

17/89

وزارة التعليم العالي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

AED

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : *Génie Chimique*

PROJET DE FIN D'ETUDES

S U J E T

*Extraction et étude
analytique de la concrète
de l'Armoise blanche*

Proposé par :

Mme S. Charchari

Etudié par :

Melle. () Merod

Dirigé par :

Mme S. Charchari

PROMOTION : *Juin 1989*

Ministère de l'Enseignement Supérieur
Ecole Nationale Polytechnique

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

وزارة التعليم
المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات

- o - o -

Département : Génie Chimique
Promoteur : Madame CHARCHARI
Elève Ingénieur : Melle MERAD O.

دائرة الهندسة الكيميائية
الموجه: السيدة شوشاري
التلميذ المهندس: الأتيسة موار.و.

Sujet : Extraction et étude analytique de la concrète de
l'Armoise blanche.

Résumé : Ce travail porte sur l'extraction, l'étude de la composition chimique et de l'activité anti-microbienne de la concrète de l'Armoise blanche.

L'influence de trois facteurs sur le rendement et la composition de la concrète a été étudiée : la durée de l'extraction, le nombre des extractions successives et la période de végétation de la plante.

L'analyse qualitative et quantitative par spectroscopie infra-rouge et par chromatographie en phase gazeuse de la concrète a permis d'élucider en partie le mécanisme de l'extraction et de fixer les conditions optimales permettant d'obtenir la concrète dont la composition se rapproche le plus de l'huile essentielle de la plante, de qualité commerciale.

L'évaluation de l'activité anti-microbienne de la concrète a montré qu'elle possède une activité très élevée vis à vis de *C. albicans* et *P. mirabilis*.

Thema : Fördermenge und analytische Studie der Feste der Artame-sia Herba Alba Asso.

Diese Arbeit lieziet sich auf die fördermenge, die studie der chemischen zusammensetzung und die antimikrobentatigkeit der feste des weiß en beifusses. Der einfluß der drei faktoren über den ertrag und die zusammensetzung der feste ist studiert worden : die dauer der fördermenge, die zahl der ununterbrochener

fördermengen und die periode der vegetation der pflanz

Qualitative und quantitative untersuchung durch spek-
troskopie I.R. und durch C.P.G. der feste hat gestattet, einen
teil des mechanismus der fördermenge zu erklären und auch die
optimalen bedingungen zu leinden, die erhaltung der feste ges-
tatten, deren zusammensetzung sich mehr dem wesentlichen pflan-
zanöl der pflanze nähert, von handelsqualita.

Die schätzung der antimikroben-tätigkeit der feste hat
gezeigt, daß eine sehr hohe tätigkeit gegenüber dem C. albicans
und P. mirabilis besitzt.

الموضوع: قطف ودراسة تحليلية لقطف الشاي.

الملخص: يتناول هذا العمل القطف، الدراسة للتركيب
الكميائي و الصفات الممنادة للجراثيم لقطف الشاي.
درس تأثير العوامل الثلاثة: علما صردية وتركيب
لقطف الشاي: صدة القطف و عدد عمليات القطف المتتالية
وفرة النبات.

سمح التحليل النوعي والكمي بفضل السبكتروسكوب
الأشعة الحمراء (IR) و كروماتوغرافية (CPG) بفهم طرف من
طرف القطف و بتحديد الشروط التي تمنع من الحصول علما
قطف ذات تركيب يقارب ربيت النبات ذو نوعية تجارية
جيدة.
كشفت دراسة نشاط المفضد للجراثيم فعاليتا مند

. P. Mirabilis و C. Albicans

- LES MEMBRES DU JURY -

- Président : Madame R. DERRICHE,
Maître-Assistante à l'E.N.P.

- Examineurs :
 - Monsieur R. RASAFINSTALAMA
Professeur à l'E.N.P.

 - Monsieur Y. BOUMGHAR,
Maître-Assistant à l'E.N.P.

- Promoteur : Madame S. CHARCHARI,
Maître-Assistante à l'E.N.P.

Ce travail a été réalisé au Département de Génie Chimique de l'École Nationale Polytechnique d'Alger, sous la direction de Madame CHARCHARI S., Maître-Assistante au Département de Génie Chimique.

Je tiens à exprimer particulièrement ma profonde gratitude à Madame CHARCHARI qui, durant tout le temps imparti à mon travail, m'a apporté un concours très apprécié non seulement sur le plan pédagogique mais aussi sur le plan moral et qui n'a jamais cessé de m'encourager.

- REMERCIEMENTS -

Que Madame DERRICHE, Maître-Assistante au Département Génie Chimique de l'E.N.P., trouve ici l'expression de ma sincère gratitude pour m'avoir accordé l'honneur de présider les travaux de mon jury.

Il me plaît également de remercier chacun des membres de mon jury :

- Monsieur R. RASAFINSTALAMA, Professeur à l'E.N.P.,
- Monsieur Y. BOUMGHAR, Maître-Assistant à l'E.N.P.

Par ailleurs, je voudrais remercier particulièrement Monsieur MANSOURI Hocine, de l'Hôpital de Baïnem, pour l'aide précieuse qu'il m'a apportée au cours de mon travail.

Je ne saurais oublier d'exprimer ma vive reconnaissance à tout le personnel, aussi enseignant qu'administratif du Département de Génie Chimique, parmi lesquels :

- Mademoiselle BOUTEKEDJIRET,
- Monsieur BENYOUCEF,
- Monsieur CHITOUR.

Sans oublier de remercier tous les amis et les étudiants qui m'ont apporté leur aide d'une manière ou d'une autre pour mener à bien la réalisation de mon projet.

