RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Université de MOHAMED EL BACHIR EL IBRAHIMI - Bordj Bou Arreridj

Faculté des Sciences et de la Technologie Département Génie de l'environnement

M'emoire

Présenté pour obtenir

LE DIPLÔME DE MASTER

Filière: Génie des procédés

Spécialité : Génie des procédés de l'environnement

Par: BENSAADALLAH salima & DJAAFRI maria

Thème

Extraction par hydrodistillation de l'huile essentielle de laurier

Soutenue le 22/06/2024

Devant le jury composé de :

Mme. ABDOUNE Yamina MAB Encadreur UMBI
Mme. BEKRI Sara MCB Président UMBI
M. BAHAH Salah MCB Examinateur UMBI

Dédication

Je dédie ma remise de diplôme et ma joie J'ai le plus beau nom et je suis fier d'avoir celui qui a récolté les épines sur mon chemin pour m'ouvrir le chemin de la connaissance. cher père , après la grâce de Dieu, où je suis aujourd'hui, c'est grâce à mon père, l'homme qui n'a pas atteint ne serait-ce qu'une fraction de ce que je suis aujourd'hui, et l'homme qui s'est efforcé tout au long de sa vie d'être meilleur que lui. Mon paradis, à la prunelle de mes yeux, à la source de ma joie et mon bonheur, ma lune et le fil d'espoir qui allumer mon chemin, ma moitié, maman. À mes sœurs" Meryem et Berdiss", à mes frères," les dirigeants" A mon ami et compagnon « Hayat », je demande à allah de vous protéger tous. À mon cher Mari et ami de tous les jours, bons et mauvais, mon cher époux, je vous dédie cette recherche en guise d'expression de mes remerciements pour votre soutien continu. A celle qui a toujours été la première à me soutenir et à m'encourager, je te dédie ces mots, mon bras droit je taime.

A mon binôme "maria" merci de votre coopération pour faire de cette recherche un succès.

Salima

Je dédie ce mémoire à més très chers parents. A mon père m'a force mon soutien dans la vie ,ma source de confiance je tiens à te remercier pour tous ce que tu a fait et tu fais pour moi jusqu'à ce jour. A ma mère m'a compagnie maman je t'aime je te remercie pour tous le soutien et l'amour que tu m'as porté depuis mon enfance, à mon frère Hamza et mes sœurs adoré Rayan et Feryal je souhaite une vie pleine de bonheur et de succès et qu e Allah vous protège et vous garde.

A mon cher Mari, A mes copines Lynda , Aya ,Reem , Sofia ainsi toute personne qui a contribué un minimum à ma reussite, que ce soit moralement ou physiquement.

Une spéciale dédicace à mon binôme Salima

Maria

Remerciement

Nous tenons à exprimer notre sincère gratitude à notre superviseur, Dr.ABDOUNE Yamina, pour ses précieux conseils, son soutien et ses encouragements tout au long de notre parcours de thèse de maîtrise. Leur expertise et leur engagement envers l'excellence ont joué un rôle déterminant dans le succès de ces travaux.

Nous tenons également à remercier les membres du jury pour le temps et le dévouement qu'ils ont consacrés à l'examen et à l'évaluation de notre travail. Leurs retours et critiques constructives ont contribué à améliorer la qualité de cette thèse.

Enfin, Nous tenons à remercier notre famille et nos amis pour leur soutien et leurs encouragements indéfectibles tout au long de cette aventure difficile. Leur amour et leurs encouragements m'ont permis de rester motivé et concentré, et je suis reconnaissant de leur présence dans ma vie.

بهدف تحسين العوامل التي تعمل على استخلاص زيت الغار الأساسي. بالتقطير المائي، وبعد إجراء الاختبارات وتحليل البيانات، أتاحت الدراسة معرفة الظروف المثلى اللازمة للحصول على محصول أفضل من زيت الغار العطري. ظروف التشغيل هذه هي وقت التقطير المائي لمدة ساعتين، ومعدل تدفق ٨، ونسبة الماء إلى المادة النباتية ضاز. هذه وسيلة مناسبة واقتصادية تجعل من الممكن الحصول على أقصى عائد مع الحد الأدنى من التجارب وخاصة مع الحد الأدنى من التجارب. ودراسة النشاط المضاد للأكسدة لزيت الغار.

الكلمات المفتاحية: لوروس نوبيليس، التقطير المائي، كليفنجر، ناتج الاستخلاص، التركيب الكيميائي، مضادات الأكسدة، الزيوت العطرية.

Résumé

Dans le but de l'optimisation des facteurs qui agissent sur l'extraction de l'huile essentielle de laurier. par hydrodistillation, Après la réalisation des essais et l'analyse des données, l'étude a permis la connaissance des conditions optimales nécessaires pour l'obtention d'un meilleur rendement en huile essentielle de laurier. Ces conditions opératoires sont un temps d'hydrodistillation de 2h, un débit de 8, un rapport Eau/Matière végétale R1z. Il s'agit d'un moyen pertinent et économique qui permet d'obtenir le maximum Rendement en minimum d'expériences et surtout avec un minimum d'expériences. Et l'étude d'activité antioxydante de l'huile de laurier.

Mots Clée: Laurier, hydrodistillation, Clevenger, rendement d'extraction, composition chimique, antioxydant, huiles essentielles.

Abstract

With the aim of optimizing the factors which act on the extraction of the essential oil of laurel. by hydrodistillation, After carrying out the tests and analyzing the data, the study allowed the knowledge of the optimal conditions necessary to obtain a better yield of essential oil of laurel. These operating conditions are a hydrodistillation time of 2 hours, a flow rate of 8, a Water/Plant material ratio R1z. This is a relevant and economical means which makes it possible to obtain the maximum yield with a minimum of experiments and especially with a minimum of experiments. And the study of antioxidant activity of laurel oil.

Keywords: Laurus nobilis, hydrodistillation, Clevenger, extraction yield, chemical composition, antioxidant, essential oils.

Table des figures

Figure 1.1	Laurus nobilis	8
Figure 1.2	Coupe transversale de la feuille de L. nobilis observée au microscope	
	optique x 400 montrant des canaux sécréteurs	9
Figure 1.3	Structure de l'époxyde mono-terpénique, le 1.8-Cinéole	11
Figure 2.1	Extraction par enfleurage	15
Figure 2.2	Schéma du montage de l'expression à froid	17
Figure 2.3	Extraction sans solvant assistée par micro-ondes	18
Figure 2.4	Schéma démonstratif de la cavitation ultrasonore	19
Figure 2.5	Extraction par CO_2 supercritique	20
Figure 2.6	Montage d'extraction par entraı̂nement à la vapeur d'eau	21
Figure 2.7	Hydrodistillation des huiles essentielles	23
Figure 3.1	Hydrodistillation des huiles essentielles : montage de Clevenger	27
Figure 3.2	Robinet de Clevenger pour la récupération de l'huile essentielle	28
Figure 3.3	L'appareille d'IR	30
Figure 3.4	Mécanisme réactionnel intervenant lors du test FRAP entre le com-	
	plexe tripyridyltrizine ferrique Fe (III) et un antioxydant (AH). $$	31
Figure 3.5	Solution utilisées	32
Figure 3.6	Réduction du radical DPPH par un antioxydant	33
Figure 4.1	Rendement en HE en fonction de temps d'extraction	35
Figure 4.2	Rendement en huile essentielle en fonction de débit de condensation.	36
Figure 4.3	Rendement en huile essentielle en fonction de rapport de masse	37
Figure 4.4	Résultat de l'extraction	38
Figure 4.5	Le spectre infrarouge de l'huile essentielle de laurier	39
Figure 4.6	L'absorbance de l'HE de laurier en fonction de leur concentration $$.	41
Figure 4.7	Résultats du DPPH sur microplaque	42
Figure 4.8	Résultats de test de piégeage du radical DPPH	43

Liste des tableaux

Tableau 1.1	les avantages et les inconvénients des huiles essentielles	7
Tableau 1.2	Composition de l'huile essentielle des feuilles de Laurus nobilis	
	extraite par hydrodistillation	10
Tableau 4.1	Résultats de rapport de masse	37
Tableau 4.2	Caractéristiques de l'huile essentielle de laurier comparées à la	
	norme AFNOR ISO 3140	38
Tableau 4.3	Types de liaisons et leurs nombres d'onde dans le spectre IR	40
Tableau 4.4	L'absorbance de l'HE de laurier	40
Tableau 4.5	Résultats de test de piégeage du radical DPPH	42

Liste des abréviations

HE Huile essentielle

Abs. Absorbance

 $\mathbf{H_2Od}$ Eau distillée

AFNOR Association française de normalisation

DPPH 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle

 IC_{50} La concentration d'inhibition à 50%

 ${f TCA}$ Tricarboxylic acid cycle

FRAP Ferric reducing antioxidant power

D Débit de condensation

M(HE) La masse de l'huile essentielle

M(MV) La masse de la matière végétale

C La concentration

 $\mu \mathbf{g}$ Microgramme

nm Nanomètre

Table des matières

Ιέ	abie	aes ngi	ares	1
Li	ste d	les tab	leaux	ii
Li	ste d	les abr	éviations	iii
In	trod	uction	Générale	1
1	Les	huiles	essentielles	3
	1.1	Généra	alité sur les huiles essentielles	3
		1.1.1	Origine des huiles essentielles (historique)	3
		1.1.2	Définition	4
		1.1.3	Rôle des huiles essentielles	4
		1.1.4	Localisation dans les plantes	4
		1.1.5	Propriétés physique des huiles essentielles	5
		1.1.6	Composition chimique des huiles essentielles	5
		1.1.7	Toxicité des huiles essentielles	6
		1.1.8	Les avantages et les inconvénients des huilles essentielles	7
	1.2	L'huile	e essentielle en algérie	7
	1.3	Huile	essentielle de laurier	8
		1.3.1	Les origines de la plante de Laurier	8
		1.3.2	Localisation dans la plante (Feuille de Laurier)	8
		1.3.3	Composition chimique de l'huile de laurier	9
		1.3.4	Les avantages et les inconvénients	11
	1.4	Activi	té biologique	12
		1.4.1	Activité antioxydante	12
		1.4.2	Activité antibactérienne	12
		1.4.3	Activité antifongique	13
2	Les	procéd	dés d'extraction des huiles essentielles	14
	2.1	Extrac	etion par enfleurage	14

Conclusion Générale

	2.2	Extra	ction par les solvants volatils	15
	2.3	Extra	ction par expression	16
	2.4	Extra	ction par micro-ondes	17
	2.5	Extra	ction ultrasons	18
	2.6	Extra	ction par CO_2 supercritique	19
	2.7	Extra	ction par distillation à la vapeur d'eau	20
	2.8	Extra	ction par hydro distillation	21
		2.8.1	Généralité	21
		2.8.2	Définition	22
		2.8.3	Facteurs influant l'hydro distillation	23
3	Ma	tériels	et méthodes	2 6
	3.1	La réc	colte de la plante	26
	3.2	Proto	cole d'extraction (l'hydrodistillation)	26
	3.3	La con	nservation de l'huile	28
	3.4	Paran	nètres d'étude	28
		3.4.1	Détermination de temps d'extraction	28
		3.4.2	Détermination du Débit de condensation	29
		3.4.3	Détermination de rapport de masse	29
	3.5	Rende	ement en huile essentielle	30
	3.6	Analy	se de l'huile essentielle par spectroscopie infrarouge (IR)	30
	3.7	Activi	tés antioxydantes de laurier	30
		3.7.1	${\it Test de Pouvoir r\'educteur (FRAP: Ferric reducing antioxidant power)}$	30
		3.7.2	Test de piégeage du radical DPPH	32
4	Rés	ultats	et discussion	34
	4.1	Etude	des paramètres opératoire de l'hydrodistillation	34
		4.1.1	Détermination de temps d'extraction	34
		4.1.2	Détermination du débit de condensation	35
		4.1.3	Détermination de rapport de masse	36
	4.2	Carac	téristiques organoleptiques d'huile essentielle de Laurier :	38
	4.3	Analy	se par spectroscopie infrarouge	39
	4.4	Déteri	mination de l'activité antioxydante	40
		4.4.1	Test de Pouvoir réducteur	40
		4.4.2	Test de piégeage du radical DPPH	41

44

Bibliographie 45

Introduction Générale

Les huiles essentielles jouent un rôle crucial dans diverses industries, allant de la cosmétique à la pharmaceutique, en passant par l'alimentation. Parmi les plantes aromatiques les plus prisées, le Laurier (*Laurus nobilis*) occupe une place de choix grâce à ses multiples propriétés bioactives et ses applications traditionnelles variées. L'huile essentielle de Laurier est réputée pour ses vertus antiseptiques, antioxydantes et anti-inflammatoires, ce qui en fait un sujet de recherche particulièrement intéressant.

