeur. Le meilleur rendement obtenu est celui du rapport 0,2 avec une masse de la végétale égale à 100 g (essai 3).

- Pour ces expériences, on a fixé le volume hydrolat à 500 ml et fait varier l'état de la plante (fraîche ou sèche) pour évaluer les rendements. Le tableau ci-dessous regroupe les rendements de la LS fraîche et sèche et les masses utilisées ainsi que le rendement optimal pour chaque état.

Tableau XVI : Rendement de l'HE de LS fraîche et sèche (hydrolat comme solvant)

Masse utilisée (g)	R(%) de LS fraîche	R(%) de LS Sèche
50	0,38	0,56
80	0,40	1,04
100	0,59	1,5
120	0,5	0,83
160	0,40	0,41

Représentation graphique des rendements en fonction des masses de LS fraîche et sèche (**fig.58**)

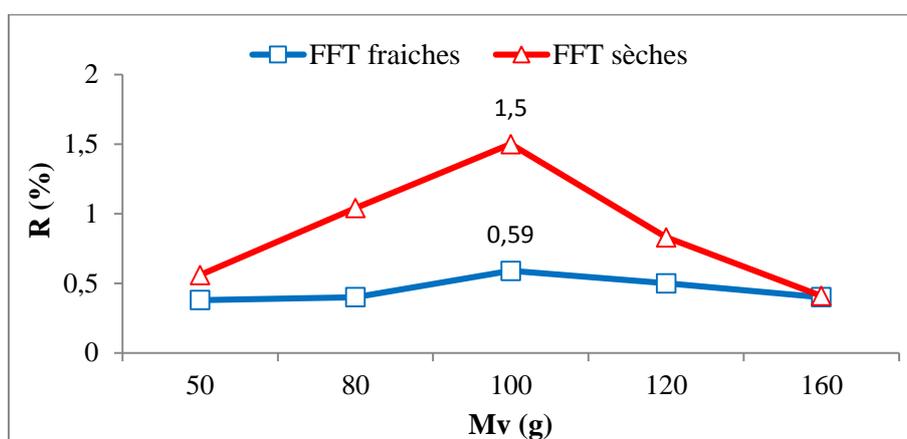


Figure 45 : Rendements de la partie FFT de LS fraîche et sèche en fonction de la masse du végétale (hydrolat comme solvant)

On remarque que les rendements donnés avec la matière végétale sèche sont meilleurs comme le montre la **figure 58**. Pour une masse optimale de 100 g, on a marqué des rendements de l'ordre de 1,5 et 0,59 % qui correspondent à la matière végétale sèche et fraîche respectivement.

V.1.2.2.3. Rendement en l'HE obtenus par hydrodistillation avec deux solvants différents

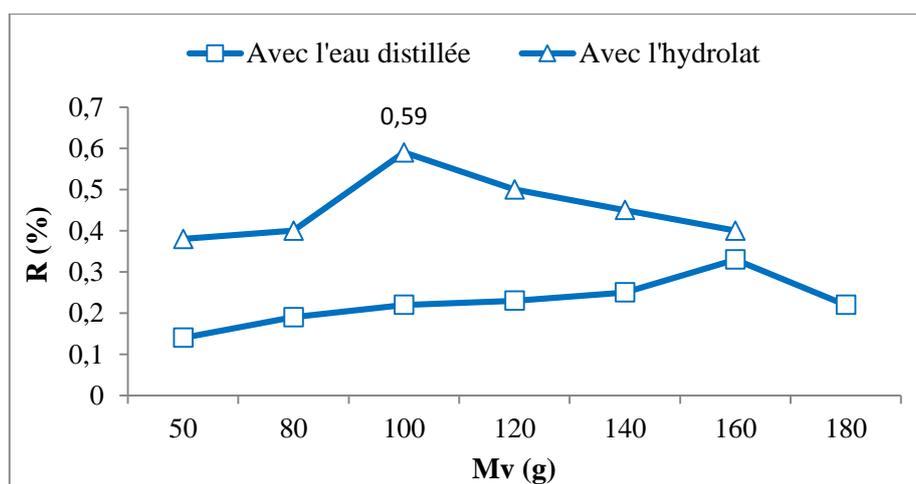
V.1.2.2.3.a. Rendements obtenus par la plante fraîche avec l'hydrolat et l'eau distillée

Le tableau suivant regroupe les rendements obtenus par deux solvants (eau distillée et hydrolat) avec la partie FFT à l'état frais.

Tableau XVII : Rendements de l'HE obtenus par deux solvants pour FFT fraîche

Mv (g)	R (%) en HE obtenu par	
	L'eau distillée	L'hydrolat
50	0,14	0,38
80	0,19	0,40
100	0,22	0,59
120	0,23	0,5
140	0,25	0,45
160	0,33	0,4
180	0,22	

Représentation graphique les rendements de l'HE obtenus par deux solvants pour la partie FFT de LS fraîche (fig.46)

**Figure 46** : Evolution des rendements de l'HE obtenus par deux solvants pour FFT fraîche

On remarque par la comparaison du solvant utilisé que les meilleurs rendements en l'HE sont obtenus par l'hydrolat comme l'indique la représentation graphique sur la **figure 46**.

La valeur optimale obtenue avec l'hydrolat est 0,59% avec 100g de végétal frais.

La valeur optimale obtenue avec l'eau distillée est 0,33% avec 160g de végétal frais.

