

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA

RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOUHAMED EL BACHIR EL IBRAHIMIE

FACULTE DES SCIENCES DE LA TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE GENIE DE L'ENVIRONNEMENT

Mémoire

Présenté pour obtenir

LE DIPLOME DE MASTER

FILIERE : Génie des procédés

**Spécialité : Gestion des changements environnementaux en
méditerranée**

Par : SEKHARA Abir

Thème

**Extraction par hydrodistillation des huiles essentielles de
romarin**

Soutenu le : 24/06/2024

Devant le jury composé de :

Mme. ABDOUNE Yamina	MAB	Encadreur	Univ-BBA
Mme. TABTI Lilia	MAB	Présidente	Univ-BBA
Mr. MAGRAOUI Nadjah	MAA	Examinatrice	Univ-BBA

Remerciement

Je tiens d'abord à remercier Dieu le tout puissant de m'avoir permis de mener à terme ce travail.

J'exprime ma profonde gratitude à mon encadreur, Mme Aboune Yamina, pour tous les efforts qu'il a consenti tout au long de l'élaboration de ce travail. Ses encouragements, et ses précieux conseils.

J'exprime toute ma reconnaissance envers tous les membres de jury :

Madame: Tabti. L

Madame: Maghraoui. N

Je remercie, également, toute personne qui a participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail. Et j'espère que ce travail soit la bonne expression de ma gratitude.



Dédicace

Ce document est dédié à beaucoup de gens, dans ma tentative de tous me les rappeler, je peux en citer quelques-uns. Que les autres m'en excusent :

- A celui qui m'a indiqué la bonne voie en me rappelant que la volonté fait toujours les grands hommes : **Mon père***
- A celle qui a attendu avec patience les fruits de sa bonne éducation : **Ma mère***
- A mes frères **Youcef** et **Mouhamed***
- A Ma sœur **Aïda***
- A mes meilleurs amis **Lamia**, **Houda** et **Amani***

Résume :

Cette étude s'inscrit dans le cadre de la valorisation de la plante de romarin par extraction de ses huiles essentielles par hydrodistillation. L'optimisation des conditions opératoires a permis de mettre en évidence les résultats suivants : Un maximum de rendement de **0,75 %** est enregistré pour un temps d'extraction de **120 min**, un débit de condensation de 0.32 ml/min et un rapport de masse de **1/12**. L'effet antioxydant évaluée par le pouvoir réducteur du fer (FRAP) et par le test d'inhibition de DPPH indique que l'huile présente une activité antioxydante.

Mots clés : Optimisation, extraction, Rosmarinus officinalis L., hydrodistillation, rendement en huile essentielle.

Abstract:

This study is part of the valorization of the rosemary plant by extraction of its essential oils by hydrodistillation. The optimization of the operating conditions made it possible to highlight the following results: A maximum yield of 0.75% is recorded for an extraction time of 120 min, a condensation flow rate of 0.32 ml/min and a ratio of mass of 1/12. The antioxidant effect evaluated by the iron reducing power (FRAP) and by the DPPH inhibition test indicates that the oil exhibits antioxidant activity.

Keywords : Optimization, extraction, Rosmarinus officinalis L., hydrodistillation, essential oil yield.

ملخص:

هذه الدراسة هي جزء من تهمين نبات الكليل الجبل عن طريق استخلاص زيوتها العطرية المستخرجة بالتقطير المائي. أتاح تحسين ظروف التشغيل تسليط الضوء على النتائج التالية: تم تسجيل أقصى عائد بنسبة 0.75% لفترة استخلاص تبلغ 120 دقيقة، ومعدل تدفق تكثيف قدره 0.32 مل/د ونسبة كتلة 12/1. يشير تأثير مضادات الأكسدة التي تم تقييمها بواسطة قوة تقليل الحديد (FRAP) وباختبار تثبيط DPPH إلى أن الزيت يظهر نشاطاً مضاداً للأكسدة.

الكلمات المفتاحية: الاستخلاص الأمثل، الاستخلاص، روزمارينوس أوفيسيناليس ل.، التقطير المائي، محصول الزيوت العطرية.

Liste des abréviations

HE : Huile essentielle

Abs : Absorbance

AFNOR : Association Française de Normalisation

µg: microgramme

DPPH: 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle

FRAP: Ferric reducing antioxidant power

MV: Matière végétale

IR : Infrarouge

UV : Ultra-violet

Liste des figures

Figure 1 : La plante de romarin.	2
Figure 2 : Des exemples de monoterpènes	8
Figure 3 : Les monoterpènes acycliques	8
Figure 4 : Les monoterpènes cycliques	8
Figure 5 : Exemples de sesquiterpènes.....	9
Figure 6 : Le diterpène	10
Figure 7 : Structure chimique de quelques composés aromatiques des huiles essentielles.....	10
Figure 8 : Structure d'un aldéhyde terpénique (géraniol) et d'un aldéhyde aromatique (cinnamaldéhyde)	11
Figure 9 : Alambic d'hydrodistillation.....	17
Figure 10 : Distillation à la vapeur d'eau.....	18
Figure 11 : Schéma d'extraction des HE par expression à froid	19
Figure 12 : Schéma d'extraction par micro-ondes	20
Figure 13 : Localisation de la Wilaya de Bordj Bou Arreridj	20
Figure 13 : Les feuilles de romarin à sécher.....	Erreur ! Signet non défini.
Figure 14 : Le système de Clévenger	22
Figure 16 : Spectrophotomètre IRspirit.	24
Figure 17 : Mécanisme réactionnel intervenant lors du test FRAP entre le complexe tripyridyltrizine ferrique Fe (III)-et un antioxydant (AH).....	25
Figure 18 :: Réduction du radical DPPH par un antioxydant.....	26
Figure 19 :: Le rendement (%) d'HE de romarin en fonction de temps.....	29
Figure 20 :: Le rendement d'HE en fonction de débit de condensation.....	29
Figure 21 : Le rendement d'HE en fonction en fonction de rapport de masse.....	31
Figure 22 : Résultat de l'extraction des HE de romarin.....	32
Figure 23 : Spectre infrarouge de l'HE de romarin.....	33
Figure 24 : L'absorbance des l'HE de romarin en fonction de leurs concentrations.	34
Figure 25 : L'inhibition en fontion de la concentration d'HE	35

Liste des tableaux

Tableau 1: La composition chimique d'huile essentielle du <i>Rosmarinus officinalis</i>	4
Tableau 2 : Les coordonnées de la Wilaya de Bordj Bou Arreridj.	21
Tableau 3: Le rendement d'HE obtenu en fonction de temps	28
Tableau 4: Le débit et le rendement d'extraction d'HE de romarin en fonction de puissance	29
Tableau 5: Résultats de rendement en fonction du rapport de masse	30
Tableau 6: Propriétés organoleptiques d'huiles essentielles de Romarin	32
Tableau 7: Types de liaisons et leurs nombres d'onde dans le spectre IR.	33
Tableau 8: L'absorbance de l'HE de Romarin	34
Tableau 9: Le pourcentage d'inhibition d'HE de romarin en fonction de leur concentrations	35

Sommaire

Résumé :	III
Liste des abréviations	IV
Liste des figures	V
Liste des tableaux	vi
Sommaire	VII
Introduction générale	10
Chapitre 1 : MATIERE VEGETALE : le romarin	2
1. Définition de la plante.....	2
2. L'origine du nom	2
3. Identification de la plante.....	3
4. Les différentes variétés de romarin.....	3
5. Localisation géographique de la plante	4
6. La composition chimique de Romarin	4
7. Description morphologique de la plante de romarin.....	5
8. Activité antioxydante de <i>Rosmarinus officinalis</i>	5
8.1. Les antioxydants	5
Chapitre 2 : Généralité sur les huiles essentielles	6
1. Définition des huiles essentielles	6
2. Historique des huiles essentielles	6
3. Localisation des huiles essentielles dans la plante.....	7
4. La composition chimique des huiles essentielles	7
5. Les propriétés thérapeutiques des huiles essentielles	11
6. Facteurs influençant la composition chimique des HES	13
7. Principaux domaines d'application.....	14
7.1. Pharmacie	14
7.2. Parfumerie.....	14
7.3. Alimentation.....	14
8. Toxicité des huiles essentielles selon la voie d'administration	14
8.1. La voie orale (en gélule)	14
8.2. La voie cutanée.....	15
8.3. La voie respiratoire.....	15
Chapitre 3 : Méthodes d'extraction des huiles essentielles	16

1. Procédés d'extraction des huiles essentielles	16
1.1. Extraction par Hydrodistillation.....	16
1.2. Extraction par entraînement à la vapeur d'eau.....	17
1.3. Expression à froid	18
1.4. Extraction par solvant organique.....	19
1.5. Extraction assistée par micro-ondes	19
1.6. Extraction par fluide à l'état supercritique.....	20
Chapitre 4 : Matériels et méthodes	20
1.1. Présentation de la zone de récolte	20
a. Position géographique de la wilaya de Bordj Bou Arreridj.....	20
b. Climat de la wilaya de Bordj Bou Arreridj.....	21
1.2. Séchage de la matière végétale.....	21
2. Hydrodistillation	22
2.4. Détermination des paramètres d'extractions des huiles essentielles de Romarin	23
3. Analyse de l'huile essentielle par spectroscopie infrarouge.....	24
3. Activités antioxydantes de romarin.....	24
Chapitre 5 : Résultats et discussion	28
1. Etude des paramètres opératoires de l'hydrodistillation	28
2. Caractéristiques organoleptiques d'huile essentielle de Romarin	31
3. Analyse infrarouge.....	33
4. Activités antioxydant de Rosmarinus officinalis	34
Conclusion générale.....	36

Introduction générale

Introduction générale

Depuis des siècles, l'homme a utilisé les plantes dans plusieurs domaines, tels que la parfumerie, la pharmacologie et l'agroalimentaire, grâce à leurs propriétés découvertes par hasard. Les plantes produisent un grand nombre de composés. Ces composés ne sont pas produits directement lors de la photosynthèse mais résultent de réactions chimiques ultérieures d'où le nom de métabolites secondaires. C'est après le développement de la chimie que les huiles essentielles (HE) extraites de plantes commencent à livrer leurs secrets et leurs composants principaux ont été identifiés. Actuellement, plus de 100000 substances sont connues [1].

Les huiles essentielles sont des liquides riches en composés aromatiques (odorants), volatils. Elles possèdent un atout considérable et jouissent d'une popularité grâce à la découverte progressive de leurs propriétés : antibactériennes, anti inflammatoires, antiseptiques, antivirales, antifongiques, antioxydantes, stimulantes, calmantes et relaxantes [2].

L'Algérie est riche en plantes aromatiques et médicinales susceptibles d'être utilisées dans différents domaines (pharmacie, parfumerie, cosmétique, et agroalimentaire) pour leurs propriétés thérapeutiques et odorantes.