Enfin, je remercie mes soeurs, mes frères et mes cousins qui ont, à leur manière, contribué à la réalisation de ce travail, particulièrement :

- MERAD Nadia et Saleha,
- MERAD Hocine,
- MEBTOUCHE Zakia.

A mon père et à ma mère,
A la mémoire de mon frère "Ravah",
A mes soeurs et frères,
A mes nièces et neveux,
A mes beaux-frères,
A Fanfan,
A toute ma famille.

- LISTE DES TABLEAUX -

- Tableau 1 : Influence de la durée d'extraction sur le rendement de la concrète.
- Tableau 2 : Variation du rendement en fonction du nombre des extractions.
- Tableau 3 : Influence de la période de végétation de la plante sur le rendement de la concrète obtenue par épuisement complet.
- Tableau 4 : Dosage du camphre et thuyone dans la concrète de l'échantillon d'Octobre pour différentes durées et répétitions d'extractions.
- Tableau 5 : Evaluation de la masse de camphre et thuyone dans la concrète pour chaque échantillon et du rendement de l'extraction.
- Tableau 6 : Taux de rétention des constituants identifiés.
- Tableau 7 : Variation du pourcentage relatif du camphre et de thuyone dans la concrète en fonction des paramètres étudiés.
- Tableau 8 : Propriétés physico-chimiques des échantillons.
- Tableau 9 : Etude de l'activité anti-microbienne des concrètes vis à vis de certains microorganismes.

- LISTE DES FIGURES -

- Figure 1 : Glandes composites
- Figure 2 : Différentes méthodes d'extraction des produits odorants des matières végétales
- Figure 3 : Pouvoir solvant
- Figure 4 : Appareillage d'extraction par solvants volatils
- Figure 5 : Appareillage d'extraction en continu
- Figure 6 : Spectre infra-rouge de la concrète type "1"
- Figure 7 : Spectre infra-rouge de la concrète type "2"
- Figure 8 : Spectre infra-rouge de l'huile essentielle d'Octobre
- Figure 9 : Spectre infra-rouge de l'huile essentielle de Décembre
- Figure 10 : Spectre infra-rouge de l'huile essentielle de Janvier
- Figure 11 : Chromatogramme de la concrète de type 1
- Figure 12 : Chromatogramme de la concrète de type 2
- Figure 13 : Variation du pourcentage relatif de la concrète en fonction de la durée d'extraction, B.B.A. Octobre.

- LISTE DES ABREVIATIONS -

- B.B.A. Octobre : Armoise blanche de la région de Bordj-Bou-Argeridj cueillie au mois d'Octobre.
- d^{20} : densité de la concrète à la température de 20°C.
- T_f : Température de fusion de la concrète.
- I_a : Indice d'acide de la concrète.
- R % : Rendement de la concrète.
- E % : Rendement par rapport à l'épuisement complet.

- SOMMAIRE -

	Page
Introduction	1
Rappel botanique	3
Travaux antérieurs	7
L'extraction par solvant des plantes	12
I - Rappel théorique	13
I-1- Procédés d'extraction	13
I-1-1- La digestion ou la macération	13
I-1-2- L'enfleurage	15
I-1-3- L'entraînement à la vapeur d'eau	15
I-1-4- L'extraction par solvants volatils	15
I-2- Facteurs essentiels à considérer pour la mise en oeuvre de l'extraction par solvant de la matière végétale	15
I-3- Mécanisme de l'extraction des plantes par solvants volatils	20
II - Partie expérimentale	21
III- Résultats et discussion	27
Etude analytique	32
I - Analyse de la concrète par spectroscopie	33
I-1- Rappels théoriques	33
I-2- Analyse qualitative de la concrète	34
I-2-1- Mode opératoire	40
I-2-2- Résultats et discussion	41
I-3- Analyse quantitative : dosage du camphre et thuyone	41

	Page
1-3-1- Mode opératoire	43
1-3-2- Résultats et discussion	44
II - Analyse de la concrète par chromatographie en phase gazeuse	49
II-1- Rappels théoriques	49
II-2- Mode opératoire	50
II-3- Résultats et discussion	52
III - Propriétés physico-chimiques de la concrète	59
III-1- Détermination de la température de fusion	59
III-2- Détermination de la densité	60
III-3- Détermination de l'indice d'acide	67
III-4- Résultats et discussion	67
Evaluation de l'activité anti-microbienne de la concrète	65
I - Rappels théoriques	66
1-1- Les microorganismes	67
1-2- Méthodes d'évaluation de l'activité microbiologique des composés chimiques	67
1-3- Pouvoir pathogène des microorganismes testés	68
II - Partie expérimentale	70
II-1- Mode opératoire	71
II-2- Résultats et discussion	73
Conclusion	75
Bibliographie	77
Annexes	83

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Introduction

Le monde végétal offre des ressources inépuisables et l'homme, depuis la nuit des temps, a toujours cherché à se servir des plantes pour s'alimenter et se soigner.

Nous ne connaissons malheureusement qu'une infime partie de ce monde fascinant et nous devons à chaque fois qu'il sera possible, le découvrir afin de valoriser cette richesse naturelle que sont les plantes.

Evidemment, ceci nécessite l'effort conjugué de diverses compétences, parmi lesquelles celle de spécialistes en Génie Chimique n'est certainement pas à négliger car la mise en oeuvre et la maîtrise des paramètres des procédés sont bien de son ressort.

Dans cette optique, nous avons entamé l'extraction et l'étude analytique de la concrète de l'Armoise blanche : un terrain tout à fait vierge car, jusqu'à présent, aucun travail n'a été entrepris dans ce domaine.