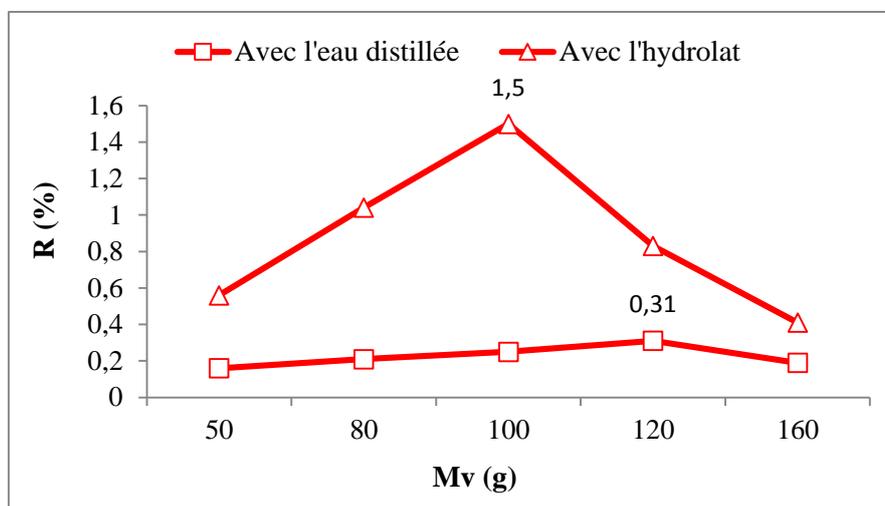
V.1.2.2.3.b. Rendements obtenus par la plante sèche avec l'hydrolat et l'eau distillée

Le tableau en dessous regroupe les rendements obtenus par deux solvants (eau distillée et hydrolat) avec la partie FFT à l'état sec

Tableau XVIII : Rendements de l'HE obtenus par deux solvants pour FFT sèche

Mv (g)	Rendement en HE obtenu par	
	L'eau distillée	L'hydrolat
50	0,16	0,56
80	0,21	1,04
100	0,25	1,5
120	0,31	0,83
160	0,19	0,41

Représentation graphique les rendements de l'HE obtenus par deux solvants pour la partie FFT de LS sèche (**fig.47**)

**Figure 47** : Evolution des rendements de l'HE obtenus par deux solvants pour FFT sèche

On remarque par la comparaison du solvant utilisée que les meilleurs rendements en l'HE sont obtenus par l'hydrolat comme l'indique la représentation graphique sur la **figure 47**.

La valeur optimale obtenue avec l'hydrolat est 1,5% avec 100g de végétal sec.

La valeur optimale obtenue avec l'eau distillée est 0,31% avec 120 g de végétal sec.

D'après la littérature, les rendements marqués par hydrodistillation-Clevenger sont meilleurs que ceux obtenus par une hydrodistillation simple car la première méthode recycle le distillat et elle fait en sorte d'extraire toute l'HE jusqu'à la dernière goutte, les résultats que on a obtenus montre que les rendements obtenus par l'hydrolat sont meilleurs que ceux obtenus par L'eau distillée que ce soit avec le frais ou avec le sec, cela est probablement lié à la saturation de l'hydrolat redistillée en huile essentielle ce qui fait diminuer la solubilité de l'huile dans le distillat obtenu, par ailleurs le rendement augmente

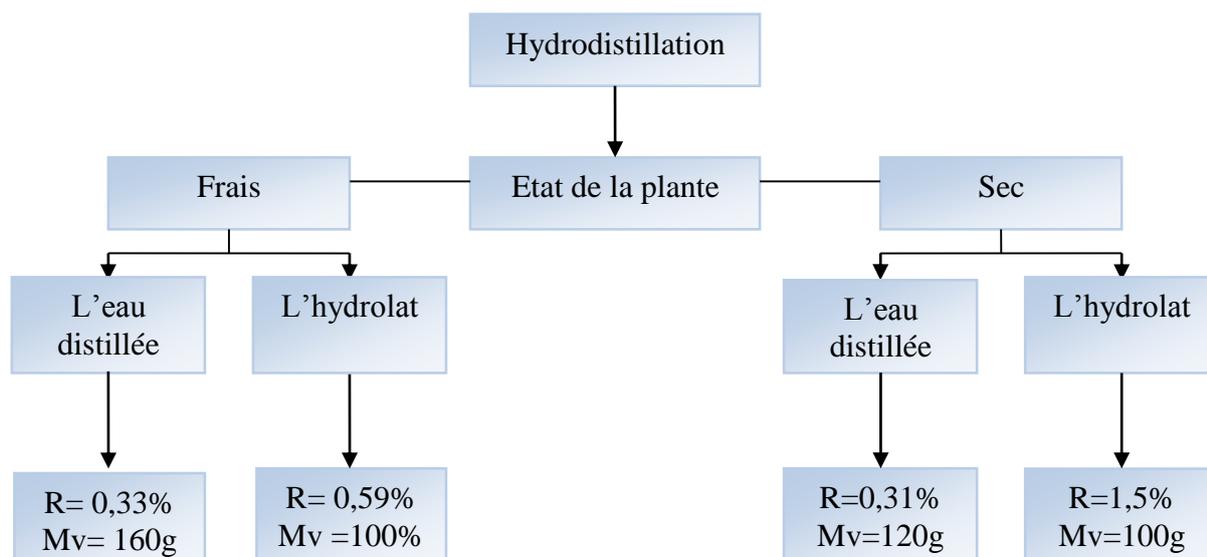


Figure 48 : Schéma récapitulatif des R (%) optimaux de l'HE obtenus par deux solvants pour un même état de plante

Selon (Saidi M ; 2016) [95] et (Menaceur F ; 2012) [9], les rendements sont 0,6 et 0,16% obtenus par une hydrodistillation clevenger, la différence est la période de récolte (0,16% est obtenu pendant la période de floraison de la plante, pour le 0,6% la plante est récoltée au mois de janvier).

On note que le rendement maximal que nous avons obtenu est celui de l'hydrolat avec une matière sèche (1,5%), ceci est très proche de ceux notés par (Dob.T ; 2006) [96], (Sebti. M ; 2003) [97] et le rendement en HE est de 1,1 à 1,8 % avec un système clevenger.