Le présent travail s'inscrit dans le cadre d'une meilleure connaissance des conditions opératoires de l'extraction des huiles essentielles de romarin et ainsi l'étude de la composition chimique et d'activité antioxydante de ces huiles essentielles.

Pour la réalisation de cette étude, on l'a partagé en deux parties essentielles :

- La première partie est consacrée à l'étude bibliographique, relative aux huiles essentielles, à la plante étudiée et aux méthodes d'extraction.
- La deuxième partie concerne l'étude expérimentale, qui portera sur l'étude des paramètres opératoires de l'extraction des huiles essentielles de romarin par hydrodistillation. Les huiles essentielles obtenues seront analysées par analyse infrarouge (IR) et testées pour l'étude de leurs activités antioxydantes.

Nous terminons par une conclusion et perspectives.

Chapitre 01 : MATIÈRE

VEGETALE : le romarín

Chapitre 1 : MATIERE VEGETALE : le romarin

1. Définition de la plante

Le Romarin, *Rosmarinus officinalis* L (figure 1), plante commune à l'état sauvage, est, sans doute, l'une des plantes les plus populaires en Algérie, puisqu'on le trouve dans tous les jardins et les parcs en bordure odorante.

Cette plante appartient à la famille des Labiées. Elle se présente sous forme d'arbuste, sous-arbrisseau ou herbacée. Les feuilles sont étroitement lancéolées linéaires, friables et coriaces, les fleurs d'un bleu pâle, maculées intérieurement de violet sont disposées en courtes grappes denses s'épanouissent presque tout au long de l'année [3].

Le Romarin, *Salvia rosmarinus*, est une espèce d'arbrisseaux de la famille des Lamiacées (ou Labiées), poussant à l'état sauvage sur le pourtour méditerranéen, en particulier dans les garrigues arides et rocailleuses, sur terrains calcaires[4].



Figure 1 : La plante de romarin.

2. L'origine du nom

Le Romarin est un arbrisseau qui doit son nom au latin ros, rosée et marinus, marin. En effet, d'après la légende, le Romarin est une plante que l'on retrouvera seulement dans les régions où s'étend la rosée venant de la mer, au petit jour. Dans d'autres régions, on le surnomme "la Rose de mer" en latin Rosa marina qui a donné son nom au genre [5].

Le nom « romarin » viendrait du latin « ros marinus » (**rosée de mer**) [6] (ou bien du grec « *rhaps myrinos* » (buisson aromatique) [7], ou encore du latin « *rhus marinus* » (sumac de mer) [4].

3. Identification de la plante

- **Règne** : Plantes
- **Embranchement** : Spermaphytes
- **Classe** : Dicotylédones
- **Ordre** : Lamiales (labiales)
- **Famille** : Lamiaceae
- **Genre** : Rosmarinus
- **Espèce** : Rosmarinus officinalis L. [8].
- **Le nom en français** : Romarin
- **Le nom en arabe** : اكليل الجبل، حشيشة العرب، ندى البحر ، إكليل النفساء، حصلبان،
النبات القطبي، عشب البوصلة

4. Les différentes variétés de romarin

- Romarin CLASSIQUE
- Romarin CORSE
- Romarin TOSCAN BLEU
- Romarin À FLEURS ROSES
- Romarin RAMPANT
- Romarin D'HIVER
- Romarin POINTE DU RAZ
- Romarin BARBECUE
- Romarin GORIZIA
- Romarin MRS JESSOPP'S UPRIGHT
- Romarin VERBENONIFERUM
- Romarin IDEN BLUE BOY
- Romarin À FEUILLES DE LAVANDE
- Romarin TOMENTEUX [9]

5. Localisation géographique de la plante

Le romarin se trouve dans toutes les contrées mondiales de l'Europe, plus sur le particulièrement pourtour méditerranéen, de préférence dans les lieux secs et arides, exposés au soleil, à l'état sauvage il se trouve sur des sols calcaires[10]. En Algérie cette plante est bien apparente en différente région.

6. La composition chimique de Romarin

6.1. Composition en huiles essentielles

Le Romarin est relativement riche en l'huile essentielle (1 à 5%). Les organes pouvant renfermer l'huile essentielle (HE) sont les fleurs et les feuilles. Des études phytochimiques antérieures de cette espèce ont montré que cette plante accumule plus de 50 composants terpéniques qui rentrent dans la composition chimique d'huile essentielle de romarin dont les constituant principaux sont : camphre (15- 25%) ; α -pinène (19,6%) ; Bornéol et estérifié (10,0%) ;1,8 Cinéol (15-50%) Limonène (3,6%) [11].

Les 20 composants dans l'huile essentielle du romarin sont identifiés par Gachkar et al.2006 [12] par GC et GS-MS, présentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 1: La composition chimique d'huile essentielle du Rosmarinus officinalis [12].

Composant	Pourcentages %	Composant	Pourcentages %
Borneol	14.9	α -Pinéne	3.68
Terpinen-4-ol	3.33	Camphene	1.70
a-Terpineol	1.61	3-Octanone	0.83
Verbinone	0.56	Sabinene	1.94
Piperitone	2.07	Myrcene	23.7
Bornylacetate	0.71	O-Cymene	3.08
b-Caryophyllene	7.43	1,8-Cineole	2.68
cis-b-Farnesene	14.9	Linalool	1.26
Germacrene D	0.75	Myrcenol	0.52
a-Bisabolol	4.97	Camphor	1.01

6.2. Composition en polyphénols

Cette espèce comprend aussi des dérivés phénoliques. On cite les acides phénoliques qui sont identifiés par **Lamaisons J-L Petit Jeanen**. Les plus présents en teneur importante sont :

- L'acide rosmarinique
- L'acide caféique
- L'acide néo-chlorogénique
- L'acide vanillique [11]

Actuellement, plus de douze diterpènes, sont isolés et identifiés dans le Romarin. Ils sont responsables de l'activité antioxydante de la plante, à titre d'exemple : l'acide carnosique, le carnosol, le 12-Acide méthoxycarnosique, rosmanol, l'épirosmanol[11].

7. Description morphologique de la plante de romarin

Le romarin est une plante herbacée semi-arbustive à feuilles persistantes. Son arbuste est petit, sauvage et horticole, avec de fortes branches. Il est aromatique et a une odeur forte et un goût de camphre légèrement amer. Il atteint une hauteur de 50 cm et peut dépasser deux mètres [13].

Ses feuilles sont presque en forme d'aiguilles et ressemblent à des épines. Lorsqu'elles sont frottées ou brûlées, elles dégagent un parfum aromatique. Sa couleur est vert pâle, opposées, étroites, denses, et les feuilles sont formées sur la tige en groupes, chaque groupe contenant trois feuilles[14].

8. Activité antioxydante de Rosmarinus officinalis

8.1. Les antioxydants

Les antioxydants sont des composés qui peuvent empêcher l'oxydation des composés oxydables en éliminant les radicaux libres [15].

Certains antioxydants sont fabriqués par le corps comme les enzymes, d'autres proviennent de l'alimentation qui a une plus grande hétérogénéité comme les vitamines, les minéraux et les métabolites secondaires (les composés phénoliques). D'autres sont à la fois synthétisés en faible quantité par l'organisme et apportés par l'alimentation, c'est le cas de la cystéine et de la coenzyme [16].

*Chapitre 02 : Généralité sur les
huiles essentielles*

Chapitre 2 : Généralité sur les huiles essentielles

1. Définition des huiles essentielles

Une huile essentielle est un liquide riche en substances et molécules provenant du métabolisme végétal, telles que les terpénoïdes et les molécules aromatiques. L'huile essentielle est imperméable à l'eau et renferme les composés aromatiques volatils de la plante. Ces composés aromatiques se distinguent par leur volatilité. Ces composés, qui proviennent du métabolisme secondaire des plantes, ont des caractéristiques physico-chimiques spécifiques et jouent un rôle crucial dans les propriétés pharmacologiques qui leur sont attribuées[17].

2. Historique des huiles essentielles

L'histoire des plantes aromatiques et médicinales est associée à l'évolution des civilisations. Dans toutes les régions du monde, l'histoire des peuples montre que ces plantes ont toujours occupé une place importante en médecine, dans la composition des parfums et dans les préparations culinaires [18]. Les premières traces de production et d'utilisation des huiles essentielles remontent à l'an 3000 avant notre ère. Les matières premières végétales et les produits qui en découlent ont été utilisés par les Égyptiens, puis par les Grecs et les Romains, en particulier les HE. Plusieurs secteurs étaient concernés par ces utilisations : parfumerie, médecine, alimentation, etc. Les fondements de la distillation ont été établis lors de l'étape byzantine de la civilisation. Au cours de l'année mille, le médecin et scientifique persan Avicenne a donné une définition précise du processus d'entraînement à la vapeur. Les principaux centres de production de différents types d'extraits aromatiques sont l'Iran et la Syrie. En 1928, René-Maurice Gattefosse a introduit le concept de l'aromathérapie et a réalisé de nombreuses recherches sur les huiles essentielles [6].

La Chine est l'origine de l'usage des plantes et de leurs essences dans le domaine de la guérison. La première écriture médicinale, le Pen Tsao, remonte au 3^{ème} millénaire avant J.C., relate l'utilisation d'une centaine de plantes comme l'anis, le curcuma, la cannelle et le gingembre. Les Romains, qui avaient une grande affinité pour les parfums, utilisaient les essences aromatiques sous forme de graisse aromatique ou d'huile parfumée. Les plantes

aromatiques qu'ils cultivaient étaient connues pour leurs propriétés antibactériennes et antiseptiques. Au moment de l'épidémie de peste. L'Aromathérapie « contemporaine » est originaire du monde arabe où les chercheurs ont commencé à distiller les plantes à l'aide de la vapeur d'eau. L'alambic est développé par le grand savant Avicenne vers l'an 1000. C'est seulement au XIIIe siècle que l'aromathérapie fait son apparition en Europe. Après les croisades. Le XIVE siècle voit l'apparition des appareils distillatoires dans les laboratoires médicaux et alchimiques. Cependant, tous ces distillats étaient très alcoolisés et on ne connaissait encore pas les huiles essentielles.

3. Localisation des huiles essentielles dans la plante

Les HE sont des sécrétions naturelles élaborées par le végétal et contenues dans les cellules ou parties de la plante comme celles des fleurs (rose), sommités fleuries (lavande), feuilles (citronnelle), écorces (cannelier), racines (iris), fruits (vanillier), bulbes (ail), rhizomes (gingembre) ou graines (muscade). Pour certaines HE comme celles de lavande ou de sauge, c'est la plante entière qui est utilisée [19].