Nous avons étudié en détail deux des paramètres de l'extraction : la durée et le nombre des extractions successives afin d'optimiser le rendement de la concrète, dont la composition se rapproche qualitativement le plus de celle de l'huile essentielle de la plante.

Nous avons abordé aussi le problème de l'influence de la période de végétation sur la composition de la concrète pour déterminer la meilleure période de la cueillette de la plante.

Enfin, nous avons effleuré une étude permettant l'évaluation de l'activité anti-microbienne de la concrète dans le but de vérifier si oui ou non, en plus de ses qualités olfactives, elle est douée d'un pouvoir bactéricide et, dans le cas d'un résultat positif, examiner l'influence des paramètres étudiés sur ce pouvoir et, surtout, attirer l'attention des compétences concernées afin d'envisager l'utilisation de la concrète en Pharmacie.

Rappel botanique

Les *Artemisia* sont des composés Tubiflores de la tribu des Anthémidées.

Le genre *Artemisia* comporte plusieurs centaines d'espèces réparties pour la plupart dans l'hémisphère boréal : En 1894, ce genre a été divisé par Engler et Pranti en quatre sections. L'*Artemisia herba-alba* Asso appartient à la section *Seriphidium* Bess (2).

Désignée sous le nom d'Armoise blanche ou chih, cette plante spontanée est une herbe très commune en Afrique du Nord et au Moyen Orient. Elle affectionne les climats secs et chauds et existe sous forme de peuplements importants dans les zones désertiques. Très répandue en Algérie : abondante sur les Hauts Plateaux, plus rare au Sahara septentrional, elle couvre près de six millions d'hectares (3).

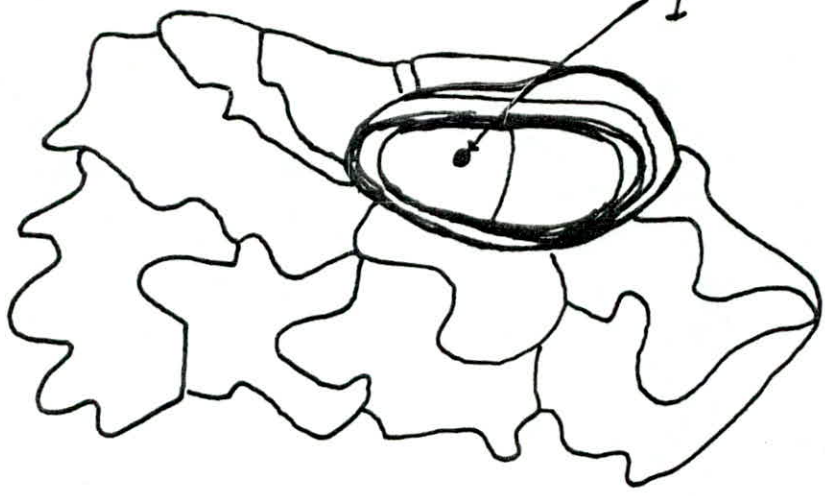
C'est une plante ligneuse qui se présente sous forme de buissons blancs laineux ramifiés, de 30 à 80 cm de hauteur. Les feuilles sont alternées, très divisées. Les fleurs sont jaunes, toutes tubuleuses, groupées en capitules, dont le réceptacle ne présente pas d'écaillés.

Les capitules sont disposés en grappes ou en panicules. Le fruit est un akène comprimé, dépourvu de côtés, sans aigrette ni couronne membraneuse au sommet (4).

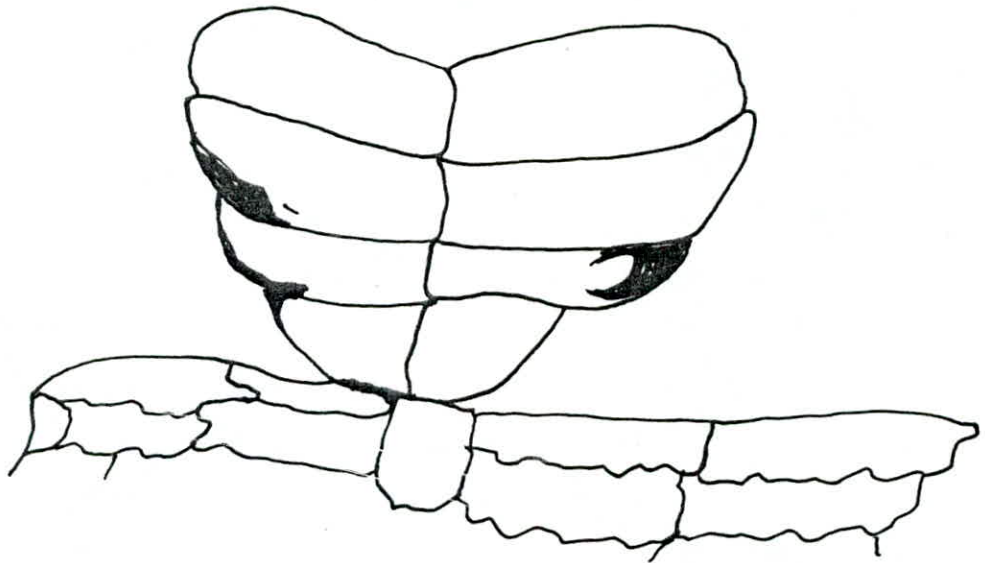
L'Armoise doit son odeur caractéristique à l'huile essentielle libre qu'elle contient. Cette dernière est localisée dans des dépôts : glandes composites faisant partie des organes sécréteurs de la plante.