De même cette différence de rendement est observée en comparant notre résultat avec ceux obtenus en utilisant d'autres espèces du même genre botanique *L.intermedia* et *L. angustifolia* et qui ont fourni des rendements plus élevés (8,70 et 2,70% respectivement), (Maria .B ; 2002) [98]

Tous ces résultats confirment la variabilité du rendement en huile essentielle des plantes aromatiques suivant l'espèce et la distribution géographique, ainsi que la période de récolte et le procédé utilisé.

V.2. Etude comparative de l'effet de la période de récolte

La période de récolte a un effet sur le taux d'humidité et le rendement.

V.2.1. Taux d'humidité

Les taux d'humidité pour les différentes parties de LS pendant deux mois sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau XIX : Effet de la période de récolte sur le taux d'humidité des parties de LS

La partie de LS séché	Fleurs		Fleurs + Feuilles + Tiges	
Mois de récolte	Mai	Juin	Mai	Juin
Taux d'humidités	74%	68%	65%	59%

On remarque d'après le tableau XXIII, que le taux d'humidité a diminué au mois de juin par rapport au mois de mai pour les deux parties de LS. Ceci est probablement dû à la fin de la floraison de la plante.

On note aussi dans les deux mois, que la partie F contient beaucoup plus d'eau que la partie FFT.

V.2.2. Rendement

Les résultats de rendement en HE obtenu par l'eau distillée au mois de mai et juin, pour la partie FFT sont regroupés dans le tableau ci-dessous

Tableau XX : Effet de la période de récolte sur le rendement de la partie FFT de LS

La partie de LS utilisée	Fleurs + Feuilles + Tiges			
Mois de récolte	Mai		Juin	
Etat de la plante	Fraiches	Sèches	Fraiches	Sèches
Rendement (%)	traces	traces	0,33	0,31

On peut voir clairement que les rendements sont meilleurs au mois de juin, cela est probablement lié à la maturation de la plante en ce mois

V.3. Caractérisations des huiles essentielles extraites et commerciale

V.3.1. Caractéristiques organoleptiques

La détermination des propriétés organoleptiques est une étape nécessaire de vérification et de contrôle de la qualité de l'HE.

Tableau XXI : Caractères organoleptiques de l'HE extraite et commerciale de LS

	Aspect	Couleur	Odeur
HE extraite	Liquide mobile Visqueux	Jaune pâle	Concentrée et Légèrement camphrée
HE commerciale (Tighilt)	Liquide mobile visqueux	Jaune foncé	Forte piquante Très Concentrée et camphrée

On remarque d'après le tableau XXV que les deux huiles sont presque identiques. La différence de couleur : notre huile extraite est plus claire que l'huile commerciale et cela se voit bien sur la figure ci-dessous. Cette différence de couleur est probablement liée aux conditions de stockage.



Figure 49 : L'HE extraite et l'HE commerciale

V.3.2. Caractéristiques physiques

La densité ainsi que l'indice de réfraction ont été déterminés à des températures ambiantes 29 et 33 °C respectivement.

V.3.2.1. Densité

La densité est calculée selon l'équation (10.IV) à une température ambiante, puis corrigée à 20 °C selon un facteur de correction en utilisant l'équation (11.IV). Les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau XXII: Masses de pycnomètre et la densité des HE

		m_0 (g)	m_1 (g)	m_2 (g)	d_4^{29}	d_4^{20}
L'HE extraite	Avec l'eau	14,9736	20,6048	20,3120	0,948	0,951
	Avec l'hydrolat	14,9736	20,6048	20,2951	0,945	0,954
L'HE commerciale		14,9736	20,6048	20,3401	0,953	0,959

V.3.2.2. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est une caractéristique de pureté et de qualité des HE, à l'aide d'un réfractomètre on a mesuré les indices de réfraction à une température ambiante et corrigé à 20°C selon l'équation (12.IV). Les résultats sont regroupés dans le tableau si dessous :

Tableau XXIII : Indices de réfraction des HE

	Echantillon commercial	Echantillon extrait	
		Avec l'eau distillée	Avec l'hydrolat
n_D^{33}	1,4661	1,4671	1,4694
n_D^{20}	1,4713	1,4723	1,4746

V.3.2.3. pH (potentiel hydrogène)

A l'aide d'un pH mètre on a mesuré les différents pH à une température ambiante de 23°C. Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau si dessous :

Tableau XXIV : pH des HE

	Echantillon commercial	Echantillon extrait	
		Avec l'eau distillée	Avec l'hydrolat
pH	5,20	5,10	5,15

Les valeurs de l'indice de réfraction et de densité après avoir été corrigé à 20°C ainsi que les valeurs du pH sont regroupées dans le tableau si dessous :

Tableau XXV : Caractéristiques physiques de l'HE extraite et commerciale de LS

		Densité à 20 °C	Indice de réfraction 20 °C	pH à 23 °C
L'HE extraite	Avec l'eau	0,951	1,4723	5,10
	Avec l'hydrolat	0,954	1,4746	5,15
L'HE commerciale		0,959	1,4713	5,20

Le tableau XXV montre que les indices physiques obtenus par notre échantillon et ceux de l'HE commerciale sont similaires et ils sont comparables avec les résultats mentionnés par : (Boualleg M. et Bousnobra R., 2021) [99]. Ils ont obtenu les résultats suivants :

Indice de réfraction $n_D^{20} = 1,4724$, densité $d_4^{20} = 0,944$ et pH= 5.

V.3.3. Caractéristiques chimiques

V.3.3.1. Indice d'acide

On applique l'équation (13.IV) pour le calcul de ce paramètre.

- **Pour l'HE extraite**

$V = 0,25 \text{ ml}$ de KOH

$N_{\text{KOH}} = 0,077 \text{ N}$

La masse de l'huile est de 0,5178g. La valeur de l'indice d'acide (I_a) obtenue dans le cas de notre HE est de 2,08mg KOH/ 1g d'huile.

- **Pour l'HE commerciale**

$V = 0,25 \text{ ml}$ de KOH

$N_{\text{KOH}} = 0,077 \text{ N}$

La masse de l'huile est de 0,5149g. La valeur de l'indice d'acide (I_a) obtenue dans le cas d'huile commerciale est de 2,10mg KOH/ 1g d'huile.