Seules les parties sécrétrices ou les plus concentrées de la plante sont récoltées à la période de rendement optimum : avant la floraison (menthes), pendant (lavandes) et après celle-ci (plantes à graines) ou encore après la rosée du matin (fleurs fragiles) [20].

4. La composition chimique des huiles essentielles

4.1. Les terpènes

Les terpènes constituent une famille de composés largement répandus dans le règne végétal. Leur particularité structurale la plus importante est la présence dans leur squelette d'une unité isoprénique à 5 atomes de carbone (C_5H_8). Ces groupes est subdivisé selon le nombre d'entités isoprènes en deux sous-groupes principales représentent la majorité des composés terpéniques : mono-terpènes formés de deux isoprènes ($C_{10}H_{16}$) ; et sesquiterpènes, formés de trois isoprènes ($C_{15}H_{24}$). Seuls les terpènes dont la masse moléculaire est relativement faible (mono- et sesquiterpènes) sont rencontrés dans les huiles essentielles [21] et leur confère un caractère volatil et est à la base de leurs propriétés olfactives [19].

4.1.1. Les monoterpènes

Ce sont des produits généralement odorants obtenus par entraînement à la vapeur d'eau des végétaux entiers ou d'organes de végétaux. Beaucoup de monoterpènes réguliers se

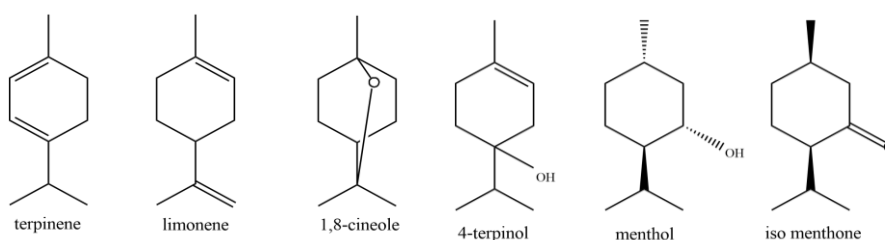


Figure 2 : Des exemples de monoterpènes

trouvent sous formes cyclisées (Figure2).

Les structures connues peuvent être acycliques (Figure 3) ou cycliques (Figure 4).

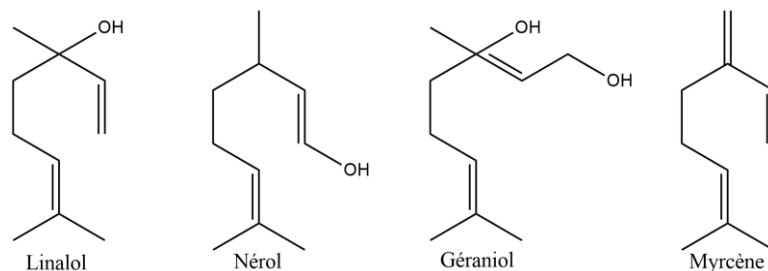


Figure 3 : les monoterpènes acycliques

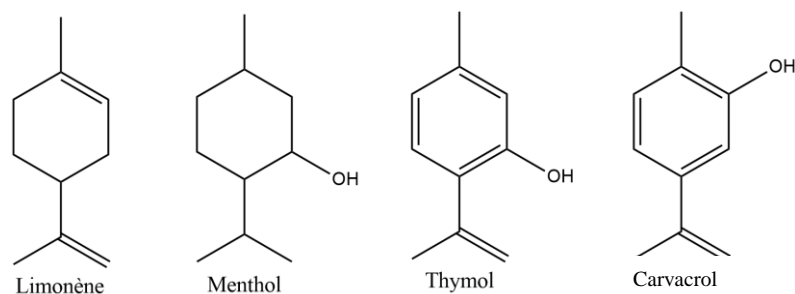


Figure 4 : les monoterpènes cycliques

Ce sont les composés les plus abondants dans les HE, ils sont responsables de la saveur caractéristique et de l'arôme que possède la plante. Ils sont les simples constituants des

terpènes et comportent deux unités isoprènes (C_5H_8). Ils peuvent être acycliques, monocycliques, ou bicycliques[22].

4.1.2. Les sesquiterpènes

Ce sont des hydrocarbures de formule $C_{15}H_{24}$ ($n=3$), soit une fois et demie (sesqui) la molécule des terpènes vrais (en $C_{10}H_{16}$) (Figure 5).

- Composés acycliques : on peut citer le farnésène et le farnésol (alcool correspondant du farnésène, essence de Tilleul, baumes du Pérou).
- Composés monocycliques : Le zingibérène (du Gingembre) et L'humulène (du Houblon)
- Composés bicycliques : Le cadinène (du goudron de Cade : Genévrier du midi) [23].

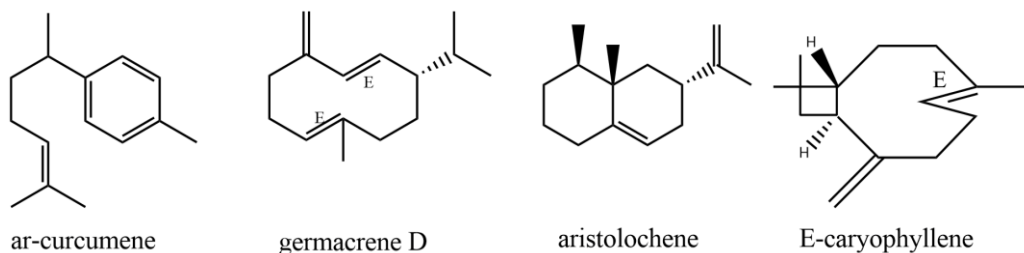


Figure 5 : exemples de sesquiterpènes

4.1.3. Les diterpènes :

Les diterpènes sont constitués de quatre unités d'isoprène (Figure 6). Cette molécule est trop lourde pour permettre l'évaporation avec de la vapeur dans le processus de distillation, elle est donc rarement trouvée dans les huiles essentielles distillées. Les diterpènes sont présents dans toutes les familles de plantes et consistent en des composés ayant un squelette C_{20} [2].

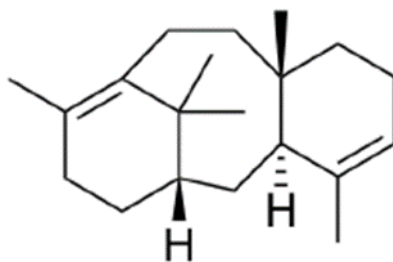


Figure 6 : le diterpène [2]

4.2. Composés aromatiques

4.2.1. Les phénols

Ce sont des composés chimiques aromatiques avec une fonction hydroxyle. Les phénols sont les molécules aromatiques avec le plus grand coefficient antibactérien et le plus large spectre (Figure 7).

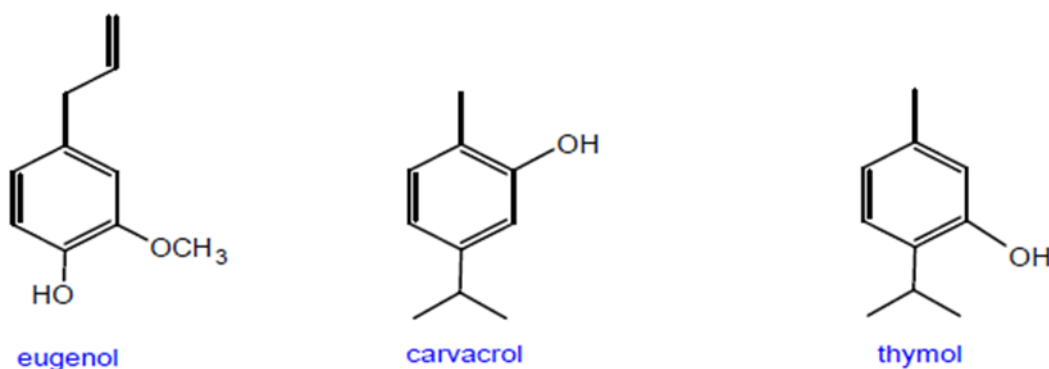


Figure 7 : Structure chimique de quelques composés aromatiques des huiles essentielles [24]

4.2.2. Les aldéhydes aromatiques

Les aldéhydes sont obtenus par déshydrogénation des alcools primaires. Ils portent le suffixe -al. On distingue deux types d'aldéhydes : Les aldéhydes terpéniques et aromatiques [24] (Figure 8).

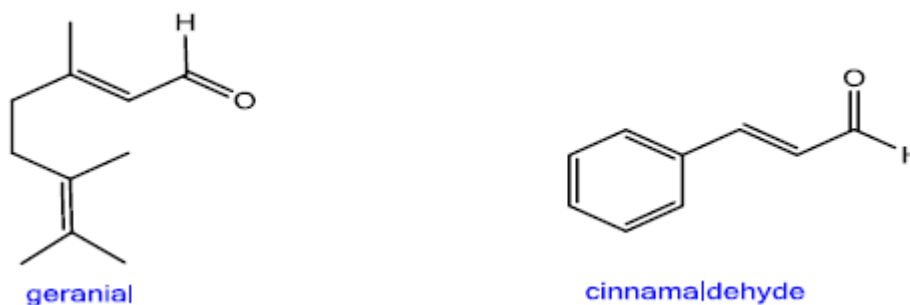


Figure 8 : Structure d'un aldéhyde terpénique (géranial) et d'un aldéhyde aromatique (cinnamaldéhyde) [24]

4.2.3. Composés d'origine divers

Ce sont des produits résultant de la transformation de molécules non volatiles entraînés par la vapeur d'eau. Il s'agit de composés issus de la dégradation d'acides gras, de terpènes. D'autres composés azotés ou soufrés peuvent subsister mais sont rares [19].

5. Les propriétés thérapeutiques des huiles essentielles

5.1. Propriétés anti-infectieuses

Plusieurs huiles essentielles sont actives contre les bactéries, les virus, les infections fongiques et les parasites. Elles renferment des composés tels que du cinnamaldéhyde, des phénols, des monoterpénols, des oxydes, ainsi que des aldéhydes terpéniques et des monoterpènes [25].

5.2. Propriétés bronchopulmonaires

Certaines huiles essentielles ont un véritable tropisme pour la sphère bronchopulmonaire. Certaines sont antitussives, d'autres mucolytiques et expectorantes ou anti-catarrhales. Elles contiennent des terpènes, des cétones ou encore des oxydes, plus particulièrement du 1,8-cinéole [25].

5.3. Propriétés digestives

Les huiles essentielles facilitant la digestion sont celles contenant des éthers. Mais certains contenant des cétones vont agir sur le foie et la vésicule biliaire pour faciliter sa

production et son élimination. Des huiles essentielles carminatives vont empêcher la formation de gaz comme celles d'anis vert, de fenouil, de giroflier ou encore de cardamome et de laurier noble [25].