Appelés exogènes, ces dépôts sont situés à la surface des feuilles, des fleurs, et peu répandus sur les tiges (5). Ce sont des formations épidermiques, constituées d'un pied polycellulaire (fig. 1) (6). Ces cellules sont vivantes et sécrètent l'huile essentielle durant le cycle complet de la végétation de la plante, en la déversant dans l'espace intercellulaire. Une

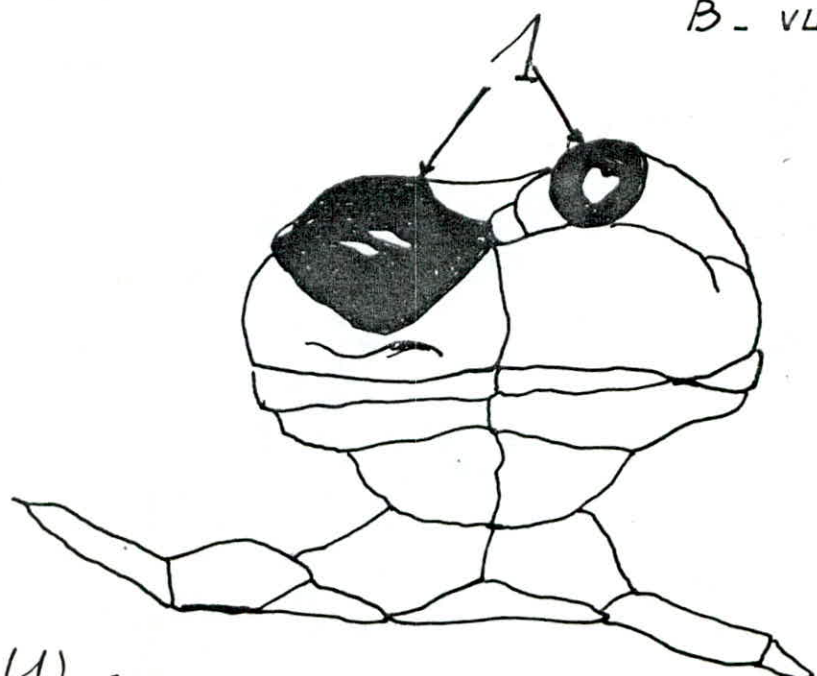
Figure 1: Glandes Composites



A. Vue de haut



B. vue de Profil



(1) Goutte de l'huile essentielle.

C. vue de Profil

membrane (cuticule) couvre le dépôt ainsi formé. Assez résistante à la pression de l'huile accumulée, elle gonfle sans se déchirer, empêche l'huile de s'écouler vers l'extérieur et rend son évaporation difficile. En conséquence, la plante peut être utilisée même à l'état sec pour l'extraction de son huile essentielle par solvants ou par entraînement à la vapeur d'eau.

L'Armoise blanche, l'objet de cette étude, a été cueillie dans la région des Portes de Fer (Bibans), wilaya de Bordj-Bou-Arreidj. Trois échantillons, chacun correspondant à une période précise de la végétation de la plante, ont été étudiés :

- Echantillon 1 : période de boutonisation (Octobre 1988)
- Echantillon 2 : période de floraison (Décembre 1988)
- Echantillon 3 : période après la floraison (Janvier 1989)

Ces échantillons ont été séchés à l'air libre, à l'abri du soleil.

Chacun d'eux a été identifié à l'herbarium du département de Botanique de l'Institut National d'Agronomie comme étant celui d'*Artemisia herba-alba*-Asso.

Travaux antérieurs

Comme nous l'avons déjà mentionné, l'extraction et l'étude analytique de la concrète de l'Armoise blanche n'ont jusqu'à présent fait l'objet d'aucune étude.

Les travaux menés sur cette plante sont plutôt d'intérêt chimiotaxonomique. Ils concernent la composition de son huile essentielle obtenue par l'entraînement à la vapeur d'eau, l'isolation et l'élucidation de la structure des lactones sesquiterpéniques qu'elle contient, en vue de la classification botanique de la plante.

Entreprise au début du siècle, l'étude de l'huile essentielle de l'Armoise blanche (7, 8, 9) a été pendant longtemps abandonnée, puis a, de nouveau, éveillé l'intérêt des chercheurs. Ainsi, Cohen et coll. (10) publient en 1972 leurs résultats sur l'étude analytique de l'huile essentielle de la plante du Maroc. En 1979, Benjilali et Richard (11, 12) étalent cette étude sur une cinquantaine de peuplements et arrivent à distinguer huit chémotypes suivant les constituants majoritaires de l'huile essentielle :

- à α -thuyone : 68 ± 4 %
- à β -thuyone : 58 ± 15 %
- à camphre : 52 %
- à camphre : 43 ± 9 % et cétones (filifolone et chrysanténone)
- à l'acétate de chrysanthenyle : 38 à 70 %
- à α -thuyone 31 ± 3 % et camphre 38 ± 3 %
- à α -thuyone 31 ± 3 % et β -thuyone 30 ± 3 %
- à davanone

En effectuant des études analytiques très poussées sur les mêmes échantillons, Lemberg (13) identifie 25 nouveaux constituants de l'huile essentielle; il constate que la composition de l'huile est fortement influencée par la période et le lieu de végétation de la plante et il préconise, pour sa cueillette, la

période entre Juin et Octobre. D'autre part, il rapporte que, parmi les huit chémotypes d'Armoise ainsi définis, un présente un intérêt commercial : celui dont l'huile est constituée de $31 \pm 3 \%$ de α -thuyone et $38 \pm 3 \%$ des camphre. Ce type de l'huile, connu sous le nom "essence de Marrakech" est le plus recherché par les parfumeurs; actuellement, le Maroc en est le principal producteur (14,15).