V.3.3.2. Indice saponification

C'est un indice très important qui nous renseigne sur la longueur de la chaîne d'un corps gras, on a appliqué l'équation (15.IV) pour le calcul de ce paramètre.

- **Pour l'HE extraite**

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

$M_{\text{KOH}} = 56,1 \text{ mol/l}$

$V_0 = 19,5 \text{ ml}$ de HCl (essai à blanc)

$V_1 = 15,4 \text{ ml}$ de HCl

La masse de l'HE est de 1,0217g. La valeur de l'indice de saponification (I_s) de notre huile est de 112,56 mg KOH/1g huile.

- **Pour l'HE commerciale**

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

$M_{\text{KOH}} = 56,1 \text{ mol/l}$

$V_0 = 19,5 \text{ ml}$ de HCl (essai à blanc)

$V_1 = 17,4 \text{ ml}$ de HCl

La masse de l'HE est de 1,0010g. La valeur de l'indice de saponification (I_s) d'huile commerciale est de 58,84mg KOH/1g huile.

V.3.3.3. 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 (17.IV).

- **Pour l'HE extraite**

La valeur de l'indice d'ester (I_e) de notre huile est de 110,48mg KOH/1g d'huile

- **Pour l'HE commerciale**

La valeur de l'indice d'ester (I_e) d'huile commerciale est de 56,74mg KOH/1g d'huile

V.3.3.4. 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.IV).

- **Pour l'HE extraite**

$$N_{Na_2S_2O_3} = 0,1N$$

$$V_0 = 21,05 \text{ ml de } Na_2S_2O_3 \text{ (essai à blanc)}$$

$$V_1 = 17,5 \text{ ml de } Na_2S_2O_3$$

La masse de l'huile est de 0,0995g. La valeur de l'indice d'iode (I_i) de notre huile est de 45,27g/100 g d'huile.

- **Pour l'HE commerciale**

$$N_{Na_2S_2O_3} = 0,1N$$

$$V_0 = 21,05 \text{ ml de } Na_2S_2O_3 \text{ (essai à blanc)}$$

$$V_1 = 16,1 \text{ ml de } Na_2S_2O_3$$

La masse de l'huile est de 0,1163g. La valeur de l'indice d'iode (I_i) de l'huile commerciale est de 54,01g/100 g d'huile.

V.3.3.5. Indice de peroxyde

L'oxydation d'une l'huile commence après la cueillette et continue pendant le stockage et la conservation. Les premiers produits formés par l'attaque de l'oxygène, activé sur les doubles liaisons des chaînes d'acides gras, sont des composés peroxydés instables, et des hydroperoxydes 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 (14.IV).

- **Pour l'HE extraite**

$$V_0 = 0 \text{ ml de } V_0 = 0 \text{ ml de } Na_2S_2O_3$$

$$V_1 = 1,3 \text{ ml de } Na_2S_2O_3$$

La masse de l'huile est de 1,0034g. L'indice de peroxyde (I_p) de notre huile est de 12,95 méq/kg,

- **Pour l'HE commerciale**

$V_0 = 0$ ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

$V_1 = 1,35$ ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

La masse de l'huile est de 1,0228g. L'indice de peroxyde (I_p) de notre huile est de 13,20méq/kg, Dans le tableau en dessous, regroupe tous les valeurs des indices chimiques pour l'HE extraite et commerciale.

Tableau XXVI : Caractéristiques chimiques de l'HE extraite et commerciale de LS

Indices	I_a	I_i	I_p	I_s	I_e
L'HE extraite	2,08	45,27	12,95	112,56	110,48
L'HE commerciale	2,10	54,01	13,20	58,84	56,74

D'après le tableau xxx, on remarque :

Des résultats sur les analyses chimiques de l'HE extraite et l'HE commerciale sont similaires (I_a , I_i et I_p), d'autres résultats sont différents (I_s et I_e).

Les HE (extraite et commerciale) ont un indice d'acide proche de celui trouvé par **(Belmiloud S., et Boudali H. ; 2014) [100]**, ils ont trouvé un indice de 2,10.

Conclusion

A l'heure actuelle, les plantes aromatiques et médicinales restent encore le premier réservoir de nouveaux médicaments. Elles sont considérées comme une source de matière première essentielles pour la découverte de nouvelles molécules nécessaires à la mise au point de futurs médicaments.

Ce travail s'inscrit dans le cadre de la valorisation de la flore algérienne. Il est porté sur une plante aromatique de la famille des lamiacées : la lavande (*Lavandula stoechas*) poussant spontanément à la région de Beni Maouche (wilaya de Béjaïa). Cette plante est largement répandue dans le bassin méditerranéen et utilisée pour les propriétés de son huile essentielle qui est un mélange de mono et sesquiterpènes, alcools, esters, oxydes et cétones.

Le présent travail a pour objet l'extraction et à la caractérisation de l'huile essentielle de lavande.

Les fleurs et les sommités fleuries de la plante étudiée présentent un taux d'humidité assez important (74% pour F et 65% pour FFT) pour la récolte du mois de mai, (68% pour F et 59% pour FFT) récoltés du mois de juin. D'où l'intérêt de l'opération de séchage avant toute extraction afin d'obtenir des rendements assez rentables en huile essentielle.

Les résultats obtenus ont permis de conclure ce qui suit :

Les rendements d'extraction en huile essentielle, extraite par hydrodistillation avec l'eau distillée pour les différentes périodes de récolte (mai et juin) a révélé des teneurs variables un rendement nul a été enregistré pour la récolte du mois de mai et un rendement optimal de 0,33 et 0,31% pour la plante fraîche et sèche respectivement a été noté pour la récolte du mois de juin.