5.4. Propriétés cardio-vasculaires

Elles sont hypertensives comme l'HE de menthe poivrée, de sarriette des montagnes ou de carotte. Elles peuvent être hypotensives comme celles contenant des esters, des aldéhydes terpéniques ou des coumarines. Elles peuvent être décongestionnantes veino-lymphatiques comme celles contenant des sesquiterpènes mais aussi anticoagulantes, comme l'HE d'hélichryse italienne, ou hémostatiques comme celles de ciste ladanifère et de géranium rosat [25].

5.5. Propriétés anti-inflammatoires

Les huiles essentielles contenant des aldéhydes terpéniques, des esters et des sesquiterpènes possèdent ces activités thérapeutiques. Logiquement elles diminueront la douleur due à l'inflammation sans pour autant avoir une activité antalgique avérée [25].

5.6. Propriétés neuromusculaires

Certaines huiles essentielles sont antispasmodiques en agissant sur les fibres musculaires lisses comme les HE d'estragon ou de basilic exotique contenant de l'estragol ou encore celles contenant des esters. D'autres seront myorelaxantes comme toutes celles contenant du camphre, une cétone contenue dans les HE de romarin à camphre ou de lavande aspic [25].

5.7. Propriétés antalgiques

Les esters, les éthers, et certains monoterpénols sont d'excellents antalgiques. Les HE de camomille romaine, de gaulthérie couchée, de giroflier, d'ylang-ylang, de lavande officinale et de laurier noble diminuent de manière significative la douleur [25].

5.8. Propriétés neurotropes

Certaines HE sont calmantes, anxiolytiques. Elles contiennent des aldéhydes terpéniques et, notamment, des esters comme celles de lavande officinale, de marjolaine des jardins,

d'ylang-ylang ou encore de camomille romaine. Les HE contenant des éthers sont équilibrants au niveau du système nerveux central. Tandis que les huiles essentielles contenant des phénols, des monoterpénols, des aldéhydes aromatiques ou encore des monoterpènes sont de grandes toniques [25].

6. Facteurs influençant la composition chimique des HES

6.1. Facteurs intrinsèques

6.1.1. Chémotypes Génétique

Le premier paramètre influençant la composition chimique d'une plante est sa biosynthèse et donc son profil génétique. C'est la raison pour laquelle, une même espèce peut présenter plusieurs chémotypes de profils chimiques différents (polymorphisme chimique). Les chémotypes ou races chimiques sont très fréquents chez les plantes aromatiques, on compte pour le *Thymus vulgaris*, espèce morphologiquement homogène, environ sept chémotypes différents [19].

6.1.2. Selon l'organe

Le potentiel et la composition de l'huile essentielle dépend de l'organe. Par exemple: les parties fleuries de la sauge, ont une huile essentielle plus riche en certains terpènes que les feuilles [19].

6.1.3. Au cours du cycle végétatif

Les études portant sur la variation de la composition chimique des huiles en fonction du cycle circadien et des saisons, sont nombreuses, l'heure de la récolte du matériel végétal ainsi que le moment dans l'année sont en effet des facteurs importants [19].

6.2. Facteurs extrinsèques

Il existe beaucoup de facteurs externes pouvant influencer la composition chimique de l'huile essentielle. La température, le taux d'humidité, la durée d'ensoleillement, la pluviométrie, les conditions édaphiques (composition du sol), ainsi que la technique d'extraction, représentent autant de causes potentielles de variations de la composition chimique de l'huile essentielle [21].

Selon Fluck, 1963. Les facteurs écologiques prépondérants sont le climat et le sol. Chez la *Mentha piperita* par exemple, les nuits froides favorisent la formation de menthol alors que les nuits tempérées favorisent celle du menthofuranne. Les Citrus ont une teneur plus importante en huile essentielle lorsque la température est élevée. [21] Les fleurs de

Chrysanthemum coronarium sont plus riches en huile essentielle sous l'effet de fertilisants [19].

7. Principaux domaines d'application

7.1. Pharmacie

Les essences issues des plantes sont utilisées en grande partie dans la préparation d'infusion (menthe, verveine, thym...) et sous la forme de préparations galéniques. Plus de 40% de médicaments sont à base de composants actifs de plantes, par exemple gastralgine est un digestif antiacide qui se compose d'huile essentielle de carvi. De même, elles permettent par leurs propriétés aromatisants de masquer l'odeur désagréable de médicaments absorbés par voie orale. Aussi beaucoup de médicaments vendus en pharmacie sont à base des huiles essentielles comme par exemple les collyres (goute), les crèmes,... [26].

7.2. Parfumerie

Les d'huile essentielle sont recherchées dans l'industrie des parfums et des cosmétiques en raison de leurs propriétés odoriférantes. L'industrie de la parfumerie consomme d'importants tonnages d'essences (60%) en particulier celles de rose, de jasmin, de violette, de verveine...Les d'huile essentielle sont aussi consommées en cosmétologie pour parfumer les produits cosmétiques : les dentifrices, les shampoings, les crèmes solaires, les rouges à lèvres, les savons, etc.... [27].

7.3. Alimentation

En vertu de leurs propriétés antiseptiques et aromatisants, les huiles essentielles sont employées quotidiennement dans les préparations culinaires (ail, laurier, thym...). Elles sont également très prisées en boissons anisées et en confiserie (bonbons, chocolat...). Leur pouvoir antioxydant leur permet de conserver les aliments en évitant les moisissures, conservation par exemple par le thym et le romarin [19].

8. Toxicité des huiles essentielles selon la voie d'administration

8.1. La voie orale (en gélule)

Par voie orale, un surdosage ou une fragilité particulière des voies digestives pourra amener des gastralgies, plus ou moins importantes qui s'amélioreront avec la prise d'huile végétale en quantité importante.

A des doses subtoxiques par voie orale, le risque vital peut être en jeu (hémorragie digestive, atteinte hépatique ou altération du système nerveux)

Les huiles essentielles sont des concentrés des principes actifs des plantes et deux règles de prudence s'imposent : ne pas les avaler si on ne les connaît pas, et les utiliser diluées dans un peu d'huile végétale.

8.2. La voie cutanée

Cette voie d'utilisation expose aux risques d'irritation, et de brûlure encore appelée dermocausticité, ou bien aussi d'allergie.

Les huiles dermocaustiques ne s'utilisent que mises en gélule, donc par voie orale, et les huiles essentielles irritantes doivent systématiquement être diluées dans une huile végétale avant toute utilisation.

Le pourcentage de dilution dépend de l'HE et de la sensibilité individuelle: diluées à 20% toutes les huiles essentielles sont en général bien tolérées.

8.3. La voie respiratoire

Cette voie d'utilisation expose au risque de brûlure des muqueuses ainsi qu'au risque neurotoxique [28].

*Chapitre 3 : Méthodes d'extraction
des huiles essentielles*

Chapitre 3 : Méthodes d'extraction des huiles essentielles

1. Procédés d'extraction des huiles essentielles

Pour obtenir l'HE il y a plusieurs méthodes d'extraction sont les suivants :

1.1. Extraction par Hydrodistillation

L'hydrodistillation est un procédé très ancien. il repose sur le fait que la plupart des matières odorantes peuvent être entraînées à la vapeur d'eau. L'appareil utilisé est un alambic, où la matière végétale est mélangée à l'eau. L'ensemble est porté à ébullition [29].

Sous l'action de la chaleur, les cellules des végétaux éclatent et libèrent des composés organiques odorants et volatils. La vapeur d'eau formée entraîne les composés organiques à l'état gazeux vers le col de cygne de l'alambic puis s'acheminent par un serpentin refroidi dans un circuit d'eau (Figure 9).

A partir La condensation de ce mélange gazeux, permet de récupérer un condensat liquide. Ce condensat est constitué de deux phases non miscibles :

- **Une phase organique huileuse et très odorante**, appelée "**huile essentielle**", contenant la majorité des composés odorants.
- **Une phase aqueuse, odorante**, appelée "**eau aromatique**" ou "**hydrolat**", qui n'en contient que très peu.

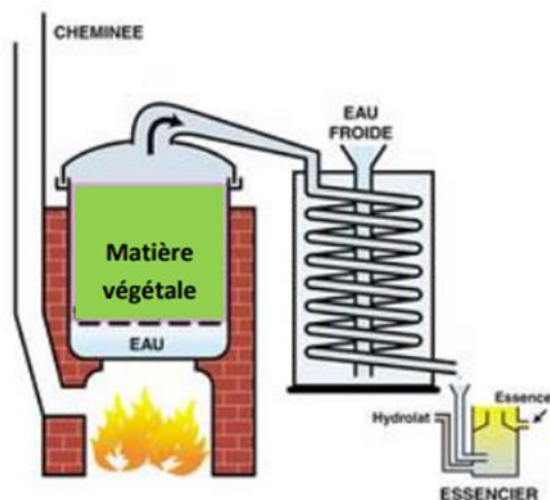


Figure 9 : Alambic d'hydrodistillation. [29]

A cause de différence de densité, La séparation entre eau et huile essentielle se fait facile, ce qui permet de récupérer facilement l'huile essentielle.

1.2. Extraction par entraînement à la vapeur d'eau

La distillation par vapeur d'eau est le procédé le plus anciennement utilisé et le mieux adapté pour extraire l'huile essentielle des végétaux (Figure 10). Ils ne sont pas plongés directement dans l'eau bouillante car cela risquerait d'altérer les différents composants. La vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au-dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange « eau + huile essentielle ». Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique : l'huile essentielle. L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile [20].

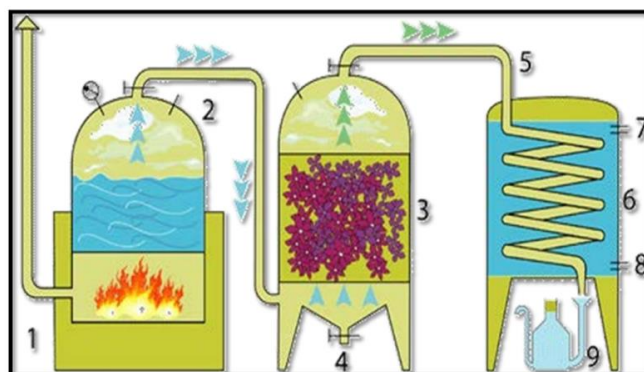


Figure 10 : Distillation à la vapeur d'eau [en ligne] .