Une étude similaire sur un autre peuplement d'Armoise blanche du Maroc permet à Hurabielle, Malsov et Paris (16) de distinguer un autre chimotype à chrysanthenone et proposent de considérer ce constituant comme étant un des critères chimiotaxonomiques de la tribu des Anthemidées.

Ségal, Fenerstein et coll. (17) identifient des alcools monoterpéniques irréguliers dans l'huile essentielle d'Armoise blanche du Moyen-Orient ; ils étudient cinq peuplements de cette plante du point de vue composition de l'huile essentielle et constitution des lactones sesquiterpéniques (18, 19), ils définissent deux nouveaux chémotypes : à cineole-thuyone-camphre et à dérivés du pinane.

En Algérie, la recherche dans ce domaine vient de commencer et les premiers résultats sont assez encourageants (20, 21). L'Armoise blanche, largement utilisée en médecine traditionnelle pour ses effets vermifuge, antispasmodique, émoliant, diurique, cicatrisant, a toujours intrigué les chercheurs et dans le but de rechercher de nouveaux agents thérapeutiques, plusieurs équipes étudient les extraits de l'Armoise obtenus par extraction au moyen de différents solvants à l'échelle de laboratoire. Ainsi, Khafagy et coll. (22) isolent de l'extrait étheropétrolique de la plante d'Égypte, la santonine à laquelle est attribuée l'effet vermifuge de l'Armoise. Plus tard, Gomis et coll. (23) rapportent la présence de santonine, torrentine et déhydroreynosine, des lactones sesquiterpéniques de structure eudesmanolide dans la plante d'Espagne.

Aux Etats-Unis, Gordon et coll. (24) testent sans succès l'extrait alcoolique de l'Armoise du Sinaï contre la tumeur leucémique et isolent trois lactones sesquiterpéniques, de structure germacranolide.

L'activité antimicrobienne de l'huile essentielle et des extraits par différents solvants de l'Armoise blanche a fait objet de plusieurs études.

Yoshphe et coll. (25) testent l'activité de l'huile essentielle de l'extrait méthanolique et de résidu après l'entraînement à la vapeur de l'Armoise d'Israël contre cinq microorganismes. Ils rapportent que seule l'huile présente une activité grâce à un de ses constituants : santolina alcool. Très récemment, ils publient les résultats d'une étude (26) sur l'activité de l'huile et de chacun de ses constituants. Ils trouvent que les responsables de cette activité sont les alcools présents dans l'huile (à l'exception de bornéol), par contre celle des cétones est relativement faible.

En étudiant l'effet antispasmodique de l'huile essentielle, ils trouvent qu'il est 100 à 1000 fois plus important que l'effet bactéricide. A leur avis, ces deux effets sont à l'origine de l'utilisation et l'appréciation de l'Armoise en médecine traditionnelle.

Une étude similaire menée par Ross et coll. (27) aboutit aux mêmes conclusions et, de plus, elle montre l'activité fongicide de l'huile de l'Armoise d'Egypte.

D'autre part, Ramirez (28) s'intéresse à l'activité anti-microbienne des constituants non volatiles d'une autre espèce d'Artemisia. Il trouve une certaine activité vis à vis des microorganismes à Gram positif et à Gram négatif.

Syed Khaquam (29), Al Yahya (30) et Sherif (31) publient des recueils traitant de l'utilisation des plantes du genre Artemisia en médecine traditionnelle respectivement au Pakistan,

en Arabie Séoudite, en Afrique du Nord et au Moyen Orient et ils soulignent l'intérêt pharmacologique que présente l'*Artemisia herba-alba-Asso*.

Au Japon, en Chine et en Bulgarie, les extraits de plantes du genre *Artemisia* sont utilisés pour traiter la carie dentaire (32). Au Brésil, un nouveau remède naturel pour soigner la malaria est mis au point à partir d'un extrait de l'*Artemisia annua* (33).

Televa et coll. (34) trouvent que l'huile essentielle et l'absolu de la même plante possèdent une activité antimycotique. C'est d'ailleurs la seule plante du genre *Artemisia* pour laquelle une étude concernant l'extraction de la concrète a été faite.

En effet, Gueorgiev et coll. (35) étudient l'influence de la durée, du nombre d'extractions successives et de rapport matière végétale-solvant sur le rendement et les qualités olfactives de la concrète d'*Artemisia annua*. Ils constatent que la concentration d'équilibre des substances aromatiques dans le système matière végétale-solvant est atteinte au terme d'une extraction de deux heures et que la prolongation de la durée d'extraction efface progressivement l'arôme caractéristique de la plante dans la concrète.

L'extraction

par solvant des plantes

L'histoire des parfums est celle de l'humanité. Le mot "parfum" vient du latin "perfumum" qui signifie : à travers la fumée; il apparaît dans les documents du premier tiers du XVIème siècle, en 1528. (36)

Plusieurs documents témoignent de l'usage des parfums dans l'Antiquité, en Orient principalement. Outre le culte des divinités, les parfums servaient à soigner les malades, à exalter l'individu. L'art de la parfumerie semble avoir été connu des Chinois, des Hindous, des Egyptiens, des Hébreux, des Assyriens puis des Arabes, des Grecs et des Romains.

Nous ne possédons aucun témoignage sur l'invention des premiers procédés d'élaboration des parfums. Cependant, grâce à la chimie moderne, les méthodes d'extraction des principes odorants des matières végétales ont considérablement progressé (37). Ces méthodes sont très variées car elles sont fonction non seulement des caractères physico-chimiques des produits odorants (tension de vapeur, solubilité, polarité ...) mais aussi de la nature du produit, de sa composition et sa consistance.