L'extraction avec deux solvants différents (eau distillée et hydrolat) effectuée pour la partie aérienne récoltée au mois de juin a donné des rendements différents. Avec l'eau distillée, on a obtenu des rendements de 0,33 et 0,31% pour la plante fraîche et sèche respectivement. Par contre les rendements obtenus avec l'hydrolat comme solvant d'extraction sont 0,59 et 1,5% pour la plante fraîche et sèche respectivement.

Il est à noter que le meilleur rendement obtenu par l'hydrodistillation est de 1,5% qui correspond à la partie FFT sèche récoltée au mois de juin en utilisant l'hydrolat comme solvant d'extraction.

Enfin, un échantillon d'HE industriel extrait par l'entraînement à la vapeur a été pris en compte afin de comparer avec l'HE extraite leurs caractéristiques :

Les paramètres organoleptiques et physico-chimiques de l'HE extraite et de l'HE industrielle, sont comparables à ceux d'études antérieures réalisés sur le même type de plante.

Les deux huiles ont présenté beaucoup de similitudes et les différences enregistrées peuvent être attribuées aux conditions opératoires ainsi qu'aux conditions de stockage.

Ces analyses sont importantes pour ceux qui se tournent vers les produits naturels pour être mieux soignés en ayant accès à la qualité d'HE et sa composition chimique.

Références bibliographiques

- [1] **Carol.S et al. (2008)**. The aromatherapyencyclopedia : a concise guide to over 395 plant oil,edition Basic Health, Etats-Unis.
- [2] **Beloued A., (2005)**. Plantes médicinales d'Algérie. OPU BenAknoun, Alger, 286p
- [3] **Benabdelkader T., et al. (2011)**. Essential oilsfromwild populations of Algerian Lavandulastoechas L. composition chemicalvariability and in vitro biologicalproperties. ChemBiodivers. 937–53P.
- [4] **Marjorie D.I., (2020)**. L'univers des huiles essentielles : ensemble vers le quête de bien-être, édition ADA Inc.
- [5] **Lacoste S., (2018)**. Ma bible de la phytothérapie. 30p.
- [6] **Huete A., (2012)**. Huiles essentielles pour tous les jours. 225p.
- [7] **Couderc L., (2001)**. Toxicité des huiles essentielles, thèse de doctorat,l'université paul-sabtier de toulouse (France).
- [8] **Willem P.J., (2005)**. Aroma famille-100 petits maux de la vie quotidienne traités par les huiles essentielles, AlbinMichel.
- [9] **Menaceur F., (2011)**. Composition chimique et activité biologique des huiles essentielles et extraits du romarin (*Rosmarinus eriocalyx*) et de la lavande (*Lavandula stoechas*). Thèse de doctorat, école nationale supérieure agronomique El-Harrach (Alger).
- [10] **Deschepper R., (2017)**. Variabilité de la composition des huiles essentielles et intérêt de la notion de chémotype en aromathérapie. Thèse de doctorat. Université d'Aix Marseille.
- [11] **Ouis N., (2015)**. Étude chimique et biologique des huiles essentielles de coriandre, de fenouil et de persil. Thèse de doctorat en sciences (option : chimie organique). Université d'Oran 1 (Oran).
- [12] **Benmoussa F.Z., Bougoufa A., (2017)**. Contribution à l'étude de l'huile essentielle de la plante de lavandula pubescens decne. Mémoire de master en chimie (option : chimie appliquée). Université kasdi Merbah (Ouargla).
- [13] **Benabdelkader T., (2012)**. Biodiversité, Bioactivité et Biosynthèse des Composes Terpéniques Volatils des Lavandes Ailées, *Lavandula stoechas* Sensu Lato, un Complexe d'Espèces Méditerranéennes d'Intérêt Pharmacologique. Thèse de doctorat en sciences et techniques. Université de jean Monet (Saint-Etienne).
- [15] **Françoise C., et Lobstein A., (2013)**. Les huiles essentielles à l'officine, Actualité pharmaceutique n° 525. 22p.

- [16] **Remit K., et Hezli R., (2019).** Activité antifongique des huiles essentielles de trois plantes aromatiques : *Lavandula stochas L.*, *Myrtus communis L.*, *Pistacia lentiscus L.* En vue de valorisation phytopharmaceutique. Mémoire de master en sciences (option : phytopharmacie appliquée). Université Mohammed Seddik Benyahia (Jijel).
- [17] **Festy D., (2008).** Ma bible des huiles essentielles. Leduc édition. 25p.
- [18] **Jouault S., (2012).** La qualité des huiles essentielles et son influence sur leur efficacité et sur leur toxicité. Thèse de doctorat en chimie. Université de Lorraine (France).
- [19] **Ferdes I., et Saidia N., (2019).** Etude de l'activité antifongique des huiles essentielles de *Lavandula stoechas L.* et d'*Origanum floribundum Munby.* sur des agents d'otomycoses : Cas d'*Aspergillus niger.* Mémoire de master en sciences de nature et de la vie. Université 8 mai 1945 (Guelma).
- [20] **Mattar L., (2018).** Critères de qualité des huiles essentielles, Actualités pharmaceutiques n° 580.
- [21] **Piochon M., (2008).** Etude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore laurentienne: composition chimique, activités pharmacologiques et hémi-synthèse. Thèse en doctorat en chimie. Université du Québec à Chicoutimi (Canada).
- [22] **Touboul A., (2021).** Précautions et sécurité d'emploi des huiles essentielles, Actualités pharmaceutiques n° 604. Elsevier édition. 2(7), 24-34p.
- [23] **Grosjean N., (2013).** Le grand livre de l'aromathérapie, Eyrolles édition. 326p.
- [24] **Bessah R., et E Benyoussef E.H., (2015).** La filière des huiles essentielles Etat de l'art, impacts et enjeux socioéconomiques, *Revue des Energies Renouvelables.* 18(3) 513 – 528p.
- [25] **Herbarom., (2021).** Guide complet sur les huiles essentielles : état des lieux des différents référentiels, standards et labels qualité.
- [26] **Paris M., et Hurabielles T., (1981).** Abrégé de matière médicale. Pharmacognosie. Tome 1. Masson, Paris (France).
- [27] **Bruneton J., (1999).** Pharmacognosie. Photochimie des plantes médicinales. 2ème édition. Technique et documentation, Lavoisier, Paris.
- [28] **Ghestem H., et al. (2001).** Le préparateur en pharmacie. Dossier 2, -Botanique, Pharmacognosie, Phytothérapie, Homéopathie. Ed. TEC et DOC (Paris).
- [29] **Rhayour K., (2002).** Etude du mécanisme de l'action bactéricide des huiles essentielles sur *Esherichia coli*, *Bacillus subtilis* et sur *Mycobacterium phlei* et *Mycobacterium fortuitum.* Thèse de doctorat. Université Sidi Mohamed Ben Abdellah (Maroc).
- [30] **Desmares M., et al. (2008).** Recommandations relatives aux critères de qualité des huiles essentielles. AFSSAPS. Anatole (France).