- a) Foyer
- b) Chaudière
- c) Vase à fleur
- d) Vidange de condensation
- e) Col de cygne
- f) Réfrigérant
- g) Sortie d'eau chaude
- h) Entré d'eau froid
- i) Essencier servant à la décantation de l'essence et l'hydrolat

1.3. Expression à froid

L'extraction à froid est une technique qui a pris naissance en Sicile, avant d'être utilisée par tous les pays producteurs d'agrumes. Elle se faisait autrefois manuellement par un procédé dit (à l'éponge). Le procédé consiste dans ce cas à frotter les écorces contre un système d'éponges naturelles fixées sur une bassine en terre cuite. La pression était accompagnée par un mouvement de rotation de la main. Le mélange exprimé était recueilli par essorage des éponges. Finalement, par simple décantation, l'huile essentielle est séparée de la phase aqueuse qui contient aussi des débris produits par la laceration des tissus de l'écorce toutefois, même cette méthode est aujourd'hui en partie considérée comme archaïque (Figure 11) [20].

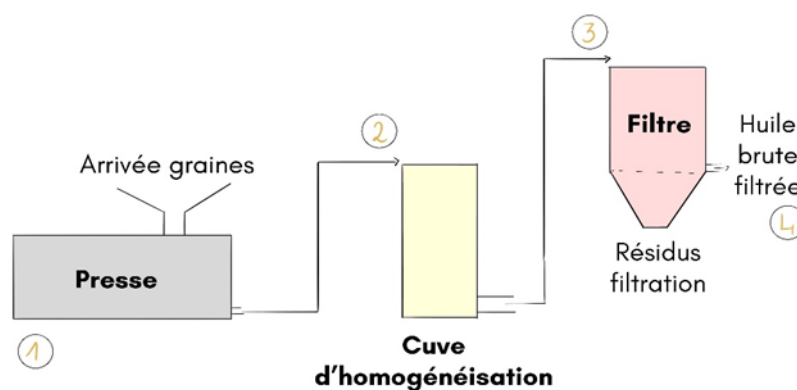


Figure 11 : schéma d'extraction des HE par expression à froid[en ligne]

1.4. Extraction par solvant organique

La technique d'extraction « classique » par solvant, consiste à placer dans un extracteur un solvant volatil et la matière végétale à traiter. Grâce à des lavages successifs, le solvant va se charger en molécules aromatiques, avant d'être envoyé au concentrateur pour être distillé à pression atmosphérique. Les solvants les plus utilisés à l'heure actuelle sont l'hexane, le cyclohexane, l'éthanol, le méthanol, le dichlorométhane et l'acétone [20].

1.5. Extraction assistée par micro-ondes

Le procédé consiste à irradier par micro-ondes de la matière végétale broyée en présence d'un solvant absorbant fortement les micro-ondes (le méthanol) pour l'extraction de composés polaires ou bien en présence d'un solvant n'absorbant pas les microondes (hexane) pour l'extraction de composés apolaires. L'ensemble est chauffé sans jamais atteindre l'ébullition durant de courtes périodes entrecoupées par des étapes de refroidissement (Figure 12) [20].

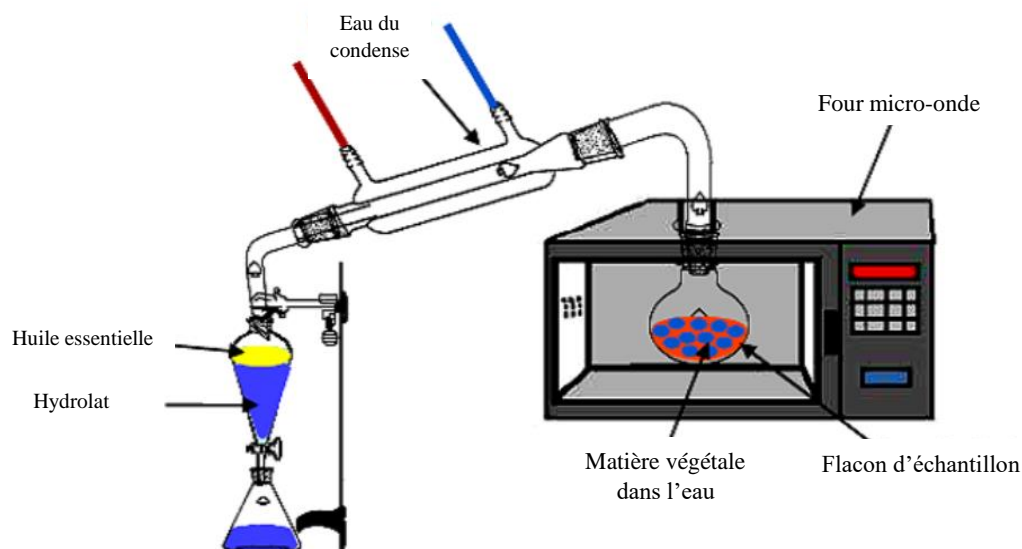


Figure 12 :: schéma d'extraction par micro-ondes [en ligne]

1.6. Extraction par fluide à l'état supercritique

La technique est fondée sur la solubilité des constituants dans le dioxyde de carbone à l'état supercritique. Grâce à cette propriété, le dioxyde de carbone permet l'extraction dans le domaine liquide (supercritique) et la séparation dans le domaine gazeux. Le dioxyde de carbone est liquéfié par refroidissement et comprimé à la pression d'extraction choisie. Il est ensuite injecté dans l'extracteur contenant le matériel végétal, puis le liquide se détend pour se convertir à l'état gazeux pour être conduit vers un séparateur où il sera séparé en extrait et en solvant [20].

Chapitre 4 : Matériels et méthodes

Chapitre 4 : Matériels et méthodes

1. Matériel végétal

La plante utilisée dans cette étude est le romarin, je collecte la plante pendant le mois de mars 2024, dans la région de Bordj Bou Arreridj.

1.1. Présentation de la zone de récolte

a. Position géographique de la wilaya de Bordj Bou Arreridj

La wilaya de Bordj Bou Arreridj se trouve dans les hauts plateaux de l'Est Algérien (Figure 13), elle s'étend sur une superficie de 3 920,42 Km², limitée :

- Au Nord par la de Wilaya Bejaia ;
- A l'Ouest par la Wilaya de Bouira ;
- Au Sud par la Wilaya de M'sila ;
- Et à l'Est par la Wilaya de Sétif.

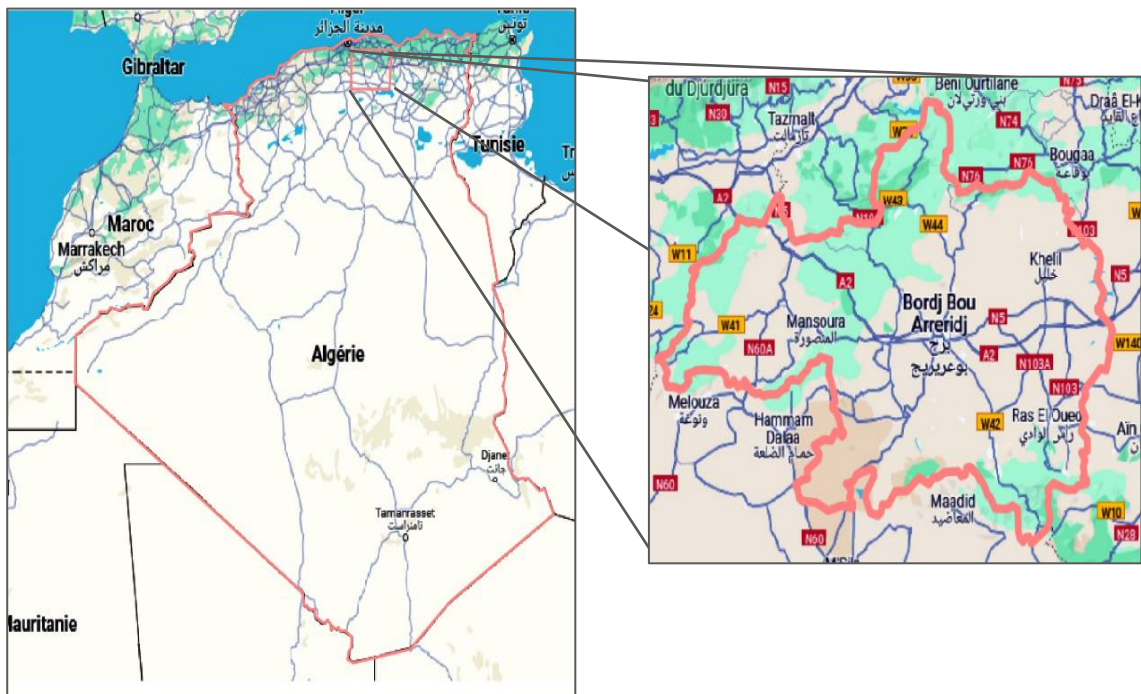


Figure 13 :: localisation de la Wilaya de Bordj Bou Arreridj

Les coordonnées de la wilaya de Bordj Bou Arreridj sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 2 : les coordonnées de la Wilaya de Bordj Bou Arreridj.

Latitude :	Longitude :	L'altitude par rapport au niveau de la mer :
36°04'23" Nord	4°45'39" Est	906

b. Climat de la wilaya de Bordj Bou Arreridj

De type continental, le climat de la wilaya de Bordj Bou Arreridj est semi-aride, aux hivers froids et aux étés secs et chauds. Cependant, il existe des contrastes pluviométriques liés à l'altitude entre les différentes régions de la wilaya. C'est au niveau des zones montagneuses que sont enregistrées les plus importantes précipitations (700 à 1 000 mm). Par ailleurs, la pluviométrie est comprise entre 300 et 600 mm.

1.2. Séchage de la matière végétale

Sur un drap on a met les feuilles de romarin pour les sécher (Figure 13) dans des conditions ; ou il n'y a pas de courant d'air et à l'ombre pendant 8jours.



Figure 14 : les feuilles de romarin à sécher

2. Hydrodistillation

2.1. Appareillages et verreries

- Balance
- Bécher
- Ballon de 1L
- Éprouvette graduée
- Système de Clévenger
- Tubes à essai

2.2. Description du montage

Le dispositif expérimental utilisé est de type Clevenger (Figure 14). Il se compose d'un ballon de un litre de capacité et une colonne de condensation à laquelle est adapté un réfrigérant. Le système est équipé d'une colonne de décantation qui permet de mesurer directement la quantité d'huile essentielle extraite. Ce dispositif est chauffé en utilisant un chauffe ballon équipé d'un régulateur de puissance.