Malgré l'importance croissante des huiles essentielles, les méthodes d'extraction et l'optimisation des rendements restent des défis majeurs pour les chercheurs. L'extraction par hydrodistillation, en utilisant un appareil de type Clevenger, est l'une des méthodes les plus couramment utilisées pour isoler les huiles essentielles. Cependant, il existe encore des lacunes dans la compréhension des paramètres optimaux pour l'extraction de l'huile essentielle de Laurier, ainsi que dans l'évaluation de ses propriétés bioactives.

Cette thèse vise à explorer et à optimiser l'extraction de l'huile essentielle de Laurier par hydrodistillation, en utilisant un appareil Clevenger. Les objectifs spécifiques de cette recherche incluent :

- L'évaluation des rendements d'extraction en fonction des différents paramètres opératoires.
- L'analyse des composants chimiques de l'huile essentielle extraite.
- L'évaluation des propriétés antioxydantes de l'huile essentielle obtenue.

Pour atteindre ces objectifs, nous avons suivi une méthodologie rigoureuse, basée sur l'utilisation d'un appareil Clevenger pour l'hydrodistillation, suivi de l'analyse chimique de l'huile essentielle par spectrophotométrie IR. L'activité antioxydante des huiles essentielles a été évaluée par le test de pouvoir réducteur de fer et par le teste d'inhibition de DPPH.

La thèse est organisée comme suit :

- Chapitre 1 : Les huiles essentielles Ce chapitre présente un aperçu général sur les huiles essentielles, leur importance et leurs applications diverses.
- Chapitre 2 : Les procédés d'extraction des huiles essentielles Une revue détaillée des différentes méthodes d'extraction des huiles essentielles, avec un focus

- particulier sur l'hydrodistillation.
- Chapitre 3 : Matériels et méthodes Description des équipements utilisés, des protocoles expérimentaux et des méthodes d'analyse.
- Chapitre 4 : Résultats et discussion Présentation des résultats expérimentaux, analyse des données et discussion des implications.

En suivant cette structure, nous espérons fournir une vision complète et approfondie de l'extraction et des propriétés des huiles essentielles de Laurier, contribuant ainsi à l'avancement des connaissances dans ce domaine.

Chapitre 1

Les huiles essentielles

Introduction

Les huiles essentielles sont des extraits volatils et aromatiques obtenus à partir de plantes. Elles sont largement utilisées dans l'aromathérapie, la parfumerie et la cosmétique, ainsi que pour leurs propriétés thérapeutiques.

1.1 Généralité sur les huiles essentielles

1.1.1 Origine des huiles essentielles (historique)

Les huiles essentielles, bien qu'elles soient devenues populaires ces dernières années, ont des racines anciennes. Selon Laurence Lebrun et Françoise Couic-Marinier, docteurs et spécialistes en aromathérapie, les huiles essentielles étaient utilisées depuis l'antiquité, voire avant. Françoise Couic-Marinier, dans son livre "Guide terre vivante des huiles essentielles", souligne que malgré leur modernité apparente, les huiles essentielles et leurs vertus curatives étaient connues des anciennes civilisations comme l'Égypte, la Chine et la Grèce antiques. [1]

Laurence Lebrun, dans son livre "L'aromathérapie et ses alliés naturels", évoque comment diverses civilisations ont utilisé des plantes aromatiques dès la préhistoire. Les Aborigènes d'Australie, l'Inde, la Chine, les Amérindiens, la Grèce antique, et les civilisations arabes ont tous remarqué et utilisé ces plantes pour se soigner par des fumigations, des onguents, et des cataplasmes. Ces premières méthodes, bien que rudimentaires, ont marqué le début de l'utilisation des substances aromatiques. [1]

1.1.2 Définition

Les huiles essentielles, également appelées essences de plantes, essences aromatiques ou essences végétales, sont des produits de composition complexe contenant des composés volatils extraits des plantes. Selon la 8^{ème} édition de la pharmacopée française, les huiles essentielles sont définies comme des produits contenant des principes volatils issus des plantes, qui peuvent être modifiés lors de la préparation. L'extraction peut se faire par distillation à la vapeur d'eau ou par expression mécanique, avec ces deux méthodes utilisées pour les essences officinales. [2,3]

1.1.3 Rôle des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont des extraits aromatiques concentrés obtenus à partir de diverses parties de plantes. Elles ont été utilisées depuis des siècles pour leurs propriétés bénéfiques et leur large éventail d'applications. Voici quelques-uns des rôles clés des huiles essentielles :

- **Aromathérapie**: Utilisées pour leurs effets relaxants, énergisants ou équilibrants, elles contribuent au bien-être mental et physique.
- **Cosmétique** : Incorporées dans des produits de soins pour leurs propriétés antibactériennes, antifongiques et hydratantes.
- **Parfumerie** : Les huiles essentielles sont des ingrédients essentiels pour la création de parfums et de produits aromatiques.
- **Usage thérapeutique**: Employées dans des traitements naturels pour soulager divers symptômes, comme les douleurs articulaires, les troubles respiratoires ou les troubles digestifs.

1.1.4 Localisation dans les plantes

Les huiles essentielles sont générées par des cellules sécrétrices spécialisées, puis elles s'accumulent dans une cavité située entre les cellules sécrétrices et la cuticule qui les recouvre. Ces huiles sont créées et stockées dans des structures spécialisées au niveau histologique. Elles se trouvent souvent à la surface ou près de la surface extérieure de la plante, dans divers organes végétaux. [4] Voici quelques-unes des localisations communes :

- **Feuilles** : Les huiles essentielles sont souvent stockées dans des glandes situées sur la surface ou à l'intérieur des feuilles.
- **Fleurs** : Certaines plantes concentrent leurs huiles essentielles dans les pétales ou autres parties florales, ce qui contribue à l'arôme des fleurs.

- Écorces : Les huiles essentielles peuvent être présentes dans les écorces, comme c'est le cas pour le bois de santal et la cannelle.
- Racines : Dans certaines plantes, les racines contiennent des huiles essentielles, comme le gingembre.
- **Graines**: Des huiles essentielles peuvent être extraites de certaines graines, comme celles du carvi ou de l'anis.
- **Résines** : Certaines plantes produisent des résines riches en huiles essentielles, comme l'encens et la myrrhe.

On peut identifier des tissus qui sécrètent les huiles de différentes manières : certains par des mécanismes externes, d'autres par des mécanismes internes ou intracellulaires. [4]

1.1.5 Propriétés physique des huiles essentielles

Les huiles essentielles présentent plusieurs propriétés physiques bien connues :

- Pouvoir de diffusion et de pénétration élevé : Elles peuvent se diffuser et pénétrer facilement en raison de leur nature volatile.
- **Pouvoir rotatoire** : Ce phénomène est lié à la présence de molécules asymétriques.
- État liquide à température ambiante : Les huiles essentielles sont généralement liquides à température ambiante, mais elles deviennent volatiles à des températures plus élevées, ce qui les différencie des huiles fixes comme l'huile d'olive ou l'huile d'amande douce.
- **Indice de réfraction élevé** : Les huiles essentielles ont souvent un indice de réfraction plus élevé que d'autres liquides.
- **Faible solubilité dans l'eau** : Bien que peu solubles dans l'eau, elles peuvent être entraînées par la vapeur d'eau.
- Solubilité dans les solvants organiques et les graisses : Elles se dissolvent facilement dans la plupart des solvants organiques et sont liposolubles.
- **Absence de texture grasse au toucher** : Contrairement aux huiles fixes, elles ne laissent pas de sensation grasse sur la peau.

1.1.6 Composition chimique des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont des mélanges naturels, complexes et hétérogènes, composés de différentes substances appartenant à deux grandes familles de molécules : d'une part, le groupe des terpènoïdes et, d'autre part, celui des composés aromatiques issus du phénylpropane. [2]

Terpènes Les huiles essentielles contiennent divers composés terpéniques, des molécules légères et volatiles qui dérivent de l'isoprène (méthyl-2-butadiène), avec la formule générale (C5H8)n. Les terpènes, ou isoprénoïdes, peuvent être oxygénés ou non oxygénés. La structure des terpènes peut être cyclique ou acyclique, et ils sont classés par le nombre d'atomes de carbone : hémiterpènes (C5), monoterpènes (C10), sesquiterpènes (C15), diterpènes (C20), triterpènes (C30), et tétraterpènes (C40). Certains terpènes ont des propriétés toxiques, répulsives, ou attractives, ce qui influe sur les interactions entre les plantes et leur environnement. [5]

Composés aromatiques Les dérivés du phénylpropane (C6-C3), également connus sous le nom de composés phénoliques, sont principalement des allylphénols ou des propénylphénols, et parfois des aldéhydes. Leur biosynthèse, issue de la voie des phénylpropanoïdes, commence avec des composés aromatiques comme la phénylalanine et la tyrosine, caractérisés par la présence d'un groupe hydroxyle attaché à un cycle phényle. La synthèse de ces composés implique également plusieurs acides, notamment l'acide shikimique et l'acide cinnamique. Bien que les phénylpropanoïdes soient présents dans les huiles essentielles, ils y sont généralement moins abondants que les terpènes. [5]

1.1.7 Toxicité des huiles essentielles

Les huiles essentielles connaissent un regain d'intérêt. Les consommateurs recherchent des produits naturels pour des approches de soins alternatives. Malgré leur disponibilité en vente libre, même en dehors des pharmacies, ces produits ne sont pas dénués de risques et peuvent entraîner des problèmes de toxicité. Les pharmaciens ont le devoir de veiller à ce que leurs patients utilisent les huiles essentielles de manière sûre, en respectant les précautions d'usage et en tenant compte des contre-indications éventuelles.

Voici quelques exemples de toxicité associée aux huiles essentielles : Hépatotoxicité, Dermotoxicité (irritations, brûlures, hypersensibilité, phototoxicité), Neurotoxicité (effets dépressifs ou stimulants sur le système nerveux central, effet stupéfiant, convulsions).