1- Rappels théoriques

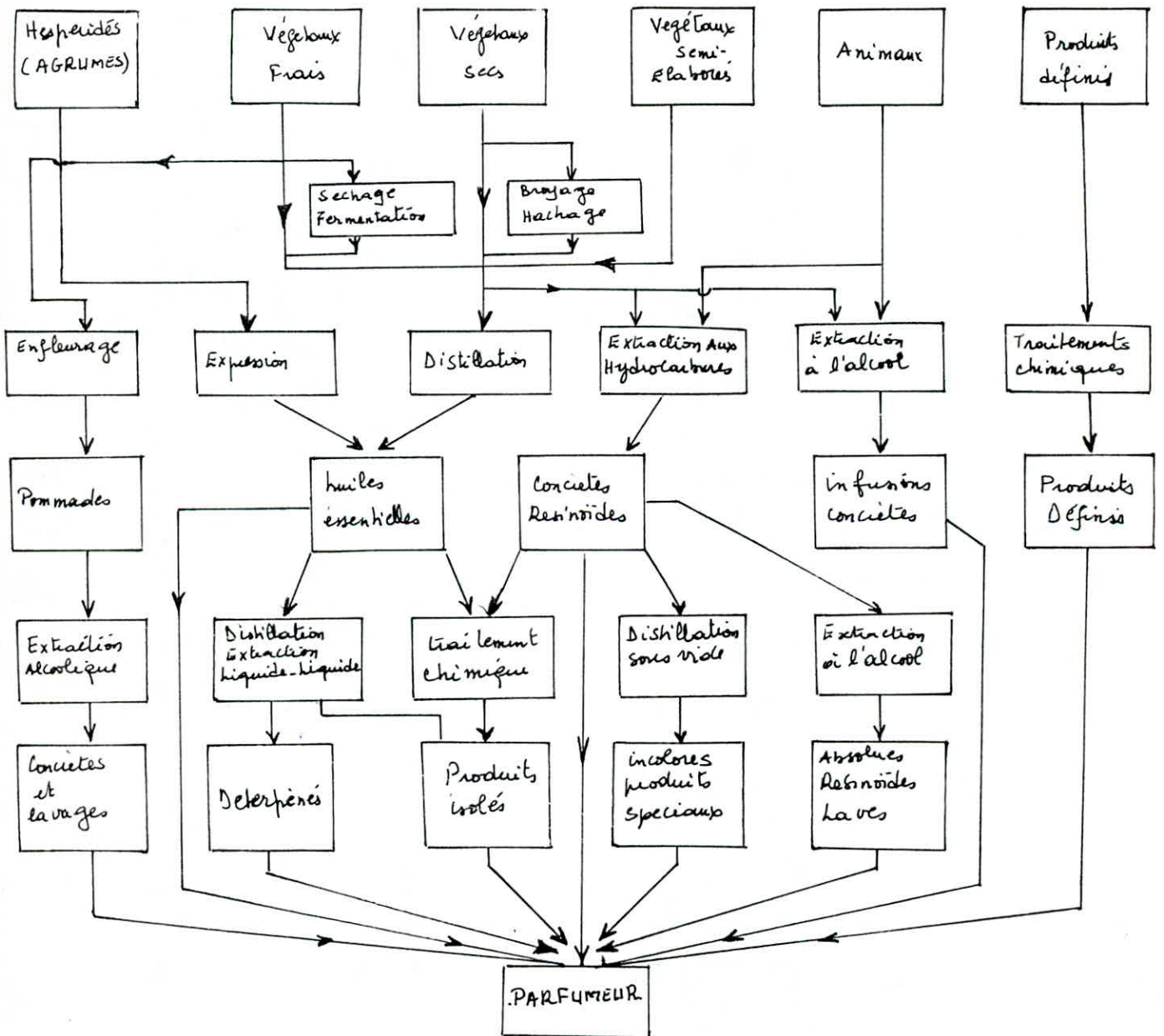
1-1- Procédés d'extraction

Divers procédés sont actuellement utilisés pour l'extraction des produits aromatiques des végétaux et, selon la technique utilisée, l'extraction permet d'obtenir des huiles essentielles, des concrètes, des absolus, des pommades, des résinoïdes ou des infusions (fig. 2) (37). Nous donnerons une brève description des procédés les plus utilisés.

1-1-1- La digestion ou la macération

Ce procédé consiste à tremper la matière végétale dans

Figure 2 : Différentes méthodes d'extraction.



une graisse, dans laquelle les substances aromatiques sont très solubles. Cet épuisement se fait généralement à chaud car la vitesse de l'extraction est supérieure. (37 , 39)

1-1-2- L'enfleurage

Il permet la récupération des produits odorants de certaines fleurs très fragiles et consiste en une extraction à froid par contact sans immersion en utilisant des corps gras.

Les fleurs sont délicatement déposées une à une sur des plaques de verre recouvertes de graisse.

La graisse est recueillie, ensuite fondue au bain-marie, décantée et enfin filtrée. Après refroidissement, une pommade qui restitue fidèlement l'odeur de la fleur est obtenue. (37 , 39)

1-1-3- L'entraînement à la vapeur d'eau

Elaboré par le médecin et philosophe Avicienne (980-1037), ce procédé est réservé à l'extraction des huiles essentielles. Il consiste à placer la matière végétale dans l'alambic en contact avec l'eau et la chauffer. La vapeur formée à l'intérieur de l'appareil entraîne les constituants de l'huile essentielle.