Figure 15 : le système de Clévenger

2.3. Rendement en huile essentielle

Le rendement en huile essentielle est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile essentielle obtenue après l'extraction (m_{HE}) et la masse de la matière végétale sèche utilisée (m_{MV}). Il est calculé par l'équation suivante :

$$\text{Rendement (\%)} = \frac{m_{HE}}{m_{MV}} * 100$$

2.4. Détermination des paramètres d'extractions des huiles essentielles de Romarin

2.4.1. Détermination de la durée de l'extraction

- installer le système de Clévenger sur le support.
- peser 40 g de la matière végétale (MV).
- Mettre la MV dans le ballon et ajouter de l'eau de telle façon d'avoir un rapport de la masse de la MV et d'eau de 1/10 (les masses en g).
- Faire circuler l'eau froide dans le réfrigérant ;
- Porter le mélange à l'ébullition avec un débit de 0.518 ml/min pendant 90 min.
- Ouvrir le robinet pour récupérer l'HE de romarin et l'hydrolat.
- Séparer l'HE de l'hydrolat à l'aide d'une pipette Pasteur,
- Peser la masse de HE obtenue et calculer le rendement ;
- Répéter les mêmes étapes avec les durées 120 et 180min.

2.4.2. Détermination de débit de condensation

- Répéter les mêmes étapes utilisées pour la détermination de temps d'extraction ;
- Le temps d'extraction est fixé en se basant sur l'analyse de temps d'extraction,
- Le rapport de masse est fixé à 1/10 ;
- On varie le débit de condensation en réglant les puissances de chauffage. Les débits (Q) utilisés sont les suivants :
 - $Q_1 = 0.057$ ml/min
 - $Q_2 = 0.124$ ml/min
 - $Q_3 = 0.32$ ml/min
 - $Q_4 = 0.518$ ml/min

2.4.3. Détermination de rapport de masse

- Répéter les mêmes étapes utilisées pour la détermination de temps d'extraction ;
- Le temps d'extraction et le débit de condensation sont fixés en se basant sur l'analyse des paramètres précédents (le temps et le débit),
- L'extraction est réalisée pour les rapports de masse suivants :
 - **1 / 4, 1 / 6, 1 / 8, 1 / 10 et 1 / 12**

3. Analyse de l'huile essentielle par spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse permettant de déterminer les principaux groupements fonctionnels présents dans une molécule organique. Cette analyse a été menée sur un appareil de spectroscopie infrarouge de type IRSpirit, en plaçant une goutte d'huile essentielle directement sur la surface de mesure (Figure 16). L'analyse a été réalisée sur un intervalle de longueur d'onde allant de 400 à 4000 cm^{-1} .



Figure 16 : Spectrophotomètre IRSpirit.

3. Activités antioxydantes de romarin

3.1. Appareillages et verreries

- Bécher
- Balance
- Eprouvette
- Spectrophotomètre UV-Visible
- Tubes à essai
- Support des tubes à essai
- Micropipette

3.2. Réactifs

- Phosphate de potassium
- Méthanol
- Ferricyanure de potassium
- Acide trichloracétique
- Chlorure ferrique
- DPPH

3.3. Protocole expérimentale

3.3.1. Test de Pouvoir réducteur (FRAP : Ferric reducing antioxidant power)

❖ Principe

Le pouvoir réducteur d'un extrait est associé à son pouvoir antioxydant. Cette technique a été développée pour mesurer la capacité des extraits testés à réduire le fer ferrique (Fe^{3+}) présent dans le complexe $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ en fer ferreux (Fe^{2+}) (Figure 17). Une augmentation de l'absorbance correspond à une augmentation du pouvoir réducteur des extraits testés. Le pouvoir réducteur a été décrit par **Oyaizu (1986)**.

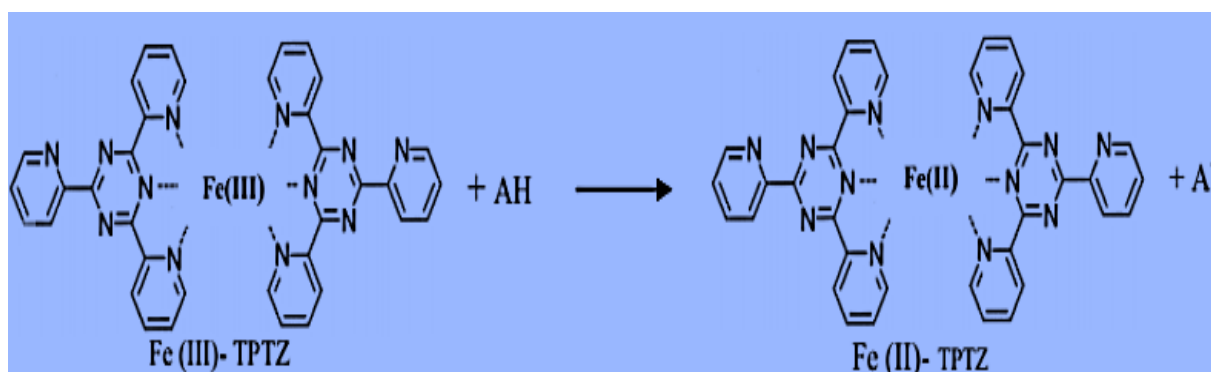


Figure 17 : Mécanisme réactionnel intervenant lors du test FRAP entre le complexe tripyridyltrizine ferrique Fe (III)-et un antioxydant (AH).

❖ Préparation des solutions

- Tampon phosphate à 0.2 M, PH 6.6 composé de HK_2PO_4 et de KH_2PO_4
- Ferricyanure de potassium $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ à 1% : 1g dans 100 ml d'eau distillé
- Acide trichloracétique TAC à 10% : 10 g dans 100 ml d'eau distillé.
- Chlorure ferrique FeCl_3 à 0.1% : 0.1 g dans 100 ml d'eau distillé,
- Gamme de 6 concentrations d'HE.

❖ Mode opératoire

- Mélanger les solutions suivantes :
 - 1.25 ml de la solution de l'HE
 - 1.25 ml de tampon phosphate (0,2 M ; pH 6.6),
 - 1.25 ml de $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ à 1 %,
- La solution obtenue est agitée et incubée pendant 20 min à 50°C dans un bain-marie,

- A la fin de l'incubation ajouter immédiatement à la solution 1.25 ml de TCA à 10 %,
- Ensuite la solution est centrifugée pendant 10min (3000 tours),
- Prendre 1.25 ml de surnageant ;
- Ajouter 1.25 ml d'eau distillée et 0.5ml FeCl₃ (0.1%) au surnageant, ensuite faire la lecture de son absorbance à 700 nm,
- Pour le blanc, l'extrait est remplacé par du méthanol,
- On suit les même étapes pour les différentes concentrations de l'HE ;

3.3.2. Test de piégeage du radical DPPH

❖ Principe

L'inhibition du radical libre 2,2-diphényl-2-picryl-hydrazyle (DPPH.) est effectuée selon la méthode développée par **Blois en 1958**. Cette méthode permet de mesurer le pouvoir piégeur et de calculer la concentration inhibitrice médiane IC₅₀ des substances antioxydants.

Le DPPH est un radical libre de couleur violette (Forme oxydée), qui devient jaune (Forme Réduite) sous l'effet des substances antioxydants qui lui cède un proton (Figure 18).

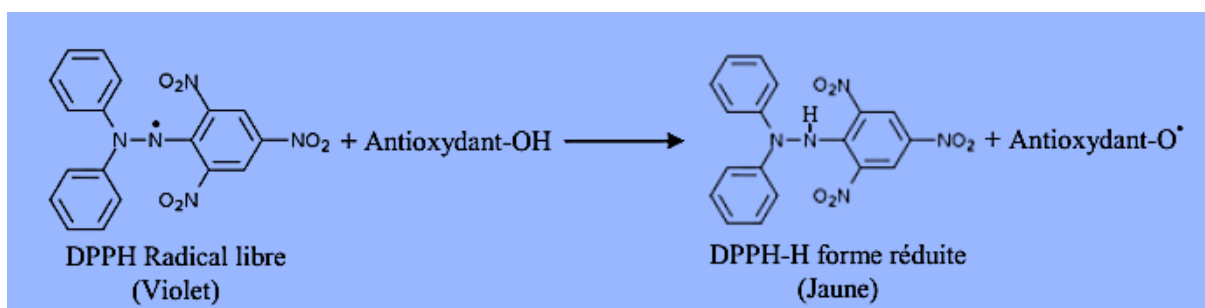


Figure 18 :: Réduction du radical DPPH par un antioxydant

Mode opératoire

- Mélanger les solutions suivantes :
 - 1,5 ml de la solution de l'HE,
 - 0,5 ml de solution DPPH (0,1 mM dans le méthanol),
- Agiter bien la solution obtenue,
- Cette solution est incubée pendant 30 minutes à l'obscurité, ensuite on mesure son absorbance à 517 nm,
- Le blanc du test contient : 1,5 ml d'extrait et 0,5 ml de méthanol,
- Le contrôle contient 1,5 ml de méthanol et 0,5 ml de DPPH,

- Les concentrations en HE testés sont : 0.5, 1, 2, 3, 4, 5.
- Pour chaque concentration, le test est réalisé en triple (pour tous les tests).

❖ **Expression des résultats**

Les résultats sont exprimés en pourcentage d'inhibition et le calcul est effectué selon la formule suivante :

$$\% \text{ d'inhibition du radical DPPH} = \frac{A_c - A_t}{A_c} * 100$$

A_c : Absorbance du contrôle. **A_t** : Absorbance du test - Absorbance du blanc du teste.

Le IC₅₀, représentent la concentration de l'huile essentielle qui neutralise 50% de DPPH, il est calculée à partir du graphe des % inhibition de DPPH en fonction des différentes concentrations en huile essentielle.

Chapitre 5 : Résultats et discussions

Chapitre 5 : Résultats et discussion

1. Etude des paramètres opératoires de l'hydrodistillation

Nous explorons les principaux paramètres qui influencent le rendement de l'extraction d'huile essentielle par hydrodistillation, à savoir le temps, le rapport de masse plante/eau et le débit.

1.1. Détermination la durée de l'extraction

La durée de l'extraction effectue sur le rendement de l'HE obtenue. Théoriquement, le temp de l'extraction est la durée nécessaire pour collecte l'HE totale que l'on trouve dans la MV. Mais pratiquement il est difficile pour récupérer toute la quantité d'HE.

Le tableau 3 et le figure 19 montrent que le rendement d'HE de romarin est stable lors les premières 120 min d'extraction. Cependant, prolonger le temps d'extraction jusqu'à 180 min permet d'augment le rendement. Cela peut indiquer qu'un temps d'extraction plus long est bénéfique pour obtenir une plus grande quantité d'HE de romarin.