- [31] **Bernadet M., (2000).** Phyto-aromathérapie pratique, plantes médicinales et huiles essentielles. Ed. Dangles. In Benzeggouta N., 2005. Etude de l'activité antibactérienne des huiles infusées de quatre plantes médicinales connues comme aliments. Mémoire de master en chimie. Université de Constantine.
- [32] **Bruneton J., 1993.** Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. (Techniques et Documentation), Lavoisier (Paris). 623p.
- [33] **Miles E., (2016).** Le grand livre des huiles essentielles pour les nuls. 1^e édition. 125p.
- [34] **Kalla A., (2014).** Etude et valorisation des principes actifs de quelques plantes du sud Algérien : *Pituranthos scoparius*, *Rantherium adpressum* et *Traganum nudatum*. Thèse de doctorat en Chimie. Université Mentouri de Constantine (Algérie).
- [35] **Franchomme P., et Pénoël D., (1990).** L'aromathérapie exactement. Encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles. Roger Jallois éditeur. Limoges. 445p.
- [36] **Boutekedjiret., (1999).** Etude des procédés d'extraction appliqués à la récupération des essences de romarin : transfert et modalisation. Thèse de doctorat en génie des procédés. E.N.P (Alger)
- [37] **Farhat A., (2010).** Vapo-diffusion assistée par Micro-ondes : conception, optimisation, et application. Thèse de doctorat en sciences (option : sciences des procédés, sciences des Aliments). Université d'Avignon et des pays de Vaucluse (France) et École Nationale d'ingénieur de Gabès (Tunisie).
- [38] **Daroui H., (2012).** ETUDE PHYTOCHIMIQUE ET BIOLOGIQUE DES ESPECES *Eucalyptus globulus* (Myrtaceae), *Smyrniolumolusatrum* (Apiaceae), *Asteriscusmaritimus* ET *Chrysanthemumtrifurcatum* (Asteraceae). Thèse de doctorat en sciences (option : biochimie appliquée). Université badji Mokhtar (Annaba).
- [39] **Herzi N., (2013).** Extraction et purification de substances naturelles : comparaison de l'extraction au CO₂-supercritique et des techniques conventionnelles. Thèse de doctorat (option : Génie de Procédés et de l'Environnement). Université de Toulouse (France) délivré par Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse).
- [40] **Neffati A., (2010).** Etude de la composition chimique et évaluation d'activités biologiques de l'huile essentielles d'une Apiaceae de Tunisie : *Pituranthos chloranthus*. Thèse de doctorat en Biotechnologie agroalimentaire. Université de Caen Normandie(Caen).
- [41] **Sylvain S., (2010).** Etude de la composition chimique d'huiles essentielles et d'extraits de menthes de Corse et de Kumquats. Thèse de doctorant en Chimie. Université de Corse Pascal Paoli.

- [42] **Boukhatem., et al. (2019).** Méthodes d'extraction et de distillation des huiles essentielles. *Revue AgroBiologia*.9(2), 1653-1659p.
- [43] **Hilalli S., (2020).** Thermal solar energy application on eco-extraction and drying of orange peels and rosemary leaves. Thèse de doctorant en science. Université Avignon (France)
- [44] **Franchomme P., (1990). Richard H., (1992).** L'aromathérapie exactement. Encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles. Roger Jallois éditeur. Limoges (France). 445P.
- [45] **Bruneton J., (1999).** Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales, 3^e édition revue (Paris).
- [46] **Kimball., (1999).** Citrus processing: A complete guide, second édition : Aspen Publication inc. 435p.
- [47] **Lucchesi M.E., (2005).** Extraction sans solvant assistée par micro-ondes, conception et application à l'extraction des huiles essentielles. Thèse en doctorat en science (option : chimie). Université de la Réunion (France).
- [48] **Duval L., (2012).** Les huiles essentielles à l'officine. Thèse de doctorat en Pharmacie. Université de Rouen (France).
- [49] **Lardry J.M., et Haberkorn V., (2007).** Les huiles essentielles : principes d'utilisation, *Kinesitherapy Reviews*. 61, 18-23P.
- [50] **Penchev P.I., (2010).** Étude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions. Thèse doctorat (option : Génie des Procédés et de l'Environnement). Université de Toulouse Délivré par Institut National Polytechnique de Toulouse. (France).
- [51] **Dolatowski Z., et al. (2007).** Applications of ultrasound in food technology. *Acta Sci. Pol., Technol. Aliment.* 6(3), 89–99p.
- [52] **Assami k., (2014).** Extraction assistée par ultrasons des huiles essentielles et arômes du *Carum carvi* L. d'Algérie. Thèse de doctorant en science (option : chimie organique appliquée Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene (Alger).
- [53] **Perraut S., (2013).** Les ultrasons, une alternative verte pour l'extraction, process alimentaire, le magazine des industriels de l'agroalimentaire.
- [54] **Buchbauer G., (2000).** The detailed analysis of essential oils leads to the understanding of their properties. *Perfum Flavor*. 25(2), 64-67p.
- [55] **Rassem H.H.A., et al. (2016).** Technique for extraction of essential oils from plants : A Review. *Aust. J. Basic & Appl. Sci.* 10(16), 117-127p.