Les intoxications aiguës graves sont rares et surviennent généralement après l'ingestion accidentelle d'huiles essentielles par de jeunes enfants. La toxicité chronique en aromathérapie est principalement associée à l'utilisation prolongée d'huiles essentielles phénoliques, qui peuvent endommager le foie à long terme. L'hypersensibilité à certains composants volatils est plus courante chez les personnes exposées régulièrement dans le cadre professionnel. [6]

Certaines huiles essentielles, présentant des risques particuliers en raison de leur toxicité ou de possibles utilisations abusives, sont soumises au monopole pharmaceutique.

1.1.8 Les avantages et les inconvénients des huilles essentielles

L'utilisation des huiles essentielles offre une gamme d'avantages thérapeutiques et pratiques, tout en présentant certains inconvénients qu'il convient de prendre en compte. Voici une analyse équilibrée des principaux avantages et inconvénients associés à l'utilisation des huiles essentielles (Tableau 1.1).

Tableau 1.1: les avantages et les inconvénients des huiles essentielles

Avantages	Inconvénients
Propriétés thérapeutiques (antibactériennes, antifongiques, anti-inflammatoires, antioxydantes)	Risques de toxicité si mal utilisées ou ingérées
Utilisation polyvalente (aromathérapie, cosmétique, parfumerie, produits ménagers)	Peut provoquer des réactions allergiques
Sources naturelles (provenant de plantes)	Certaines huiles peuvent être photosensibilisantes (réactions cutanées au soleil)
Large gamme de parfums et d'arômes	Coût élevé pour les huiles essentielles de haute qualité
Potentiel d'application dans la santé et le bien-être	Impact environnemental négatif si la production n'est pas durable

1.2 L'huile essentielle en algérie

l'Algérie, Au cours de la période coloniale et après l'indépendance, était l'un des principaux pays producteurs d'huiles essentielles. À la fin des années 1970, le pays était classé dixième plus grand exportateur au niveau mondial dans ce secteur, générant environ 8 000 dollars de revenus grâce à ces exportations. Les huiles essentielles provenaient de diverses sources, y compris des cultures familiales et des plantes sauvages, telles que la menthe, le jasmin, la rose, le géranium, la lavande, le romarin, l'origan, le thym et la sauge. [7]

Cependant, dès la fin des années 1970, la production nationale d'huiles essentielles a considérablement diminué, avec seulement environ 2 tonnes exportées lors de la dernière période enregistrée. La production est alors devenue presque inexistante, se limitant à quelques producteurs artisanaux privés, ce qui n'était pas suffisant pour répondre à la demande intérieure. En conséquence, l'Algérie a dû importer des huiles essentielles pour satisfaire ses besoins. [2]

1.3 Huile essentielle de laurier

1.3.1 Les origines de la plante de Laurier

Laurier, Laurus nobilis (Figure 1.1), souvent appelé laurier-sauce, provient de la région méditerranéenne, englobant certaines parties de l'Europe du Sud, de l'Afrique du Nord et du Moyen-Orient. Il est cultivé depuis des millénaires grâce à ses feuilles aromatiques et à sa valeur symbolique. Dans l'Antiquité, les Grecs et les Romains utilisaient des couronnes de laurier pour honorer les vainqueurs d'événements sportifs et militaires, ce qui a fait du laurier un symbole d'honneur et de victoire. C'est un arbuste ou un petit arbre à feuilles persistantes appartenant à la famille des Lauraceae, qui pousse bien dans les climats chauds. Ses feuilles sont couramment utilisées en cuisine, et la plante occupe une place importante dans la mythologie et la tradition. [8]



Figure 1.1: Laurus nobilis (C.Delnatte, 2024)

1.3.2 Localisation dans la plante (Feuille de Laurier)

Taleb-Toudert [9] a étudié l'anatomie des feuilles fraîches de Laurus nobilis à l'aide de microscopes optique et électronique à balayage. Les observations ont révélé des canaux sécréteurs sous le parenchyme palissadique (Figure 1.2), caractéristiques des Lauracées, entourés de cellules sécrétrices. Ces canaux sont abondants, arrondis et remplis d'huile essentielle. Les stomates se trouvent uniquement sur la face abaxiale des feuilles, ce qui les rend hypo-stomatiques. L'épiderme supérieur ne présente pas de poils et a une cuticule épaisse, tandis que le parenchyme comprend des cellules allongées contenant des glandes unicellulaires. L'épiderme inférieur n'a pas de particularité notable.

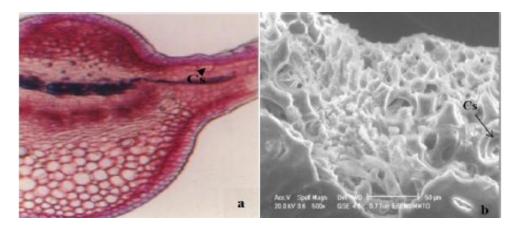


Figure 1.2: Coupe transversale de la feuille de L. nobilis observée au microscope optique x 400 montrant des canaux sécréteurs (Taleb-Toudert, 2015)

1.3.3 Composition chimique de l'huile de laurier

L'huile essentielle de Laurus nobilis a été étudiée de manière approfondie grâce à des techniques avancées comme la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS). Ces méthodes permettent d'identifier les principaux composants chimiques de l'huile essentielle (Tableau 1.2), qui est principalement obtenue par hydrodistillation des feuilles de Laurier. [10,11]

Tableau 1.2: Composition de l'huile essentielle des feuilles de Laurus nobilis extraite par hydrodistillation. [11, 12]

Catégorie	Composants
Monoterpènes (77.8%)	Hydrocarbures monoterpéniques : - α -Pinène - Sabinène - β -Pinène
	Monoterpénols : - Linalool - α -Terpinéol - 4-Terpinénol
	Epoxydes monoterpéniques : - 1,8-Cinéole
Sesquiterpènes (5.98%)	CaryophyllèneHumulèneGermacrèneSpathulénolOxyde de Caryophyllène
Dérivés du phénylpropane (1.24%)	- Eugénol - Méthyl-eugénol
Esters	Ester de monoterpène : - Terpinyl-acétate - Bornyl-acétate - Asarone

Le composant majoritaire de cette huile essentielle est le 1,8-cinéole ou eucalyptol (Figure 1.3). Les autres composants significatifs comprennent le linalool, le sabinène, le terpinyl-acétate et le méthyl-eugénol. Les constituants secondaires incluent l' α -pinène, le β -pinène, le limonène, le 4-terpinénol et l' α -terpinéol. La présence dominante de monoterpènes est un trait caractéristique de cette huile, tandis que les sesquiterpènes sont moins abondants.

La composition chimique de l'huile essentielle de Laurier peut varier en fonction de plusieurs facteurs, tels que la méthode d'extraction, le traitement du matériel végétal, la provenance géographique et la variété de la plante. Cependant, certaines études suggèrent que la période de récolte peut avoir peu d'effet sur la composition chimique. [10,11]

Le 1,8-cinéole [12], qui constitue une grande partie de l'huile essentielle, a des applications variées, notamment dans l'industrie pharmaceutique comme décongestionnant et antitussif, ainsi que dans le domaine de la parfumerie pour son arôme distinctif. Ses pro-

priétés antifongiques et anti-inflammatoires en font également un composé d'intérêt pour diverses applications thérapeutiques.

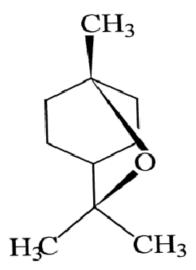


Figure 1.3: Structure de l'époxyde mono-terpénique, le 1.8-Cinéole.

1.3.4 Les avantages et les inconvénients

Les huiles de laurier, notamment celles dérivées de Laurus nobilis, présentent divers avantages et inconvénients. Voici un aperçu des principaux points à considérer :

Avantages

- **Propriétés antimicrobiennes** : L'huile de laurier possède des propriétés antibactériennes et antifongiques.
- Effets anti-inflammatoires : Elle aide à réduire l'inflammation, utile pour les douleurs musculaires et articulaires.
- Effets relaxants : Elle est utilisée en aromathérapie pour ses propriétés relaxantes.
- **Propriétés digestives** : Elle peut stimuler la digestion et soulager les troubles gastro-intestinaux.
- **Utilisations cosmétiques** : L'huile de laurier peut être utilisée dans des produits de soins de la peau et des cheveux.

Inconvénients

- **Risques d'irritation** : L'utilisation topique peut provoquer des irritations cutanées ou des réactions allergiques.
- **Phototoxicité** : Certaines huiles peuvent augmenter la sensibilité de la peau à la lumière solaire.

- **Toxicité**: L'ingestion ou l'utilisation excessive peut être toxique.
- Contre-indications médicales : Peut interagir avec certains médicaments ou aggraver certaines conditions de santé.
- Effets sur le système nerveux : Une utilisation excessive peut causer des effets indésirables sur le système nerveux central.

1.4 Activité biologique

1.4.1 Activité antioxydante

laurier offre un potentiel intéressant pour l'obtention d'antioxydants naturels, qui peuvent servir d'alternative aux antioxydants synthétiques. Simic et al [13] ont démontré que l'utilisation traditionnelle du laurier dans l'industrie alimentaire est liée à ses propriétés antioxydantes, confirmées par l'extraction des feuilles. Marquez [14] a montré que l'extraction par ultrasons des feuilles mexicaines révèle une forte capacité antioxydante. Ouchikh [15] a prouvé que les organes végétatifs du laurier tunisien contiennent des antioxydants utilisables dans les industries alimentaires et cosmétiques. Dias et al [16] ont découvert que les extraits méthanoliques et par infusion des feuilles portugaises possèdent tous deux des propriétés antioxydantes, avec des variations dans leur efficacité. Boulila et al [17] ont montré que les huiles essentielles tunisiennes obtenues par différentes méthodes ont une activité antioxydante, bien que moins puissante que celle du Trolox synthétique (un analogue hydrosoluble de la vitamine E utilisé comme étalon de référence pour évaluer la capacité antioxydante).

1.4.2 Activité antibactérienne

De nombreuses études ont examiné l'efficacité antibactérienne de l'huile essentielle extraite des feuilles de Laurus nobilis sur diverses souches bactériennes. Les conclusions indiquent que cette huile essentielle possède une puissante activité bactéricide.

Silveira et al [18] ont examiné l'effet antibactérien de l'huile essentielle de Laurus nobilis brésilien sur des bactéries pathogènes associées aux aliments. Les résultats ont révélé que l'ajout de cette huile, obtenue par distillation à la vapeur des feuilles, à des saucisses fraîches à des concentrations de 0,05 et 0,1 g/100 g peut apporter une protection supplémentaire contre la prolifération microbienne, ce qui augmente la durée de conservation du produit. De plus, l'huile essentielle peut contribuer à réduire la contamination par des coliformes, améliorant ainsi la qualité microbiologique du produit.

Chmit et ses collègues [19] ont étudié l'efficacité antibactérienne et antibiofilm de l'huile

essentielle de Laurus nobilis du Liban, obtenue par hydrodistillation des feuilles avec un appareil de type Clevenger. Cette huile a été testée sur trois bactéries à Gram positif : Staphylococcus aureus, Enterococcus faecalis et Staphylococcus epidermidis, ainsi que sur deux bactéries à Gram négatif : Escherichia coli et Pseudomonas aeruginosa, en plus du biofilm formé par Staphylococcus epidermidis. Les tests ont révélé que l'huile essentielle des feuilles de Laurier montrait une bonne activité antibactérienne contre les cinq bactéries étudiées, mais qu'elle était moins efficace contre le biofilm.