Après la condensation des vapeurs, l'huile essentielle est récupérée des eaux de distillation par décantation. Ce procédé a de nombreux inconvénients. La formation des artefacts sous l'effet de la température élevée et sous l'action chimique de l'eau, ainsi que la difficulté d'extraire les produits odorants les moins volatiles ou ceux appréciablement solubles dans l'eau comptent parmi les plus importants.

1-1-4- L'extraction par solvants volatiles

C'est le procédé d'usage pour l'extraction des concrètes, résinoïdes et absolus. Il consiste à épuiser les produits odorants de la matière végétale au moyen d'un solvant, il est préféré à

l'entraînement à la vapeur d'eau, lorsque le végétal contient relativement peu de l'huile essentielle ou les constituants se dégradent à la température élevée.

Par définition,⁽⁵⁾ la concrète est le produit de l'extraction de la matière végétale par des solvants apolaires tels que l'éther de pétrole, l'hexane, benzène, dichlorométhane ... L'extraction est effectuée par immersion de la matière végétale dans le solvant, dans la plupart des cas à la température ambiante. Le solvant chargé, appelé mixella, est ensuite récupéré et filtré. La concrète est isolée par distillation du solvant sous vide.

1-2- Facteurs à considérer pour la mise en oeuvre de l'extraction des concrètes

La mise en oeuvre de l'extraction par solvant de produits naturels à partir des végétaux doit tenir compte entre autre les points suivants :

- La teneur relativement faible du produit naturel désiré dans la matière végétale. Ceci impose l'utilisation d'un schéma technologique permettant l'épuisement et la récupération aussi complète que possible du produit à extraire.

- Le caractère périodique de la cueillette de la matière végétale et la nécessité de la traiter rapidement pour éviter les changements intervenant au cours du stockage.

- La diversité des parties du végétal à extraire (racines, tiges, feuilles, fleurs ...) demande l'utilisation d'un appareillage d'extraction adapté aux caractéristiques rhéologiques de la matière végétale et à la cinétique de l'extraction.

- La récupération du produit naturel à l'état pur passe par plusieurs étapes et l'optimisation de chacun d'eux est

indispensable afin d'assurer un meilleur rendement et des bonnes qualités du produit. (40)

Plusieurs facteurs influençant l'extraction par solvant doivent être pris en considération pour la mise en oeuvre du procédé. Parmi les plus importants concernant la production de la concrète, figurent :

1-2-1- La nature de la matière végétale

La composition de la matière végétale peut varier en fonction du lieu et de la période de végétation, les récoltes, le stockage et, de ce fait, un certain nombre de mesures doit être envisagé pour assurer la qualité constante de la concrète (13).

1-2-2- La durée de l'extraction

Etant donné que le solvant est en mesure d'extraire non seulement le produit désiré mais aussi des matières étrangères, il convient d'arrêter l'extraction à un moment donné pour obtenir un produit de meilleure qualité. La durée de l'extraction à envisager est alors un compromis entre le rendement et la qualité de la concrète. (35)

1-2-3- La nature du solvant

Plusieurs critères doivent être considérés pour le choix du solvant. Sa sélectivité (fig. 3) et sa pénétration cellulaire comptent parmi les plus importants. Ainsi Guerogiev et coll. (44) rapportent que l'éther de pétrole pénètre difficilement les membranes cellulaires. Pour y remédier, ils recommandent l'utilisation d'un mélange d'éther de pétrole et de dichlorométhane pour l'extraction de la concrète de la lavande et affirment que le rendement et les qualités olfactives de la concrète sont nettement améliorées.

- *Figure 3* : - Pouvoir dissolvant.

Légende : +, très facilement solubles; °, solubles seulement à chaud; —, difficilement solubles ou insolubles; °, solubles en majorité; °, solubles dans le dissolvant dilué avec de l'eau.

Éléments (fonctions):	Éther de pétrole.	Benzène et toluène.	Alcool éthylique.	Acétone.	Éther.
Paraffines.....	+	+	—	—	+
Sucres.....	—	—	o "	o "	—
Hétérosides.....	—	—	o "	o "	—
Saponines.....	—	—	o	—	—
Matières tannantes..	—	—	o	+	o
Acides gras.....	+	+	o	+	+
Glycérides.....	+	+	o	+	+
Cires.....	+	+	o	+	+
Étholides.....	—	+	o	+	+
Stérols.....	+	+	o	+	+
Caroténoïdes.....	+	+	+ (1)	+	+
Chlorophylles.....	—	+	+	+	+
Alcaloïdes.....	+	+	+ o	+	+
Dérivés terpéniques oxygénés.....	+	+	+	+	+
Produits odorants aromatiques (d.benzéniques).....	+	+	+	+	+

D'autre part, le solvant doit être chimiquement inerte à l'égard de la concrète et de l'appareillage. Enfin, le choix du solvant doit tenir compte de son inflammabilité, sa toxicité et son coût. (39)

1-2-4- Les extractions successives (lavages)

Après un premier contact entre la matière végétale et le solvant pendant un temps parfois limité, ce dernier n'arrive pas à extraire la totalité des produits aromatiques et, d'autre part, une partie de la mixella est retenue par la matière végétale. Pour remédier à ceci, la matière végétale est traitée à nouveau par le solvant frais. Le nombre et la durée des extractions successives doivent être optimisés en fonction des qualités olfactives de la concrète. (39)

1-2-5- L'hydromodule

Ce terme est utilisé pour définir le rapport entre la masse de la matière végétale à extraire et le volume du solvant. L'étude menée sur l'extraction de la concrète de l'*Artemisia annua* (35) montre qu'un hydromodule de l'ordre de 1:8 à 1:10 accélère fortement le processus et conduit à l'amélioration des qualités olfactives de la concrète. Cependant, l'utilisation d'un tel hydromodule pour l'extraction en discontinu a pour conséquence une mauvaise utilisation du volume de l'appareil d'extraction.