- [56] **Keville K., et Green M., (2008).** Aromatherapy: A complete guide to healing art, second edition: The Crossing Press. 256p.
- [57] **Rozzi, N.L., et al. (2002).** Supercritical fluid extraction of essential oil components from lemon-scented botanicals. *Lebensm. Wiss. U. Technol.* 35, 319-324p.
- [58] **Brut S., (2004).** Essential oils : their antibacterial prooerties and potential applications in foods : a review. *Int.J. Food microbial.* 94, 233-253p.
- [59] **Trad M., (2020).** Etude biologique de l'activité d'huile essentielle de juniperus thurifera. Mémoire de master en sciences biologiques (option : biochimie appliquée). Université de Biskra (Algérie).
- [60] **Perrut M., (1999).** Extraction par fluide supercritique. Les techniques de l'ingénieur. J2770.
- [61] **Meziani S., kasmi H., (2021).** Extraction et caractérisation des huiles essentielles des graines de chia. Mémoire de master en chimie (option : Analyse Chimiques), université A. MIRA (Bejaia).
- [62] **Traikia A., et Mansouri M., (2020).** Etude des caractéristiques physiques et chimiques des huiles essentielles du clou de girofle et de l'eucalyptus. Mémoire de master en science de la matière (option : Chimie physique et analytique). Université 08 MAI 1945 (Guelma).
- [63] **Boukhatem N.M., et al. (2010).** Extraction, composition et propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle du Géranium Rosat (*Pelargonium graveolens* L) cultivé dans la plaine de Mitidja (Algérie). *Revue nature et technologie.* 37-45.
- [64] **kiouas N., et naili A., (2019).** Contribution à l'étude de l'influence de la durée de stockage sur quelques caractéristiques physico-chimiques d'une huile essentielle. Master en Génie des procédés (option : Génie chimique). Université de Ghardaïa (Ghardaïa).
- [65] **Kesbi A., (2011).** Etude des propriétés physico chimique et évaluation de l'activité biologique des huiles essentielles d'eucalyptus Globuls dans la région de (ouargla). Mémoire de master en science. Université Kasdi Merbah (Ouargla).
- [66] **Dibert K., et Cros E., (1989).** Solvent extraction of oil and chlorogenicacidefrom green coffee Part II: Kinetic data. *Journal of Food Engineering.* 10(3), 199-214p.
- [67] **Leybros J.,et Frémeaux P., (2009).**Extraction solide-liquide aspects théoriques *Techniques de L'ingénieur. Génie des procédés.*
- [68] **Huie C.W., (2012).** A review of modern sample-preparation techniques for the extraction and analysis of medicinal plants. *Analytical and BioanalyticalChemistry.* 373, 23-30P.

- [69] **Tardivon J.C., et Chadouli S.M., (2012).** Les plantes aromatiques et médicinales Un exemple de développement humain au Maroc la coopérative féminine de BenKarrich. (Tétouan).
- [70] **Park B., et al., (2005).** Food Chemistry. 53, 9005p.
- [71] **Janesen P., et al., (2005).** Ressources végétales de l'Afrique tropicale3. Colorants et tanins. Wageningen , Pays-Bas : PROTA.238p.
- [72] **PENSO G., (1986).** Les plantes médicinales dans l'art et l'histoire : Roger Da Costaed, (paris).
- [73] **Bordoloi D., et al., (2016).** Multi-Targeted Agents in Cancer Cell Chemosensitization:What We Learnt from Curcumin Thus Far. Recent Pat Anticancer Drug Discov. 11(1), 67-97p.
- [74] **BellakhderJ., (1997).** La pharmacopée marocaine traditionnelle médecine arabe ancienne et savoirs populaires. Ibis press. 318p.
- [75] **Djerroumi A., et Nacef M., (2004).** 100 plantes médicinales d'Algérie. Palais de livre, pp:45-110.ISBN :9961-749-25-1.
- [76] **Georger J., (2003).** LA LAVANDE : l'âme de la Provence-ICEM-Pédagogie Freinet 22p.
- [77] **Bouillard B., (2001).** Plantes médicinales du monde, croyances et réalités. Edition ESTEM, 306-307p.
- [78] **Lis-Balchin M., (2002).** Lavender: The Genus Lavandula Taylor. 1st edition. (London). 296p.
- [79] **Léger J.F., (2012).** Lavandula stoechas L. La flore électronique de Tela Botanica Base de données des Trachéophytes de France métropolitaine BDTFX v.1.01.
- [80] **Hafiane N., et Ounnas D., (2018).** « Contribution à la recherche de l'effet indésirable (hémolytique) de la partie aérienne des trois plantes médicinales in vitro OriganumVulgare, Lavandula Steochas et Ammoides verticillata ». Mémoire de Master en sciences biologiques (option : biochimie appliquée). Université de Oum El Bouaghi (Algérie).
- [81] **Jullien J.D., (2016).** Guide de reconnaissance plantes hôtes potentielles de xylella fastidiosa subsp. Multiplex en France, surveillance biologique du territoire (sbt) dans le domaine végétal, symptôme d'une infection de xylella fastidiosa subsp. Multiplex sur polygala myrtifolia .1ere édition.
- [82] **Barbier E., (1963).** Les lavandes et l'apiculture dans le sud-est de la France. Les annales de l'abeille. Inra Editions. 6(2), 85-159p.