1.4.3 Activité antifongique

De nombreuses recherches ont exploré l'effet antifongique de l'huile essentielle de Laurus nobilis. Ces études ont révélé que le degré d'inhibition des champignons dépend de plusieurs paramètres, tels que la concentration de l'huile essentielle et le type de champignon étudié.

La recherche menée par Corato et ses collègues [20] a montré que l'huile essentielle des feuilles de Laurus nobilis italien, obtenue par extraction au CO2 supercritique, possède un potentiel antifongique significatif. Elle pourrait être utilisée comme fongicide naturel pour le traitement curatif et la protection post-récolte des pêches et des kiwis contre les champignons M. laxa et B. cinerea.

Hassiotis et ses collègues [21] ont étudié les propriétés antifongiques de l'huile essentielle de Laurus nobilis originaire de Grèce sur la croissance de deux espèces de champignons mycorhiziens, Glomus deserticola et Glomus intraradices. L'huile obtenue par hydrodistillation des feuilles a montré une inhibition significative sur développement de ces deux espèces de champignons.

Conclusion

Les huiles essentielles ont une longue histoire d'utilisation pour leurs propriétés thérapeutiques et aromatiques. Elles sont extraites de différentes parties des plantes et contiennent des composants chimiques variés, offrant des avantages tels que des propriétés antioxydantes et antibactériennes. Cependant, elles peuvent également présenter des risques de toxicité, soulignant l'importance d'une utilisation prudente et appropriée.

Chapitre 2

Les procédés d'extraction des huiles essentielles

Introduction

Les procédés d'extraction des huiles essentielles permettent d'obtenir des composés aromatiques à partir de diverses parties de plantes. Les méthodes couramment utilisées incluent la distillation à la vapeur d'eau, l'expression à froid, l'extraction par solvant, et l'extraction au CO₂ supercritique. Chacune de ces techniques a ses propres avantages et inconvénients, et le choix de la méthode dépend du type de plante et de l'application prévue pour les huiles essentielles.

2.1 Extraction par enfleurage

Bien que le procédé d'extraction moderne ait été introduit avec des solvants volatils, la technique d'enfleurage (Figure 2.1) à l'ancienne, transmise de père en fils et développée au fil des générations, continue de jouer un rôle essentiel. Il n'y a plus d'enfleurage à grande échelle en France, à l'exception peut-être de cas isolés en Inde où le procédé est resté primitif.

Le principe d'enfleurage est simple : certaines fleurs, comme le jasmin et la tubéreuse, continuent à émettre du parfum même après avoir été cueillies. En contact avec une base de graisse spécialement préparée, ces fleurs libèrent de petites quantités de parfum que la graisse absorbe efficacement. Le processus consiste à étaler des lots de fleurs fraîchement cueillies sur la graisse et à les remplacer par des fleurs fraîches chaque jour (dans le cas du jasmin) ou après quelques jours (pour la tubéreuse). La période de récolte dure généralement entre huit et dix semaines. À la fin de cette période, la graisse, qui n'est pas

renouvelée, est saturée d'huile de fleurs. L'huile essentielle est ensuite extraite de la graisse avec de l'alcool et isolée pour être utilisée dans la parfumerie et d'autres applications. [22]

L'enfleurage repose beaucoup sur la qualité de la base grasse utilisée. La graisse, ou « corps », doit être quasiment inodore et de consistance adéquate pour assurer une bonne absorption de l'huile de fleur. Si la graisse est trop dure, les fleurs n'établiront pas suf-fisamment de contact, ce qui entraînera de faibles rendements. Si elle est trop molle, les fleurs resteront collées, provoquant un gaspillage et une perte de cadavres lors du retrait. La consistance idéale offre une surface semi-dure pour un retrait facile des fleurs fanées.

L'enfleurage s'effectue dans des caves fraîches, et la consistance de la graisse doit correspondre à la température de la cave lors de la récolte des fleurs. Un mélange courant pour le corps est une partie de suif hautement purifié pour deux parties de saindoux, garantissant la bonne consistance et la bonne capacité d'absorption. La graisse obtenue est blanche, lisse et presque inodore. Certains fabricants ajoutent de petites quantités d'eau de fleur d'oranger ou de rose par convention, ce qui peut légèrement altérer le parfum du produit final. [22]



Figure 2.1: Extraction par enfleurage (Pinterest.co.uk)

2.2 Extraction par les solvants volatils

L'extraction par solvants volatils est l'une des méthodes d'extraction couramment employées dans le domaine de la parfumerie. Il implique la dissolution du parfum de la plante dans un solvant, puis l'évaporation. Grâce à cette approche, on obtient des produits extrêmement précieux et riches.

L'extraction par solvants volatils consiste à dissoudre les composés aromatiques de la plante dans un solvant qui sera ensuite évaporé. Cette technique, bien que pratiquée dès le 18^{ème} siècle, ne devient vraiment opérationnelle qu'au 19^{ème} siècle, à cause de l'utilisation de produits inflammables inadaptés.

Le processus commence par l'immersion des fleurs dans un grand récipient appelé extracteur. Les fleurs sont placées sur des plaques empilées à différents niveaux, percées de petits trous pour éviter d'écraser le végétal. Le récipient est ensuite fermé et rempli de solvant (éthanol, hexane, benzène, ou tout autre solvant volatil) qui entraîne les molécules parfumées des plantes. Trois cycles de lavage sont généralement nécessaires pour extraire le maximum de composés aromatiques.

Le solvant peut être utilisé à froid ou à chaud selon la fragilité de la matière première. L'hexane est préféré pour l'extraction de matières premières fraîches, comme les fleurs d'oranger, la rose, le jasmin ou le mimosa. L'éthanol est principalement utilisé pour les matières premières sèches, les gommes, les résinoïdes ou la cire d'abeille.

Une fois le procédé terminé, les compartiments contenant les fleurs et végétaux sont vidés et retirés de l'extracteur. Le solvant est ensuite récupéré et chauffé sous vide pour être recyclé à la fin du processus. [23]

2.3 Extraction par expression

L'expression (Figure 2.2), également appelée pression à froid, est une méthode utilisée exclusivement pour la production d'huiles d'agrumes. Il s'agit de casser ou d'écraser les glandes huileuses essentielles de la peau pour libérer l'huile. Une méthode traditionnelle, utilisée en Sicile (connue sous le nom de méthode spugna), consistait à couper les agrumes en deux et à retirer la pulpe à l'aide d'un couteau-cuillère bien aiguisé (appelé rastrello). L'huile était ensuite extraite de la peau en la pressant contre un objet dur en terre cuite (concolina) placé sous une grande éponge naturelle ou en pliant la peau dans l'éponge. L'éponge absorbait l'émulsion d'huile, qui était ensuite pressée dans un récipient pour la collecte. On disait que cette méthode produisait des huiles avec un arôme de fruit plus intense que les autres méthodes. [22]

Une autre méthode, connue sous le nom d'égalisation (ou méthode scodella), utilise un bol peu profond en cuivre ou en laiton avec un tube central creux, en forme d'entonnoir peu profond. Le bol a des pointes en laiton aux extrémités émoussées, et l'agrume entier est roulé sur ces points avec pression jusqu'à ce que les glandes sébacées éclatent. L'huile

et le contenu aqueux résultant s'écoulent dans le tube creux dans un récipient dont l'huile est séparée par décantation. Alors que les méthodes traditionnelles de pressage manuel sont très inefficaces, produisant seulement 2 à 4 livres d'huile par jour et par personne, des machines modernes ont été développées pour écraser les écorces d'agrumes ou les fruits entiers, permettant une extraction plus efficace de l'huile. [22]

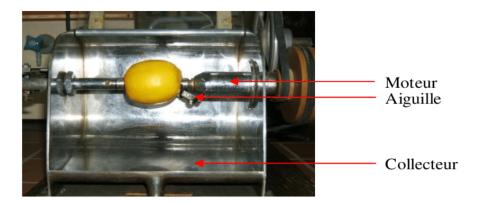


Figure 2.2: Schéma du montage de l'expression à froid (M.A. Ferhat, 2007)

2.4 Extraction par micro-ondes

Les micro-ondes ont été utilisés pour extraire des huiles essentielles au début des années 1990. La technique consistait en une hydrodistillation sous vide à l'aide de micro-ondes (Figure 2.3). Dans ce procédé, la matière végétale est placée dans une enceinte fermée et chauffée par des ondes micro-ondes. Les molécules volatiles sont libérées et entraînées par la vapeur d'eau provenant de l'humidité contenue dans le végétal. Ensuite, la vapeur est collectée et traitée de la même manière que dans les méthodes d'hydrodistillation traditionnelles. L'avantage de cette approche est qu'elle réduit considérablement le temps d'extraction et l'énergie nécessaire, diminuant le temps de traitement par un facteur de 5 à 10 selon les plantes. Par exemple, la distillation de 2 kg de menthe poivrée (Mentha x piperita L.) prend environ quinze minutes avec un rendement de 1%, contre deux heures avec la méthode classique d'hydrodistillation. [24]

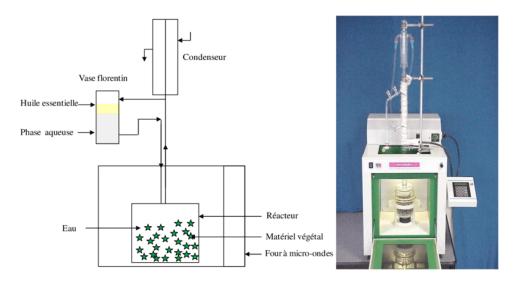


Figure 2.3: Extraction sans solvant assistée par micro-ondes (A. Farhat, 2010)

2.5 Extraction ultrasons

La technique émergente de l'extraction des composés bioactifs par ultrasons (20 à 100 kHz) présente une grande reproductibilité en un temps record, trois fois plus rapide qu'une extraction traditionnelle par solvant. Elle est simple à réaliser et consomme peu de solvant et d'énergie. [25] Effectivement, la matière première est plongée dans l'eau ou dans le solvant, tout en étant exposée aux ultrasons. Il est possible d'utiliser cette méthode pour extraire des composés aromatiques ou des essences de plantes, mais elle a principalement été conçue pour extraire certaines molécules qui présentent un intérêt thérapeutique. [26]

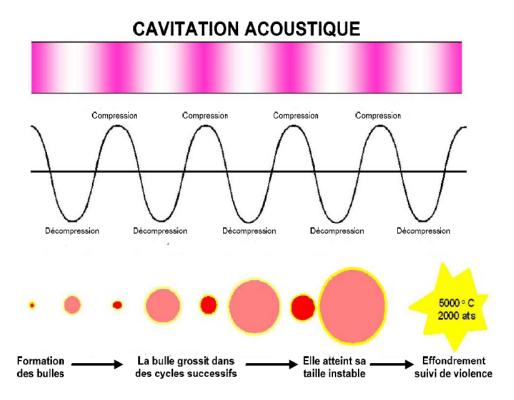


Figure 2.4: Schéma démonstratif de la cavitation ultrasonore (Timothy J Mason, 2014)

Les ondes sonores utilisées lors de la sonication provoquent des vibrations mécaniques dans le solide (Figure 2.4), le liquide ou le gaz, à travers une série de phases d'expansion et de compression, semblables à celles d'un phénomène de cavitation. Les bulles qui se forment lors de l'expansion vont se former et se dégonfler. Lorsque ces bulles sont proches d'une surface solide, le dégonflement sera inégal, ce qui entraînera des jets de liquide extrêmement rapides. [26]