Tableau 3: le rendement d'HE obtenu en fonction de temps

La durée de l'extraction (min)	90	120	180
Le rendement (%)	0,6	0,65	0,70

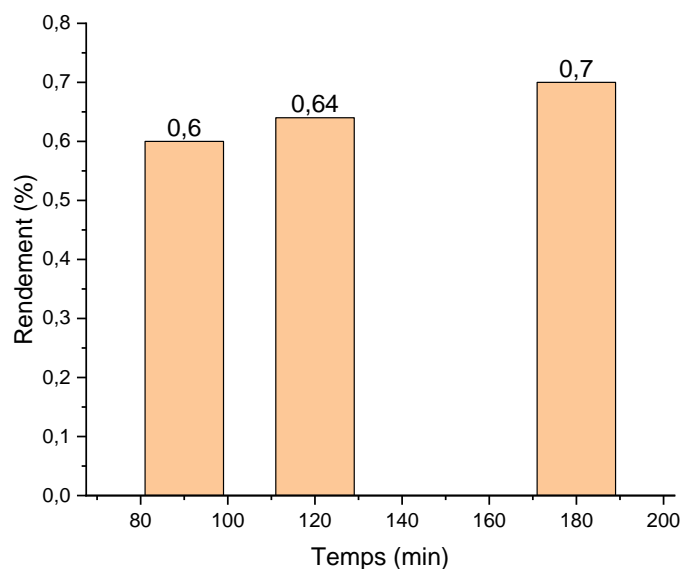


Figure 19 :: le rendement (%) d'HE de romarin en fonction de temps

1.2.Détermination du débit de condensation

Les variations de rendement en huile essentielle, représentées par le tableau 4 et la figure 20, ont révélés que le rendement est augmenté rapidement pour le débit de 0.125ml/min, ensuite une légère évolution pour les autres débits. Pour notre étude, on a choisi 0.32 ml/min comme un débit d'extraction. Le débit est directement proportionnels à la température, plus cette dernière est élevée, plus le débit est grand.

Tableau 4: Le débit et le rendement d'extraction d'HE de romarin en fonction de puissance

Le débit (ml/min)	0,057	0,124	0,32	0,518
Le rendement%	0,50%	0,57%	0,59%	0,60%

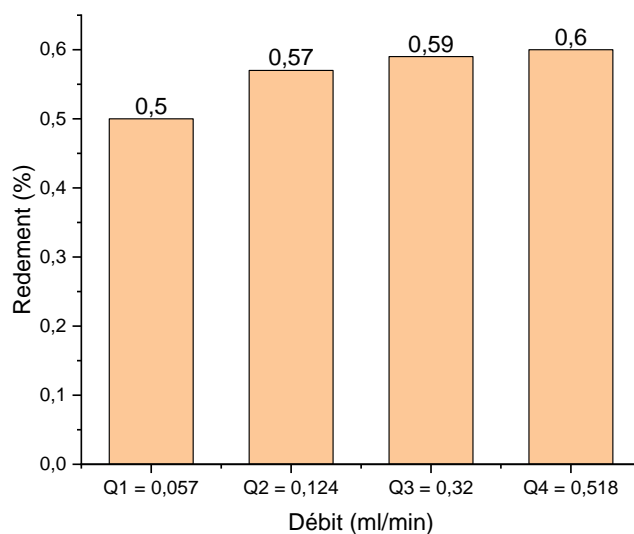


Figure 20 :: Le rendement d'HE en fonction de débit de condensation

1.3.Détermination de rapport de masse

Le tableau 5 et la figure 21 montrent la relation entre le volume de solvant (l'eau) et le pourcentage de rendement d'extraction pour un poids fixe de romarin.

Tableau 5: Résultats de rendement en fonction du rapport de masse

<i>Le Rapport de masse</i>	$\frac{1}{4}$	$\frac{1}{6}$	$\frac{1}{8}$	$\frac{1}{10}$	$\frac{1}{12}$
<i>La masse de MV(g)</i>	40	40	40	40	40
<i>Le volume d'eau(ml)</i>	160	240	320	400	480
<i>Le rendement d'HE (%)</i>	0,55%	0,57%	0,6%	0,65%	0,75%

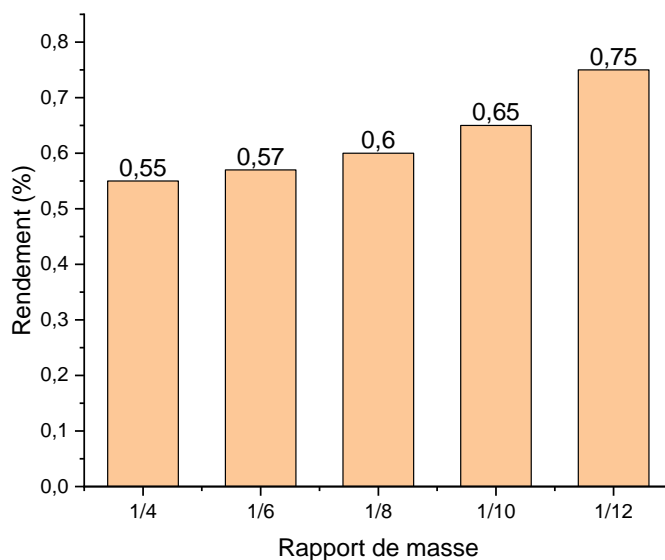


Figure 21 : le rendement d'HE en fonction en fonction de rapport de masse

Les résultats obtenus montrent une augmentation de rendement en fur à mesure que le rapport de masse augmente. Un rapport de masse de 1/12 a donné le rendement le plus max. On a choisi 1/12 comme un rapport de masse pour réaliser l'extraction.

Le maximum rendement obtenu est de 0,75 %. Ce dernier taux est proche de celui cité par **Atik Bekkara et al (2007)** (0,8%) [3]. Le rendement en huile essentielle dépend des conditions opératoire mais il y a d'autres facteurs qui rentrent en jeu, parmi eux on cite la nature du sol, la période de la récolte, la durée de séchage, le mode d'extraction [31].

2. Caractéristiques organoleptiques d'huile essentielle de Romarin

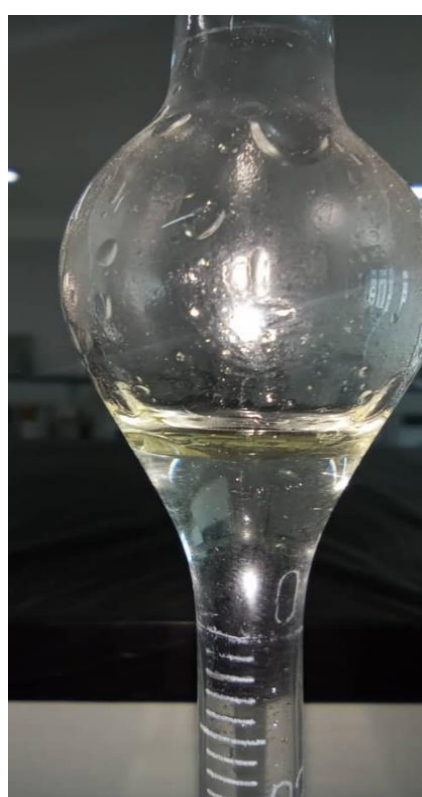
Dans le tableau 6, les paramètres organoleptiques de notre huile essentielle (aspect, couleur et odeur) sont comparés aux celles spécifiées par la norme AFNOR ISO 3140.

Tableau 6: Propriétés organoleptiques d'huiles essentielles de Romarin

	Notre huile	AFNOR ISO 3140
Aspect	Liquide limpide, fluide et mobile	Liquide limpide, fluide et mobile
Couleur	Jaune très pâle à transparent	Jaune très pâle à transparent
Odeur	Fraîche et épicée	Fraîche et épicée



(a) L'huile essentielle obtenue de romarin



(b) L'huile essentielle de romarin et l'hydrolat

Figure 22 : Résultat de l'extraction des HE de romarin.

D'après les résultats obtenus (Tableau 6, Figure 22), on remarque que l'HE obtenue par hydrodistillation a une couleur jaune très pâle à transparente et une odeur fraîche et épicée. Ces résultats sont conformes aux résultats obtenus par **Sadok hanna [32]** et aux normes

d'AFNOR. Cette variation de couleur et d'odeur dépend de la composition chimique de la plante.

3. Analyse infrarouge

La spectroscopie infrarouge (IR) est dans son principe identique à la spectroscopie UV-visible. Les ondes électromagnétiques interagissent avec les liaisons de la molécule.

La spectroscopie IR permet de repérer la présence de certaines liaisons et d'en déduire les groupes caractéristiques présents dans la molécule.

Le spectre IR de l'huile essentielle est représenté dans la figure suivante :

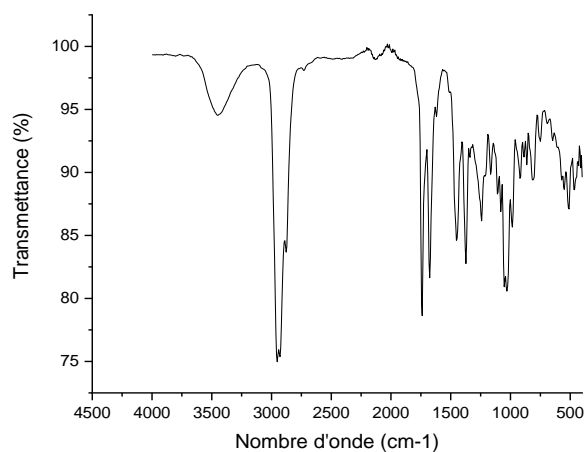


Figure 23 : spectre infrarouge de l'HE de romarin.

L'observation générale de ce spectre permet de remarquer la présence d'un nombre relativement important de bandes d'absorption, révélant une structure d'un produit assez complexe. Les résultats sont représentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 7: Types de liaisons et leurs nombres d'onde dans le spectre IR.

Type de liaison	Nombre d'onde (cm ⁻¹)
C=O ester	1733
C _{tét} -H	2929
O-H	3443

4. Activités antioxydant de Rosmarinus officinalis

4.1. Pouvoir réducteur (FRAP : Ferric reducing antioxidant power)

L'activité réductrice des huiles essentielles consiste à déterminer la capacité des HE à piéger des électrons.

Le tableau 8 et la figure 24 illustre les résultats de pouvoir réducteur de l'HE. D'après ces résultats on a constaté que la capacité de réduction est proportionnelle à l'augmentation de la concentration des dilutions. D'où, l'HE de romarin présente un pouvoir antioxydant.