- [83] **Chu C.J., et Kemper K.J., (2001).** Lavender (*lavandula* spp.). Longwood Herbal Task Force. 32p.
- [84] **Quezel P., et Santa S., (1963).** Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. Tome ii. Préface du pr l, Embeger. Edition du centre national de la recherche scientifique. 15, quai anatole- paris 7 (France).
- [85] **Outalrb A., (2013).** Quelques plantes médicinales de la région de Bejaia utilisées en médecine traditionnelle pour traiter les pathologies hépatiques. Mémoire de master en science biologie. Université Abderrahmane mira (Bejaia).
- [86] **Amara N., et al., (2017).** Application potentielles de l'huile essentielles de lavande papillon (*lavandulastoechas* L), comme conservateur alimentaire naturel, éditionlavoisier. 213p.
- [87] **Belaidi F., (2018).** Etude de l'activité insecticide et fongicide de l'extrait éthanolique de *Lavandulastoechas* L. Mémoire de Master. Université de Bouira (Algérie).
- [88] **Boulahia S., et al, (2020).** « Etude phytochimique et évaluation de l'activité antibactérienne des deux plantes *Lavandulastoechas* et *Lavandulaofficinalis* ». Mémoire de Master. Université de Guelma(Algérie).
- [89] **Yolande D., (2015).** Diversité chimique et caractérisation de l'impact du stress hydrique chez les lavandes. Thèse de doctorat en Sciences et Technologies. Université Jean Monnet - Saint-Etienne (Lyon).
- [90] **Tiachadine W., et Mendil M., (2017).** Caractérisation phytochimique de partie aérienne et des huiles essentielles de *Lavandula stoechas* L. (Lamiaceae) de la région de Timezrit (Boumerdes). Mémoire de Master en science de la nature et de la vie (option : biochimie appliquée). Université de Boumerdes (Algérie).
- [91] **Loukhaoukha R., (2019).** Extraction et identification et caractérisation de quelques métabolites secondaires de *lavandula stoechas* L. Et effets biologiques. Thèse de doctorat en chimie. Université de Blida.
- [92] **Nadji M., et Beghou T., (2021).** Etude photochimique d'une plante médicinale : LAVANDE. Mémoire de master. Université de larbi ben m'hidi (Oum el bouaghi).
- [93] **Bourkache K., (2016).** Evaluation de l'activité antibactérienne de l'huile essentielle et des tanins extraits de *lavandula stoechas*. Mémoire de master en chimie. Université Mouloud mammeri (Tizi-ouzou).

- [94] **Mohammedi Z., (2006).** Etude du pouvoir antimicrobien et antioxydant des huiles essentielles et flavonoïdes de quelques plantes de la région de Tlemcen. Mémoire de master en biologie. Université de Tlemcen.
- [95] **Saidi M., (2016).** Evaluation de l'activité antibactérienne de combinaisons d'huiles essentielles et d'antibiotiques. Mémoire de master en sciences biologiques. Université A. MIRA (Bejaïa).
- [96] **Dob T., et al, (2006).** Essential oil composition of *lavandula stoechas* from Algeria. *Pharmaceutical biology*. 60-64 P.
- [97] **Sebti M., (2003).** Contribution a l'étude économique et écologique de la production d'huiles essentielles à partir de trois espèces : *myrtus communis* L., *lentiscus* L. et *lavandula stoechas* L. dans la subéraie de OULED-DEBBAB (Jijel). Mémoire de master en sciences agronomique. Institut national agronomique El Harrach (Alger)
- [98] **Maria B., (2002).** Lavender : the genus *Lavandula*. Medicinal and aromatic plants-industriel profiles. Taylor and Francis. 29,268p.
- [99] **Boualleg M. et Bousnobra R., (2021).** Optimisation des paramètres d'extraction de l'huile essentielle de *lavandula stoechas* et son application comme antifongique. Mémoire de master en sciences et technologie. Université de Guelma.
- [100] **Belmiloud S., et Boudali H., (2014).** Essai d'amélioration de la résistance auto-oxydative et photo oxydative de l'huile « FLEURIAL » par incorporation des feuilles de Romarin et de la lavande *stoechas*. Master en biologie. Université « Mouloud MAMMERY » de TIZI-OUZOU.

Résumé

Ce travail s'inscrit dans le cadre de la valorisation de la flore algérienne. La plante sur laquelle a porté notre étude est la lavande : (*Lavandula stoechas*) poussant spontanément dans la région de Beni Maouche dans la wilaya de Bejaia. Cette plante est très utilisée pour les propriétés de son huile essentielle. Le présent travail porte sur l'extraction par hydrodistillation et la caractérisation physico-chimique et organoleptique de l'huile essentielle (HE) de lavande. L'effet de la période de récolte de la plante, le séchage, le type de solvant utilisé sur le rendement de l'extraction de l'huile essentielle de lavande a été mis en évidence. Ainsi, les quantités de l'HE obtenues avec l'eau distillée sont faibles comparées à celles obtenues avec l'hydrolat. Le végétal à l'état sec apporte un meilleur rendement avec l'hydrolat (1,5%) et le végétal à l'état frais donne un meilleur rendement avec l'eau (0,59%).

Les analyses physico-chimiques de l'huile essentielle obtenues ont été menées par la mesure de la densité, l'indice de réfraction, pH et par la mesure de quelques indices chimiques.

Mots clés : Hydrodistillation, lavande stoechas, huile essentielle HE, hydrolat

Abstract

This work is part of the Algerian flora promotion. The plant on which our study focused is lavender: (*Lavandula stoechas*) growing spontaneously in the region of Beni Maouche in the wilaya of Bejaia. This plant is widely used for its essential oil properties. This work focuses on the extraction by hydrodistillation and the physico-chemical and organoleptic characterization of the essential oil (EO) of lavender. The effect of the harvest period of the plant, the drying, the type of solvent used on the yield of the extraction of the essential oil of lavender was highlighted. Thus, the quantities of EO obtained with distilled water are low compared to those obtained with the hydrosol. The plant in the dry state gives a better yield with the hydrosol (1.5%) and the plant in the fresh state gives a better yield with the water (0.59%). The physico-chemical analyzes of the essential oil obtained were carried out by measuring the density, the refractive index, pH and by measuring some chemical indices.

Keywords : Hydrodistillation, lavender stoechas, HE essential oil, hydrosol,