2.6 Extraction par CO₂ supercritique

Cette technique exploite une propriété unique du CO₂, qui, lorsqu'il dépasse son point critique (à une pression de 73,8 bars et une température de 31,1°C), prend un état intermédiaire entre le liquide et le gaz, lui conférant une capacité élevée à extraire des molécules aromatiques. L'extraction au CO₂ supercritique est un type particulier de méthode d'extraction avec un solvant, apparue dans les années 1980. Le principe général de la méthode (Figure 2.5) est le suivant : le CO₂, lorsqu'il atteint les conditions de température et de pression souhaitées, traverse la matière première végétale, en dissolvant et volatilisant les molécules aromatiques qu'il rencontre. Le mélange passe ensuite dans un séparateur où le CO₂ est détendu et se vaporise. Il peut alors être éliminé ou recyclé. L'extrait aromatique

se condense et est collecté. [27]

La technique de l'extraction au CO₂ supercritique connaît une croissance rapide et semble avoir un avenir prometteur grâce à ses nombreux avantages. Le CO₂ présente de nombreuses caractéristiques du solvant "idéal" : il est naturel, chimiquement inerte, non inflammable, peu toxique, sélectif, relativement peu coûteux en raison de son abondance, et peut être éliminé facilement sans laisser de résidus. De plus, comme l'extraction s'effectue sans eau et à basse température, le risque de transformations chimiques est minimisé, ce qui renforce l'attrait de cette technique. Cependant, Gaspar et Leeke ont démontré que, pour certaines plantes, un prétraitement de la matière végétale, tel que le broyage ou la division, est nécessaire pour assurer un rendement équivalent à celui de l'hydrodistillation. [28]

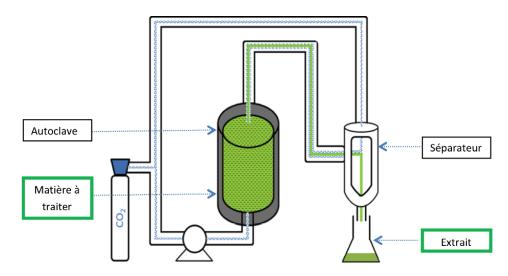


Figure 2.5: Extraction par CO₂ supercritique (Innovation Fluides Supercritiques)

L'utilisation de l'extraction au CO_2 supercritique donne naissance à un produit de grande qualité qui peut être similaire à l'huile essentielle ou à l'essence d'origine, avec des applications déjà mises en œuvre dans différents secteurs.

2.7 Extraction par distillation à la vapeur d'eau

La méthode officielle d'obtention des huiles essentielles est la distillation par entraînement à la vapeur (Figure 2.6). Ce procédé d'extraction consiste à introduire le matériau végétal dans l'alambic sur une plaque perforée placée à une certaine distance au-dessus du fond rempli d'eau. Le végétal est exposé à la vapeur d'eau saturée, mais à l'eau bouillante non pas.

La vapeur fait disparaître de nombreuses glandes qui émettent leurs composés aromatiques. Ainsi, les huiles essentielles se propagent à travers le végétal afin de se lier à la vapeur d'eau qui circule à l'extérieur. Par la suite, les vapeurs contenant des composés volatils se condensent avant d'être décantées. En raison de leur disparité de densité, les huiles essentielles et l'eau sont divisées en deux étapes, puis les huiles essentielles sont récupérées [29].

Cette méthode évite les réactions qui peuvent survenir lorsque les composants des huiles essentielles entrent en contact avec l'eau, ce qui entraîne des modifications dans la composition finale de l'extrait. De plus, elle fonctionne davantage avec les huiles essentielles présentes dans les glandes présentes à la surface de la plante. Les huiles essentielles non superficielles nécessitent une distillation à la vapeur plus longue et nécessitent davantage de vapeur que les HE superficielles.

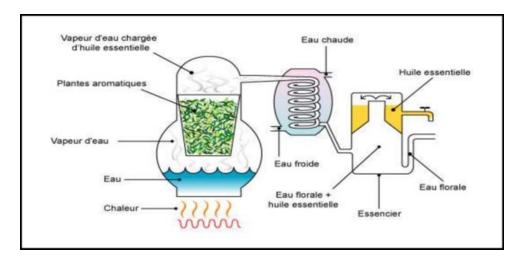


Figure 2.6: Montage d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau (M.Goudjil, 2016)

2.8 Extraction par hydro distillation

2.8.1 Généralité

L'extraction des huiles essentielles a commencé par l'immersion de la matière première dans l'eau suivie d'une ébullition, un procédé appelé hydrodistillation. Ensuite, la séparation de l'huile essentielle se fait par deux méthodes : l'eau peut être chauffée au fond d'une cuve pour générer de la vapeur qui traverse la matière première sur un plateau perforé, ce qui est appelé entraînement à la vapeur, ou la vapeur d'eau peut être produite dans une chaudière externe, ce qui s'appelle vapo-distillation. Dans les deux cas, la vapeur contenant l'huile essentielle est dirigée vers un condenseur où elle est refroidie par de l'eau fraîche. Après condensation, le mélange d'eau et d'huile essentielle est envoyé

vers un essencier, qui permet d'obtenir deux liquides distincts : l'eau et l'huile essentielle. Dans la plupart des cas, ces deux liquides se séparent par décantation, car ils ne sont pas complètement miscibles. [30]

2.8.2 Définition

L'hydrodistillation (Figure 2.7) à pression atmosphérique, également appelée distillation à l'eau, est l'une des techniques les plus anciennes et les plus utilisées pour extraire des huiles essentielles. Dans cette approche, la plante est plongée dans de l'eau bouillante, ce qui lui permet de s'imprégner directement de la vapeur d'eau. Clevenger a publié en 1928 le système classique pour l'hydrodistillation, qui a été modifié à plusieurs reprises depuis. L'une d'entre elles, proposée par Cocking et Middleton en 1935, a été intégrée dans la pharmacopée européenne et d'autres.

Cet appareil consiste en un ballon rond où sont placés la matière végétale et l'eau, connecté à un condenseur vertical qui se termine par un tube gradué pour la décantation et la mesure du volume d'huile. Au bas de ce tube, une vanne à trois voies permet soit de renvoyer l'eau dans le ballon pour un fonctionnement en circuit fermé, soit de l'évacuer vers l'extérieur pour séparer et récupérer l'huile essentielle une fois la distillation terminée. Ce système offre la possibilité de fonctionner de manière continue ou par cycles, offrant flexibilité et contrôle sur le processus de distillation. [31]

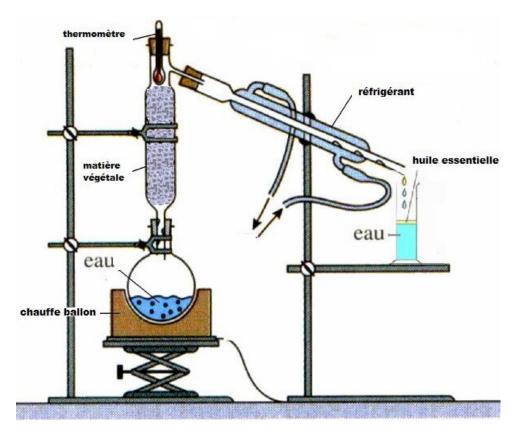


Figure 2.7: Hydrodistillation des huiles essentielles (M.Mehani, 2009)

L'hydrodistillation est une méthode couramment utilisée dans les laboratoires de recherche pour extraire de petites quantités d'essences volatiles à partir de matériel végétal. Cette technique est particulièrement utile pour l'analyse et l'identification de ces composés, ainsi que pour déterminer la teneur en huiles essentielles des plantes aromatiques et médicinales avant une exploitation à plus grande échelle. [31]

2.8.3 Facteurs influent l'hydro distillation

L'efficacité de l'hydrodistillation en huile essentielle varie en fonction des caractéristiques de la matière végétale et des conditions d'utilisation. Il est primordial de procéder au séchage et au broyage, en fonction de la nature de la plante. Le débit de condensation, le rapport plante/eau et le temps d'extraction jouent également un rôle important dans les paramètres opérationnels. Afin d'assurer un rendement optimal, il est essentiel de surveiller attentivement ces facteurs.

2.8.3.1 Séchage et perte en eau

Il est souvent difficile d'ajuster précisément le rythme de récolte de la matière végétale à la capacité quotidienne d'hydrodistillation du laboratoire, surtout si les plantes

proviennent de régions éloignées de l'expérimentateur, qui doit alors stocker la matière première pour faciliter le travail. À l'échelle industrielle, il n'est pas toujours possible de traiter la matière végétale dès sa récolte. Le stockage devient essentiel, notamment pour des plantes disponibles seulement à certaines périodes de l'année, comme les fleurs, les fruits ou certaines feuilles, en raison de leurs cycles végétatifs spécifiques. Cependant, le stockage entraîne un dessèchement de la plante, ce qui peut affecter le rendement d'extraction ainsi que la composition des huiles essentielles obtenues.

2.8.3.2 Broyage et structure histologique

Le broyage ou le concassage de la matière végétale avant l'hydrodistillation peut augmenter l'efficacité de l'extraction. Le broyage permet de briser la matière végétale en plus petits morceaux, augmentant ainsi la surface de contact avec la vapeur d'eau. Cela facilite la libération des huiles essentielles contenues dans les cellules végétales. Un broyage trop fin peut toutefois provoquer la libération de composés indésirables ou la formation de particules qui obstruent l'équipement.

La structure histologique désigne l'organisation interne des cellules et des tissus dans la matière végétale. La localisation des huiles essentielles dans la plante (par exemple, dans les poils glandulaires, les poches sécrétoires, ou les canaux résinifères) affecte le déroulement de l'hydrodistillation. Si les huiles essentielles sont contenues dans des structures internes, elles nécessitent plus de chaleur ou de temps pour être libérées. En revanche, si elles sont localisées dans des structures superficielles, elles sont libérées rapidement lors de l'ébullition.

2.8.3.3 Débit de condensation et température

Le débit de condensation correspond à la quantité de vapeur contenant des huiles essentielles qui se condense sur une période donnée. Il est principalement influencé par deux éléments : le flux de vapeur sortant du ballon de chauffe et la température de la colonne de condensation. Dans les installations d'hydrodistillation industrielles, cette température est généralement sous contrôle. Le flux de vapeur dépend de la chaleur fournie au ballon, qui est régulée par un contrôleur de puissance intégré à l'équipement de chauffage. Ainsi, le débit de condensation est directement lié à la puissance de chauffe.

2.8.3.4 Rapport de masse

Plusieurs chercheurs ont étudié ce paramètre pour minimiser le gaspillage d'eau et améliorer l'efficacité de l'hydrodistillation. Les recherches visent à déterminer le volume d'eau minimum nécessaire pour garantir que toute la surface de la matière végétale soit en contact avec l'eau, assurant ainsi une ébullition solide-liquide efficace grâce à une immersion complète. La forme de la matière végétale a également un impact significatif sur ce processus. Ainsi, la quantité d'eau requise dépend en partie de la forme du matériau végétal utilisé.

2.8.3.5 Temps de l'hydro distillation

La période idéale d'une hydrodistillation correspond au temps requis pour extraire l'huile essentielle totale d'une plante, même si ce temps peut fluctuer en fonction de différents facteurs tels que la granulométrie, le débit de condensation ou le rapport soluté/solvant. En hydrodistillation, il serait impossible d'atteindre un épuisement complet des huiles essentielles. En réalité, le processus est interrompu lorsque le coût supplémentaire de l'opération ne justifie plus la diminution du rendement, car le débit d'extraction diminue rapidement tandis que les coûts demeurent constants.