Tableau 8: l'absorbance de l'HE de Romarin

Concentration ($\mu\text{g/ml}$)	$C_1=10$	$C_2=20$	$C_3=40$	$C_4=60$	$C_5=80$	$C_6=100$
Abs_1	0,135	0,148	0,150	0,161	0,174	0,172
Abs_2	0,137	0,149	0,154	0,169	0,171	0,175
Abs_3	0,133	0,149	0,156	0,167	0,170	0,176
Abs_{moy}	0,135	0,148	0,153	0,165	0,171	0,174

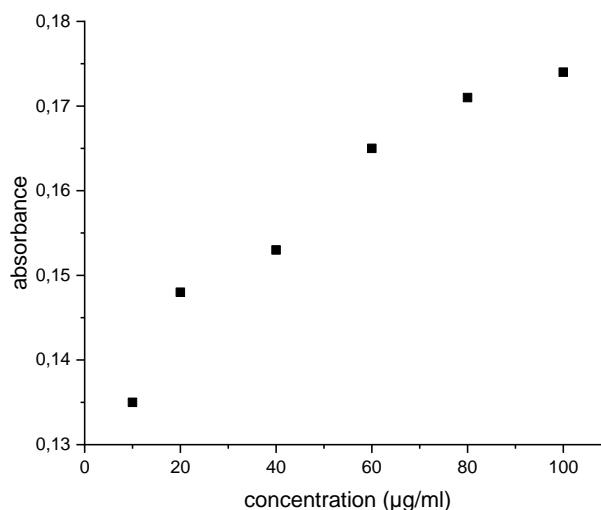


Figure 24 : l'absorbance des l'HE de romarin en fonction de leurs concentrations.

4.2. Test de piégeage du radical DPPH

La mesure des absorbances du radical DPPH en présence de l'HE ont permis de déterminer le pourcentage d'inhibition de chaque dilution (tableau 9 et figure 25).

Tableau 9: Le pourcentage d'inhibition d'HE de romarin en fonction de leur concentrations

Concentrations (µg/ml)	Absorbances				
	Teste sans blanc (A_{ti})	Blanc (A_b)	Contrôle (A_c)	Teste (A_t , $A_t = A_{ti} - A_b$)	% d'inhibition
0.5	0,185	0,088	0,175	0,097	44,65
1	0,176	0,088	0,175	0,088	49,76
2	0,154	0,087	0,175	0,067	61,61
3	0,147	0,086	0,175	0,060	65,35
5	0,131	0,085	0,175	0,045	73,89

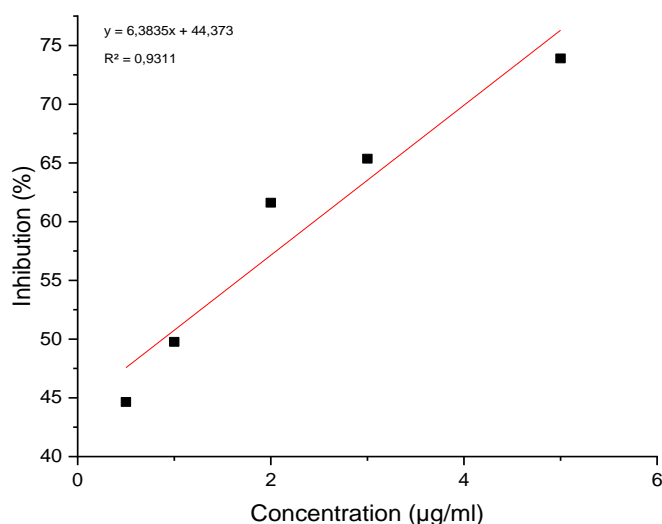


Figure 25 : l'inhibition en fonction de la concentration d'HE

Il est apparu que le pourcentage de piégeage du radical DPPH augmente avec l'augmentation de la concentration des HE qui confirme que notre HE possède un pouvoir réducteur.

L'IC50 exprime la quantité d'antioxydant requise pour diminuer la concentration de radicaux libres de 50%. La capacité antioxydante d'un composé est inversement proportionnelle à l'IC50. Plus l'activité antioxydante est grande, plus la valeur d'IC50 est grande.

Nos résultats ont révélé que l'IC₅₀ de notre huile est de 0,88 µg/ml. Il est apparu que cette valeur a été inférieure à celle de trouver par **Soufit et al** (IC₅₀=17,87ug/ml) pour les extraits méthanolique du romarin [11]

Conclusion générale

Conclusion générale

Les anciennes civilisations ont utilisé les HE depuis l'antiquité pour traiter les pathologies courantes. De nos jours, les huiles essentielles jouent un rôle crucial en tant que principes actifs en raison de leurs nombreuses et variées applications thérapeutiques et de leurs composants.

Cette étude concerne l'extraction d'huile essentielle de l'espèce Algérienne végétale *Rosmarinus officinalis* L par hydrodistillation qui présente la particularité d'être à la fois simple, peu couteuse et facile à mettre en œuvre pour une meilleure compréhension des conditions fondamentales nécessaires pour réaliser ce processus. Ce travail s'est fixé comme objectif principale l'effet des paramètres opératoires, tels que, la durée d'extraction, le débit de condensation et le rapport de masse sur le rendement d'extraction d'huile d'hydrodistillation.

L'optimisation des conditions opératoires (la durée de l'extraction, débit de condensation, et le rapport de mase) d'extraction a permis de mettre en évidence les résultats suivants : Un maximum de rendement de 0,75 % est enregistré pour un temps d'extraction de 90 min, un débit de condensation de 0.32 ml/min et un rapport de masse de 1/12.

Les caractéristiques organoleptiques de notre huile présentent un aspect liquide limpide, fluide et mobile, une couleur jaune très pâle à transparente et une odeur fraîche et épicée.

L'analyse par spectroscopie IR prévoit initialement les fonctions organiques disponibles dans la composition de l'HE de romarin. Les résultats obtenus de cette analyse révèlent une composition riche en alcools, composés carbonylés.

Les résultats de l'activité antioxydante évaluée par le pouvoir réducteur du fer (FRAP) et par le test d'inhibition de DPPH indiquent que l'huile présente une activité antioxydante.

Références bibliographique

Références bibliographiques

- [1] N.Malo, «Digne-les-Bain,» p. 28, 5-6-7 septembre 1991.
- [2] Touati.A, «Eco-extraction d'huile essentielle de L'écorce d'Orange et de Citron par micro onde sans solvant,» Université Aboubakr Belkaïd, Tlemcen, 2020.
- [3] Bekkara.F.A, Bousmaha.L, Brice.B. J, et CASANOVA.J, «Composition chimique de l'huile essentielle de Rosmarinus officinalis L poussant à l'état spontané et cultivé de la région de Tlemcen,» *Biologie & Santé*, vol. 7, pp. 6-11, 2007.
- [4] Rameau.J.-C, Mansion.D, Dume.G et Gauberville.C, Flore forestière française: Région méditerranéenne, France, 2008.
- [5] Escuder.O, «Plantes médicinales mode d'emploi,» p. 255p., 2007.
- [6] Scheler.A, «Dictionnaire d'étymologie française d'après les résultats de la science moderne,» p. 477, 1988.
- [7] Genaust.H, «Etymologisches Wörterbuch der botanischen Pflanzennamen,» 1996.
- [8] Quezel.P et SANTA.S, Nouvelle Flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales, Paris, 1963.
- [9] «MONDE VEGETAL,» [En ligne]. Available: monde-vegetal.fr. [Accès le 25 03 2024].
- [10] Arslen.B et Souha.S, Romarin : Extraction des composants actifs et leurs effets anti bactériens de quelques souches bactériennes, Constantine: Université Frères Mentouri, 2022.
- [11] Samira.S et Kahina.B, Evaluation de l'activité antioxydante de l'extrait méthanolique et l'activité Antimicrobienne des huiles essentielles de Rosmarinus officinalis, Bejaïa: Université Abderrahmane Mira, 2014.

- [12] Gachkar.L, Yadegari.D, Rezaei.M.B., Taghizadeh.M, Astaneh.S.A et Rasooli.I, chemical and biological characteristics of cuminum cyminum ans rosmarinus officianlis essential oils, food chem, 2001.
- [13] Makhloufi.A, Etude des activités antimicrobienne et antioxydante de deux plantes médicinales poussant à l'état spontané dans la région de bechar(Matricaria pubescens (Desf.) et Rosmarinus officinalis L) et leur impact sur la conservation des dattes et du beurre cru, 2009.
- [14] Ferial.D, Fatma.B et Samah.D, Chémotypes des huiles volatiles de quelques plantes aromatiques algériennes, une étude comparative, Oued Souf: université lakhder hammah, 2023.
- [15] Karima.A et Djedjiga.A, «Caractérisation de l'huile essentielle de l'orange douce variété,» Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, 2019.
- [16] Pokorny.J, Yanishlieva.N et Gordon.M, Antioxidants in food, Practical applications, England: Woodhead, 2011.
- [17] Hüsni.K.B et Gerhard.B, Handbook of essential oils, sciences, technology and applications, 2010.
- [18] Amarti.F, Ajjouri.M.E, Ghanmi.M, Satrani.B, Aafi.A, Farah.A et Chaouch.A, «Composition chimique, activité antimicrobienne et antioxydante de l'huile essentielle de Thymus zygis du Maroc,» vol. 9 (3), pp. 149-157, 2011.
- [19] Marwa.B, Extraction d'huile essentielle de l'espece vegetale salvia officinalis l. par hydrodistillation : caracterisationphysicochimique et modelisation parametrique, Annaba: Universite BADJI MOKHTAR, 2017.
- [20] Nadjib.B.M, AMINE.F et Abdelkrim.K, «Méthodes d'extraction et de distillation des huiles essentielles : revue de littérature,» vol. 9(2), n° 12507-7627, pp. 1653-1659, 2019.
- [21] Bruneton.J, Pahrnacognosie, phytochimie, plantes médicinales, Paris, 1999.

- [22] Chaumont.D et Leger.P.J, **Plantes Medecinales. Phytotherapie, 1989.**
- [23] Merghem.R, **LES TERPENES ET LEURS DERIVES, 2019.**
- [24] Traikia.A et Mansouri.M, **Etude des caractéristiques physiques et chimiques des huiles essentielles du clou de girofle et de l'eucalyptus, Guelma: universite 08 MAI 1945, 2020.**
- [25] Pascale.G, **Le petit manuel des huiles essentielles, Santé Nature Innovation Editions, 2018.**
- [26] Richard.J.A, **Toxicology Brief, 1999.**
- [27] Seu-saberno.M et Blakeway.J, **La mouse de chêne, une base de la parfumerie, France: Edition Française de Scientific American, 1984.**
- [28] Maillard.A, **Le petit guide des huiles essentielles Se soigner au quotidien, 2023.**
- [29] Jacqueline.S, **Les Huiles Essentielles, france, 2009.**
- [30] Hachimou.Z, **Étude comparative entre les Huiles essentielles de la Menthe Verte (Mentha Spicta L) et de la Poivree (Mentha Piperita L) dans la région d'Ouargla .Mémoire de DES Biochimie —Université de Kasdi Merbbah _Ouargla pl 6., 2005.**
- [31] Hanaa.S, **le Rendement d'extraction des huiles essentielles de quelques plantes médicinales (Gingembre et Romarin) et leur activité antibactérienne, Tiaret: Université IBN KHALDOUN, 2017.**
- [32] Eddin.N. I, **« les huiles essentielles beauté et traitement,» p. 193, 2020.**