La composition chimique de l'huile essentielle peut fluctuer lors de l'hydrodistillation, car la diffusion des composés à travers les tissus végétaux est influencée par leur structure et leur localisation, ce qui peut influencer leur trajectoire de diffusion. En outre, une ébullition prolongée peut provoquer des altérations dans la matière végétale, ce qui peut avoir un impact sur la qualité finale du produit.

Conclusion

En conclusion, les procédés d'extraction des huiles essentielles offrent une gamme de techniques adaptées à divers types de plantes et de produits finis. Des méthodes traditionnelles comme l'hydrodistillation aux techniques plus modernes comme l'extraction au CO₂ supercritique, chaque approche présente des avantages spécifiques en termes de rendement, de qualité des huiles essentielles obtenues, et d'impact environnemental. L'expression à froid est idéale pour les agrumes, tandis que l'extraction par solvants volatils peut être utilisée pour des plantes plus délicates.

Chapitre 3

Matériels et méthodes

Introduction

L'extraction d'huiles essentielles à partir de plantes aromatiques est un processus fondamental dans de nombreux domaines, allant de la parfumerie à la médecine traditionnelle. Dans ce chapitre, nous nous concentrons sur l'application spécifique du procédé d'hydrodistillation pour extraire l'huile essentielle de Laurier (Laurus nobilis). Le Laurier, plante largement utilisée pour ses propriétés aromatiques et médicinales, offre un potentiel précieux pour la production d'huile essentielle aux multiples applications.

3.1 La récolte de la plante

Tout d'abord, nous décrivons le contexte de notre étude, notamment le type de plante utilisée, qui est le Laurier (Laurus nobilis), ainsi que sa provenance. La récolte des feuilles de Laurier pour cette étude a été réalisée dans la région d'Ait Smail à Bejaia le 16 février 2024.

3.2 Protocole d'extraction (l'hydrodistillation)

Nous décrivons le processus de préparation des échantillons avant l'extraction. Les feuilles de Laurier sont soigneusement triées et nettoyées, avec une séparation entre les feuilles, et les tiges. Après cette étape, les échantillons sont soumis à un processus de séchage à température ambiante et à l'ombre jusqu'à ce que leur poids soit stabilisé, assurant ainsi des conditions optimales pour l'extraction de l'huile essentielle.

L'hydrodistillation a été réalisée à l'échelle laboratoire à l'aide du dispositif expérimentale schématisé par la figures 3.1 et 3.2, Il comprend un ballon d'une capacité d'un

litre servant à contenir l'eau et la matière végétale. Ce ballon est relié directement à un extracteur de type Clevenger ayant servi à l'hydrodistillation. Ce montage nous permet d'extraire l'huile essentielle de manière efficace tout en conservant ses propriétés aromatiques et médicinales.



Figure 3.1: Hydrodistillation des huiles essentielles : montage de Clevenger



Figure 3.2: Robinet de Clevenger pour la récupération de l'huile essentielle

3.3 La conservation de l'huile

Après avoir extrait l'huile essentielle nous l'avons pesées et conservées dans un flacon bien fermée avec de papier d'aluminium pour le protéger de la lumière, puis stockés dans un réfrigérateur à une température 6°C

3.4 Paramètres d'étude

Le rendement de l'hydrodistillation est influencé par plusieurs paramètres tels que le temps, le débit de condensation, le rapport masse de matière végétale/masse d'eau.

3.4.1 Détermination de temps d'extraction

Pour optimiser le rendement de l'extraction, nous avons commencé par préparer l'échantillon de laurier. Les feuilles de Laurier sont concassées, mais non broyées. Un poids précis de 55 grammes de matière végétale est pesé, et 550 ml d'eau sont ajoutés, établissant ainsi un rapport de masse de 1/10 (Mv=55g, Eau=550ml).

L'extraction est réalisée en utilisant le montage de Clevenger. Nous avons travaillé avec un débit de (D4) et procédé à l'extraction à trois durées différentes : 1h30, 2h et 3h. À chaque intervalle, le rendement de l'huile essentielle extraite est calculé pour déterminer le temps optimal d'extraction.

3.4.2 Détermination du Débit de condensation

Le rendement de l'extraction d'huile essentielle par hydrodistillation est également influencé par le débit de condensation, qui dépend du flux de vapeur sortant du ballon de distillation et de la puissance de chauffage appliquée. Nous avons réalisé des extractions en fixant le rapport de masse à 1/10 et en variant le débit de condensation (D). nous avons utilisé les débits de condensation suivants :

- D1= 0.17
- D2= 1.02
- D3= 1.34
- D4= 2.47

le temps d'extraction est fixé en se basant sur l'analyse de temps d'extraction,

3.4.3 Détermination de rapport de masse

Le rapport de masse (rapport entre la masse de la matière végétale et l'eau en g) est un paramètre crucial qui influence considérablement le rendement et la qualité de l'huile essentielle extraite par hydrodistillation. Un rapport optimal permet une extraction efficace des composés aromatiques tout en minimisant la consommation d'eau et d'énergie.

Dans cette étude, nous avons évalué l'effet de différents rapports de masse sur le rendement en huile essentielle de laurier. Les rapports suivants ont été testés :

- -1/4
- -1/6
- -1/8
- -1/10
- -1/12

Pour chaque rapport, une quantité précise de feuilles de laurier a été pesée et ajoutée à un volume d'eau correspondant. L'extraction a été réalisée en fixant le temps d'extraction et le débit de condensation en se basant sur les résultats obtenus par l'étude de ces deux paramètres. Le rendement en huile essentielle a été calculé pour chaque rapport.

3.5 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 utilisée (M_{MV}) . Il est calculé par la formule suivante :

Rendement (%) =
$$\frac{M_{HE}}{M_{MV}} \times 100$$

3.6 Analyse de l'huile essentielle par spectroscopie infrarouge (IR)

L'analyse IR, nous permet de déterminer les groupes fonctionnels. Cette analyse a été menée sur un appareil de spectroscopie infrarouge de type IRSpirit en plaçant une goutte de l'huile essentielle directement sur la surface de mesure (Figure 3.3). L'analyse a été faite sur une plage de longueur d'onde allant de **400-4000** cm⁻¹.



Figure 3.3: L'appareille d'IR.

3.7 Activités antioxydantes de laurier

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

Principe : Le pouvoir réducteur d'un extrait est lié à son activité antioxydante. Cette méthode permet d'évaluer la capacité des extraits testés à réduire le fer ferrique (Fe³⁺) du complexe ($K_3Fe(CN)_6$) en fer ferreux (Fe²⁺). Une augmentation de l'absorbance indique une augmentation du pouvoir réducteur des extraits analysés. Cette méthode a été

initialement décrite par Oyaizu en 1986.

Figure 3.4: Mécanisme réactionnel intervenant lors du test FRAP entre le complexe tripyridyltrizine ferrique Fe (III) et un antioxydant (AH).

Mode opératoire

- 1.5ml d'extraits,
- 1.5ml de tampon phosphate (0,2 M; pH 6.6), (Figure 3.5(d))
- 1.5ml de ferricyanure de potassium $(K_3Fe(CN)_6)$ à 1%, (Figure 3.5(c))
- Agitation et incubation 20 min à 50°C dans un bain-marie,
- Ajouter immédiatement 1.5 ml de acide trichloracétique (TCA) à 10%, (Figure 3.5(a))
- Centrifugation 10min (3000 tours pendant 10min),
- 1.5ml du surnageant +1.5ml d'H₂O distillée,
- 0.5 ml de chlorure ferrique FeCl₃ (0.1%), (Figure 3.5(b))
- Lecteur de L'Abs à 700nm,
- Pour le blanc, l'extrait est remplacé par du méthanol,

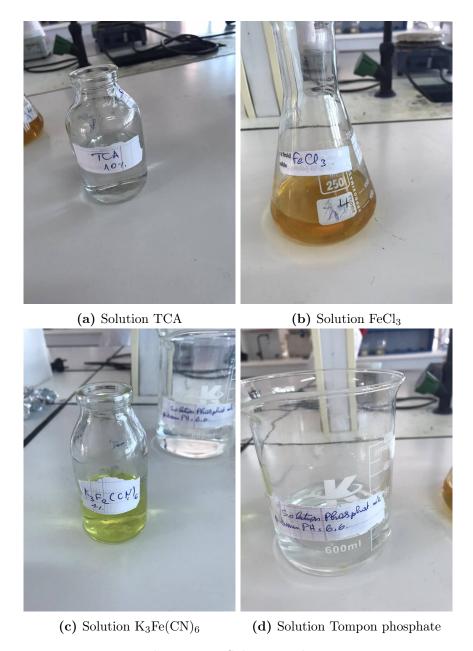


Figure 3.5: Solution utilisées

Expression des résultats : À chaque concentration testée, une absorbance est mesurée et les résultats sont représentés graphiquement.

3.7.2 Test de piégeage du radical DPPH

Principe : La méthode d'inhibition du radical libre 2,2-diphényl-2-picryl-hydrazyle (DPPH) est réalisée selon le protocole établi par Blois en 1958 [32]. Cette méthode permet d'évaluer la capacité de piégeage des radicaux libres et de déterminer la concentration inhibitrice médiane (IC_{50}) des substances antioxydantes. Le DPPH est un radical libre de

couleur violette (forme oxydée) qui devient jaune (forme réduite) lorsqu'il interagit avec des substances antioxydantes qui lui transfèrent un proton (Figure 3.6).

$$\begin{array}{c|c} O_2N & O_2N \\ \hline N-N & NO_2 + Antioxydant-OH \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} O_2N & NO_2 + Antioxydant-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} O_2N & NO_2 + Antioxydant-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} O_2N & NO_2 + Antioxydant-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} O_2N & NO_2 + Antioxydant-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} O_2N & NO_2 + Antioxydant-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} O_2N & NO_2 + Antioxydant-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} O_2N & NO_2 + Antioxydant-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} O_2N & NO_2 + Antioxydant-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} O_2N & NO_2 + Antioxydant-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} O_2N & NO_2 + Antioxydant-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} O_2N & NO_2 + Antioxydant-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} O_2N & NO_2 + Antioxydant-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} O_2N & NO_2 + Antioxydant-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} O_2N & NO_2 + Antioxydant-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} O_2N & NO_2 + Antioxydant-O \\ \hline \end{array}$$

Figure 3.6: Réduction du radical DPPH par un antioxydant.

Mode opératoire : Mélanger :

- 1,5ml de solution d'extraits,
- 0,5ml de solution DPPH (0,1mM dans le méthanol),
- Bien agiter,
- Incubation pendant 30 minutes à l'obscurité,
- Mesurer les Absorbances à 517nm,
- Le blanc du test contient : 1,5ml d'extrait et 0,5ml de méthanol,
- Le contrôle contient 1,5ml de méthanol et 0,5 ml de DPPH,
- Pour chaque concentration, le test est réalisé en triple (pour tous les tests).

Expression des résultats: Les résultats sont présentés en pourcentage d'inhibition, calculé à l'aide de la formule suivante:

% d'inhibition du radical DPPH =
$$\left(\frac{A_c - A_t}{A_c}\right) \times 100$$

où A_c est l'absorbance du contrôle et A_t est l'absorbance du test soustraite de l'absorbance du blanc du test.

Les IC_{50} , correspondant aux concentrations d'extraits qui neutralisent 50% du DPPH, sont déterminées à partir des courbes représentant l'inhibition en fonction de la concentration.

Conclusion

Ce chapitre a mis en lumière l'importance de la méthode d'hydrodistillation pour produire une huile essentielle de qualité à partir de Laurier. Nous avons détailler les conditions opératoire de hydrodistillation et les protocoles utilisées pour les testes de l'activité antioxydante ainsi que la méthode de l'analyse de la composition chimique.

Chapitre 4

Résultats et discussion

Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons et discutons les résultats obtenus lors de l'extraction de l'huile essentielle de Laurier par hydrodistillation. Nous analyserons les divers paramètres opératoires, tels que le temps d'extraction, le débit de condensation et le rapport de masse, qui influencent le rendement de l'extraction. Nous examinerons l'activité antioxydante de l'huile essentielle extraite.

4.1 Etude des paramètres opératoire 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.

4.1.1 Détermination de temps d'extraction

Après avoir analysé les rendements obtenus à chaque durée, nous avons constaté que le rendement à 2 heures et 3 heures était très proche (Figure 4.1). Ainsi, pour maximiser l'efficacité et économiser du temps, nous avons choisi une durée d'extraction de 2 heures. Ce choix est justifié par le fait que la majorité de l'huile essentielle est extraite de la matière végétale dans ce laps de temps, offrant un bon compromis entre rendement et durée d'extraction.

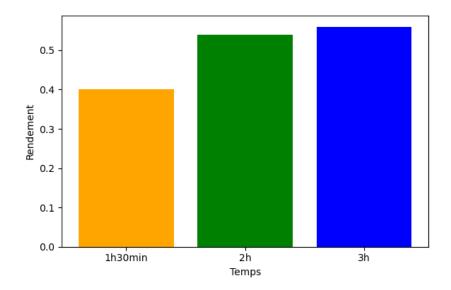


Figure 4.1: Rendement en HE en fonction de temps d'extraction.

4.1.2 Détermination du débit de condensation

Nous avons réalisé des extractions en variant le débit de condensation en réglant les puissances de chauffage (Figure 4.2). Les débits (D) de condensation mesurés étaient les suivants :

 $D_1: 0.169\,\mathrm{ml/min}$

 $D_2: 1.02\,\mathrm{ml/min}$

 $D_3: 1.34\,\mathrm{ml/min}$

 $D_4: 2.47\,\mathrm{ml/min}$

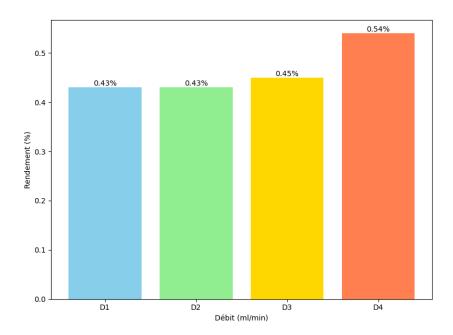


Figure 4.2: Rendement en huile essentielle en fonction de débit de condensation.

Ces débits ont été calculés en mesurant le volume de distillat récupéré (V) divisé par le temps.

À chaque débit, nous avons mesuré la quantité d'huile essentielle récupérée sur une période de temps fixe. Les résultats montrent comment la quantité de distillat récupéré par unité de temps varie en fonction du débit de condensation.

- **Débit D₁ : 0.169 \text{ ml/min}** la récupération d'huile essentielle est la plus faible en raison du faible flux de vapeur.
- **Débit D₂ : 1.02 ml/min** augmentation significative de la récupération d'huile essentielle, indiquant une meilleure efficacité d'extraction .
- Débit D_3 : 1.34 ml/min augmentation continue de la récupération d'huile essentielle.
- **Débit D₄ : 2.47 ml/min** la récupération d'huile essentielle est la plus élevée, montrant que ce débit est optimal pour notre système.

Après avoir analysé les résultats, nous avons choisi d'utiliser le débit de condensation D_4 (2.47 ml/min) pour nos extractions. Ce débit a permis d'obtenir le meilleur rendement en huile essentielle, tout en maintenant une efficacité optimale du processus.

4.1.3 Détermination de rapport de masse

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

Rapport	Masse de feuilles (g)	Volume d'eau (ml)	Rendement (%)
1/4	40	160	0.37
1/6	40	240	0.45
1/8	40	320	0.52
1/10	40	400	0.54
1/12	40	480	0.77

Tableau 4.1: Résultats de rapport de masse

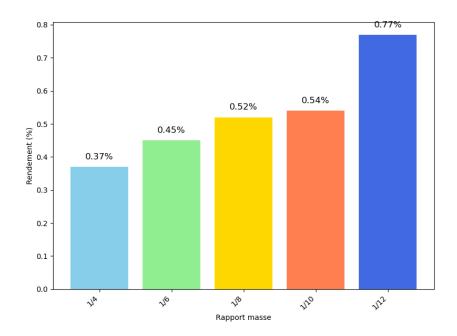


Figure 4.3: Rendement en huile essentielle en fonction de rapport de masse.

L'analyse des résultats (Figure 4.1) révèle que le rapport de masse 1/12 offre le rendement en huile essentielle le plus élevé (0.77%). Cela suggère que ce rapport permet une extraction optimale des composés aromatiques des feuilles de laurier. Les rapports 1/8 et 1/10 présentent également des rendements intéressants, tandis que les rapports 1/4 et 1/6 s'avèrent moins efficaces.

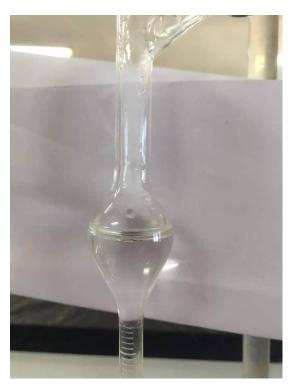
Les feuilles de laurier ont donné un rendement de 0.77% ce qui est inférieur aux pourcentages rapporté par d'autres travaux tels que **Haddouchi et all 2009** avec un rendment de 1.2%. Ce faible rendement peut être du au climat qui caractérisé la région de Ait smail à Bejaïa .

4.2 Caractéristiques organoleptiques d'huile essentielle de Laurier :

Les images ci-dessous (Figure 4.4) illustrent les résultats obtenus de l'extraction des huiles essentielles de laurier, réalisée en suivant le protocole décrit précédemment.







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

Figure 4.4: Résultat de l'extraction

Nous comparons dans le tableau (Tableau 4.2) les propriétés de notre huile essentielle à celles spécifiées par la norme AFNOR ISO 3140.

Tableau 4.2: Caractéristiques de l'huile essentielle de laurier comparées à la norme AFNOR ISO 3140

	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

Les résultats montrent que notre huile essentielle de laurier est conforme aux spécifications de la norme AFNOR ISO 3140. L'aspect de notre huile est décrit comme un liquide limpide, fluide et mobile, ce qui correspond parfaitement à la norme. De même, la couleur de notre huile, allant du jaune très pâle au transparent, est en accord avec les exigences de la norme. En termes d'odeur, notre huile présente une fragrance fraîche et épicée, similaire à celle décrite par la norme AFNOR ISO 3140.

4.3 Analyse par spectroscopie infrarouge

La spectroscopie IR permet de repérer la présence de certaines liaisons et d'en déduire les groupes caractéristiques présents dans la molécule. La figure suivante représente le spectre IR de notre huile essentielles.

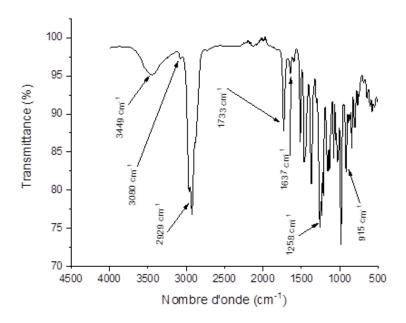


Figure 4.5: Le spectre infrarouge de l'huile essentielle de laurier

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 4.3)

Tableau 4.3: Types de liaisons et leurs nombres d'onde dans le spectre IR.

Type de liaison	Nombre d'onde (cm^{-1})
C _{tri} -H	915
C-O	1258
C=C	1637
C=O ester	1733
C _{tét} -H	2929
C _{tri} -H	3080
О-Н	3449

4.4 Détermination de l'activité antioxydante

4.4.1 Test de Pouvoir réducteur

Dans cette section, nous évaluons l'activité antioxydante de l'huile essentielle de laurier extraite par hydrodistillation. Les mesures des concentrations pour différentes expériences sont présentées dans le tableau ci-dessous et illustrées dans la figure correspondante (Figure 4.6).

Tableau 4.4: L'absorbance de l'HE de laurier

	C_1	C_2	C_3	C_4	C_5	C_6
ABS1	0.141	0.143	0.149	0.151	0.153	0.163
ABS2	0.140	0.144	0.148	0.152	0.154	0.166
ABS3	0.140	0.143	0.148	0.150	0.152	0.162
ABS_{Moy}	0.140	0.143	0.148	0.151	0.153	0.163

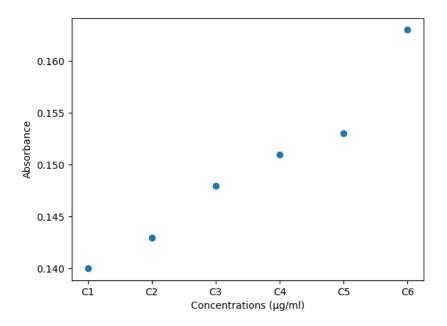


Figure 4.6: L'absorbance de l'HE de laurier en fonction de leur concentration

L'activité réductrice des huiles essentielles consiste à déterminer la capacité des HE à piéger des électrons. Les antioxydants réducteurs déclenchent la transformation de de l'ion ferrique (Fe³⁺) présent dans le complexe K₃Fe(CN)₆. Le pouvoir réducteur de l'huile essentielle a été évalué et représenté par les absorbances notées (voir figure 4.6), nous avons enregistré une absorbance de 0,163 à la concentration 0.1mg/ml pour l'HE du laurier noble. D'après les résultats obtenus, nous pouvons déduire que l'essence isolée à partir de la plante Laurus nobilis L. est pourvue d'une activité réductrice modérée .Ce résultat est inferieur de ceux trouvés [33].

4.4.2 Test de piégeage du radical DPPH

Cette section présente les résultats obtenus lors des tests de piégeage du radical DPPH pour évaluer l'activité antioxydante de l'extrait. Les résultats sont présentés dans le tableau 4.5 et illustrés dans la Figure 4.8.



Figure 4.7: Résultats du DPPH sur microplaque

Les résultats ont montré que notre huile essentielle réduit le radical libre DPPH. La figure suivante (Figure 4.8) éclaircit l'efficacité de l'huile essentielle à piéger les radicaux libres traduits par le taux d'inhibition (I %) en fonction des différentes concentrations.

Tableau 4.5: Résultats de test de piégeage du radical DPPH

Concentrations	Absorbances				
$(\mu \mathbf{g}/\mathbf{ml})$	Teste	Blanc	Contrôle	Moyenne	% d'inhi-
	(A_t)	$(A_{\rm b})$	(A_c)	(A_t)	bition
0.5	0.187	0.101	0.155	0.086	44.50
1	0.172	0.092	0.155	0.080	48.60
2	0.146	0.095	0.155	0.051	67.10
3	0.135	0.095	0.155	0.040	74.40
5	0.116	0.095	0.155	0.020	86.88

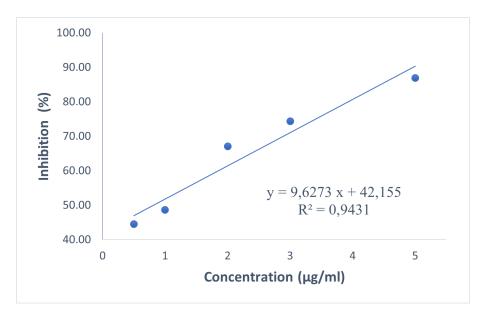


Figure 4.8: Résultats de test de piégeage du radical DPPH

L'huile essentielle testée présente une activité antioxydante pour toutes les concentrations étudiées. Cette activité augmente avec la concentration en huile essentielle de laurier. Plus la valeur d'IC₅₀ est faible, plus l'activité antiradicalaire d'un composé est appréciable. IC₅₀ de notre huile est déterminé à partir de la courbe de régression linéaire (Figure 4.8). La valeur d'IC₅₀ obtenue est de 0.81. Dans ce travail l'activité antiradicalaire de laurier est inférieur à ceux trouvés par H.Hadjloum et T.Ould Ali 2018 [34], et Simic et al, 2003 [13].

Conclusion

En résumé, les résultats obtenus ont mis en évidence les propriétés intéressantes de l'huile essentielle de laurier, notamment en termes d'activité antioxydante. Bien que l'efficacité soit inférieure à celle de certains travaux, cette huile essentielle présente un potentiel notable pour des applications dans les secteurs cosmétiques et alimentaires.

Conclusion Générale

Les huiles essentielles sont des produits naturels complexes dont l'efficacité dépend de multiples facteurs, notamment les conditions de culture et les procédés d'extraction.

Dans le présent travail au début, nous avons intéressé à l'influence des conditions opératoires de l'extraction par hydrodistillation des huiles essentielles de laurier sur le rendement d'extraction à savoir : le temps, le débit de condensation et rapport de masse.

Ensuite, nous avons caractérisés notre huile essentielle par l'analyse IR. A la fin, nous avons intéressé à l'étude de pouvoir antioxydant par deux méthodes : par le pouvoir réducteur du fer (FRAP) et par le test d'inhibition de DPPH. L'analyse des conditions opératoires de l'hydrodistillation montre que l'augmentation du débit de condensation ainsi que le rapport de masse entrainent une augmentation du rendement en huile essentielle qui atteint 0.77% pour un débit de 2.47 ml/min et un rapport de masse de 1/12.

Les caractéristiques organoleptiques (aspect, odeur, couleur) de notre huile présentent un aspect liquide, incolore, l'odeur dégagée est agréable avec un caractère des odeurs d'herbes aromatique,

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.

L'analyse par spectroscopie IR prévoit initialement les fonctions organiques disponibles dans la composition de notre huile essentielle. Les résultats obtenus de cette analyse révèlent une composition riche en alcools, alcènes et composés carbonylés. Sur le plan qualitatif, cette caractérisation reste modeste et nécessite des méthodes d'analyses chromatographiques.

Cette étude a montré que l'huile essentielle de laurier possède un potentiel prometteur pour des applications cosmétiques et alimentaires, notamment en tant qu'agent conservateur naturel. Des recherches futures devraient se concentrer sur l'utilisation de d'autres méthodes d'extractions, de caractérisation et l'exploration des effets synergiques de l'huile de laurier avec d'autres composés naturels afin de maximiser ses bénéfices.

Bibliographie

- [1] Quelle est l'histoire de l'huile essentielle? Online. Accessed : April 1, 2024.
- [2] S.Djeddi. Les huiles essentielles : Des mystérieux métabolites secondaires. Presses Académiques Francophones, Allemagne, 2012.
- [3] C.Franz and J.Novak. Sources of Essential Oils, pages 39–40. CRC Press, USA, 2010.
- [4] L.Duval. Les huiles essentielles à l'officine. Thèse de doctorat, UFR de Médecine et de Pharmacie de Rouen, 2012.
- [5] A. Ouibrahim. Evaluation de l'effet antimicrobien et antioxydant de trois plantes aromatiques (Laurus nobilis L., Ocimum basilicum L. et Rosmarinus officinalis L.) de l'Est Algérien. Thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar-Annaba, 2015.
- [6] D.Frédéric, G.Jean-Louis, and P.Jean-Marie. Botanique: systématique moléculaire / F. Dupont J.-L. Guignard; préface du professeur J.-M. Pelt. Abrégés de pharmacie. Elsevier Masson, Issy-les-Moulineaux, 14e édition révisée edition, 2007.
- [7] Tchoumbougnang et al. Contribution à la détermination des teneurs des caractéristiques chimiques et des activités antifongiques des huiles essentielles de quelques plantes aromatiques et condimentaires et médicinales du Cameroun. Thèse de doctorat, Université de Yaoundé I, Yaoundé, Cameroun, 2009.
- [8] L. Caputo, F. Nazzaro, L. F. Souza, L. Aliberti, L. De Martino, F. Fratianni, R. Coppola, and V. De Feo. Laurus nobilis: Composition of essential oil and its biological activities. *Molecules*, 22:930, 2017.
- [9] K.Taleb-Toudert. Extraction et caractérisation des huiles essentielles de dix plantes aromatiques provenant de la région de Kabylie (Nord Algérien). Evaluation de leurs effets sur la bruche de niébé Callosobruchus maculatus (Coleoptera : Bruchidae). Thèse de doctorat, Université Mouloud Mammeri, 2015.
- [10] P.D. Leo Lira, D. Retta, E. Tkacik, J. Ringuelet, J.D. Coussio, C.V. Baren, and A.L. Bandoni. Essential oil and by-products of distillation of bay leaves (laurus nobilis l.) from argentina. *Industrial Crops and Products*, 30:259–264, 2009.

- [11] Flamini et al. Comparison between the conventional method of extraction of essential oil of laurus nobilis l. and a novel method which uses microwaves applied in situ, without resorting to an oven. *Journal of Chromatography A*, 1143:36–40, 2007.
- [12] Adrien M. Monfroy. L'aromathérapie en rhumatologie : une alternative aux antiinflammatoires non stéroïdiens. Thèse de doctorat en pharmacie, Université de Lille 2, 2012.
- [13] M. Simic, T. Kundakovic, and N. Kovacevic. Preliminary assay on the antioxidative activity of laurus nobilis extracts. *Fitoterapia*, 74:613–616, 2003.
- [14] D.B.M. Marquez, G.C.M. Avila, J.E. Wong-Paz, R.B. Cerda, R.R. Herrera, and C.N. Aguilar. Ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from laurus nobilis l. and their antioxidant activity. *Ultrasonics Sonochemistry*, 20:1149–1154, 2013.
- [15] O. Ouchikh, T. Chahed, R. Ksouri, M.B. Taarit, H. Faleh, C. Abdelly, M.E. Kchouk, and B. Marzouk. The effects of extraction method on the measured tocopherol level and antioxidant activity of laurus nobilis vegetative organs. *Journal of Food Composition and Analysis*, 24:103–110, 2011.
- [16] M.I. Dias, L. Barros, M. Duenas, R.C. Alves, M.B.P.P. Oliveira, C.S. Buelga, and I.C.F.R. Ferreira. Nutritional and antioxidant contributions of laurus nobilis l. leaves: Would be more suitable a wild or a cultivated sample? *Food Chemistry*, 156:339–346, 2014.
- [17] A. Boulila, I. Hassen, L. Haouari, F. Mejri, I. Ben Amor, H. Casabianca, and K. Hosni. Enzyme-assisted extraction of bioactive compounds from bay leaves (laurus nobilis 1.). *Industrial Crops and Products*, 74:485–493, 2015.
- [18] S.M.d. Silveira, F.B. Luciano, N. Fronza, A. Cunha Jr., G.N. Scheuermann, and C.R.W. Vieira. Chemical composition and antibacterial activity of laurus nobilis essential oil towards foodborne pathogens and its application in fresh tuscan sausage stored at 7c. LWT Food Science and Technology, 59:86–93, 2014.
- [19] M. Chmit, H. Kanaan, J. Habib, M. Abbass, A. Mcheik, and A. Chokr. Antibacterial and antibiofilm activities of polysaccharides, essential oil, and fatty oil extracted from laurus nobilis growing in lebanon. Asian Pacific Journal of Tropical Medicine, 7:546– 552, 2014.
- [20] U.D. Corato, O. Maccioni, M. Trupo, and G.D. Sanzo. Use of essential oil of laurus nobilis obtained by means of a supercritical carbon dioxide technique against post harvest spoilage fungi. *Crop Protection*, 29:142–147, 2010.

- [21] C.N. Hassiotis and E.I. Dina. The effects of laurel (laurus nobilis l.) on development of two mycorrhizal fungi. *International Biodeterioration and Biodegradation*, 65:628–634, 2011.
- [22] Extraction methods of natural essential oil. Online. Accessed: April 6, 2024.
- [23] L'extraction par solvants volatils. Online. Accessed: May 2, 2024.
- [24] M. Piochon. Étude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore laurentienne : composition chimique, activités pharmacologiques et hémi-synthèse. Mémoire pour la maîtrise en ressources renouvelables, Université du Québec à Chicoutimi, 2008.
- [25] F. Chemat, V. Tomao, and M. Virot. Ultrasound-assisted extraction in food analysis. In Semih Ötles, editor, *Handbook of Food Analysis Instruments*, pages 85–103. CRC Press, Boca Raton, Florida, USA, 2008.
- [26] S. Chemat, A. Lagha, H. Ait Amar, and F. Chemat. Ultrasound assisted microwave digestion. *Ultrasonics Sonochemistry*, 11:5–8, 2003.
- [27] S. Boutefnouchet and M. Faucon. Argumentaire version longue, 2018.
- [28] A. Farhat. Vapo-Diffusion assistée par Micro-ondes : Conception, Optimisation et Application. Thèse de doctorat en sciences, Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse et L'École Nationale d'Ingénieurs de Gabès, 2010.
- [29] M. Bouras. Évaluation de l'activité antibactérienne des extraits de certaines plantes de l'est algérien sur des souches résistantes aux antibiotiques. Thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar-Annaba, 2018.
- [30] C.Besombes. Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydro-thermomécanique d'herbes aromatiques : applications généralisées. Thèse de doctorat, Université de La Rochelle, 2008.
- [31] K.Karl-Heinz. History and sources of essential oil research. In K. Hüsnü Can Baser and Gerhard Buchbauer, editors, *Handbook of Essential Oils : Science, Technology and Applications*, pages 5–6. CRC Press, USA, 2010.
- [32] M.S. Blois. Antioxidant determinations by the use of a stable free radical. *Nature*, 181:1199–1200, 1958.
- [33] A. Ouibrahim, Y. Tlili-Ait Kaki, S. Bennadja, R. Mansouri, S. Ait Slimane-Ait Kaki, S. Khbizi, and M. Djebar. Activité antioxydante et anti-candidosique de l'huile essentielle de laurus nobilis l. provenant de la région d'el kala (nord-est algérien). Algerian Journal of Natural Products, 3:3-2015, 01 2015.
- [34] H.Hadjloum and T.Ould Ali. Etude analytique et thérapeutique de l'huile essentielle de laurus nobilis l. (tigarsalt). mémoire de master, Université Mouloud Mammeri Tizi Ouzou, 2018.