1-2-6- La température

La température élevée favorise généralement la solubilité de certains constituants de la matière végétale, mais dans plusieurs cas, elle provoque la formation, au cours de l'extraction, de produits secondaires : artefacts souvent indésirables. (42)

1-2-7- Le degré de division de la matière végétale

Il est généralement admis que le transfert de la matière à extraire est favorisé lorsque la surface de contact entre la matière à extraire et le solvant est grande et dans le cas de l'extraction solide-liquide, la division, voire le broyage du solide est d'usage.

Cependant, pour l'extraction de la concrète, il est indispensable de savoir où sont situés les dépôts de l'huile essentielle, avant d'envisager une division de la matière végétale. Cette dernière est recommandée pour l'extraction des végétaux dont les dépôts sont endogènes (situés en profondeur du tissu végétal) car elle permet au solvant de les atteindre rapidement. Par contre, pour les végétaux à dépôts exogènes (comme c'est le cas de l'*Artemisia herba-alba*), un découpage très fin ou un broyage sont à éviter car ils provoquent la destruction du cuticule et la perte de l'huile essentielle. (5)

1-3- Mécanisme de l'extraction par solvant des plantes

L'extraction des matières végétales par solvant pour obtenir des produits aromatiques est un processus assez complexe, basé sur le phénomène du transfert de la matière.

Dans une forme simplifiée, ce processus peut être résumé en quatre étapes :

- pénétration du solvant dans le tissu végétal,
- dissolution des substances s'y trouvant,
- transfert de la matière extraite à travers les membranes cellulaires,
- diffusion de la matière extraite de la surface au végétal vers le solvant non saturé. (40)

En étudiant en détail l'extraction par solvant des matières oléagineuses, Angeledis et coll. (41) décrivent le

mécanisme de l'extraction comme suit :

- La première phase comprend la dissolution de l'huile située à la surface et son voisinage immédiat par le solvant.

- La seconde phase est contrôlée par la diffusion de l'huile de l'intérieur des pores, lesquels entre temps ont été remplis par le solvant. Pendant cette phase, la vitesse d'entrée du solvant dans les pores est plus grande que la vitesse de diffusion et la quantité de l'huile extraite dépend de cette dernière.

- La troisième phase consiste en un écoulement du solvant contenu dans les espaces vides restant des pores capillaires. Leurs dimensions étant très petites, la vitesse d'écoulement est très lente et c'est elle qui contrôle la vitesse de cette phase et non la diffusion.

Ce mécanisme est parfaitement valable à notre avis pour l'extraction de la concrète à condition de tenir compte de l'endroit où sont situées les cellules sécrétrices de l'huile essentielle.

II- Partie expérimentale

Nous avons procédé à l'extraction des parties aériennes de l'Armoise blanche par éther de pétrole (Merck) correspondant à la coupe 65-95°C et à la température ambiante, afin d'étudier l'influence sur le rendement de la concrète de trois des paramètres l'affectant, en l'occurrence :

- la période de végétation de la plante,
- la durée de l'extraction,
- le nombre des extractions successives.

11-1- L'appareillage et mode opératoire

Nous avons réalisé l'extraction de la concrète en discontinu dans un alambic (fig. 4) en cuivre de forme cylindrique dans lequel la matière végétale, placée sur un tamis fin, baigne dans le solvant. Un chapiteau de forme cônica permet la fermeture hermétique de l'alambic. Ce dernier est relié par un tube en cuivre au condenseur dans lequel circule l'eau de refroidissement. Au fond de l'alambic sont situés deux orifices : l'un permettant la récupération de la mixella, l'autre relié à la chaudière, sert à envoyer de la vapeur à l'intérieur de l'alambic une fois que la mixella est évacuée. Cette opération permet de récupérer la totalité du solvant, retenu dans la matière végétale.

La mixella, après décantation et filtration, est introduite dans un évaporateur rotatif et le solvant est distillé sous vide. La concrète ainsi obtenue est pesée et le rendement calculé.

D'autre part, nous avons effectué des extractions en continu dont le montage est représenté dans la figure 5 (51). Ce montage permet de réaliser un épuisement complet de la matière végétale par le solvant.

La matière végétale est placée dans la colonne en verre et baigne dans le solvant. Le fond de la colonne se termine par un tube relié au ballon par un flexible muni d'une pince afin de régler le débit de la mixella arrivant dans la colonne.

Un tube situé à la sortie de la colonne permet d'effectuer des prélèvements de la mixella au cours de l'expérience.

Le ballon contenant le solvant chargé est relié à la colonne par une colonne vigreux suivie d'un réfrigérant et chauffé à la température d'ébullition du solvant. Ce dernier, évaporé, traverse la colonne vigreux et, condensé dans le réfrigérant, coule goutte à goutte sur la matière végétale dans la colonne.

1. Cucurbite
2. Chapiteau
3. Col de cygne
4. Condenseur
5. Tamis fin
6. Entrée de vapeur
7. Sortie de vapeur de l'alambic
Vers le condenseur
8. Entrée de l'eau de refroidissement
9. Sortie de l'eau de refroidissement
10. Sortie des vapeurs
(eau, Solvants) Condensées
11. Robinet permettant la récupération
du solvant chargé d'essence.

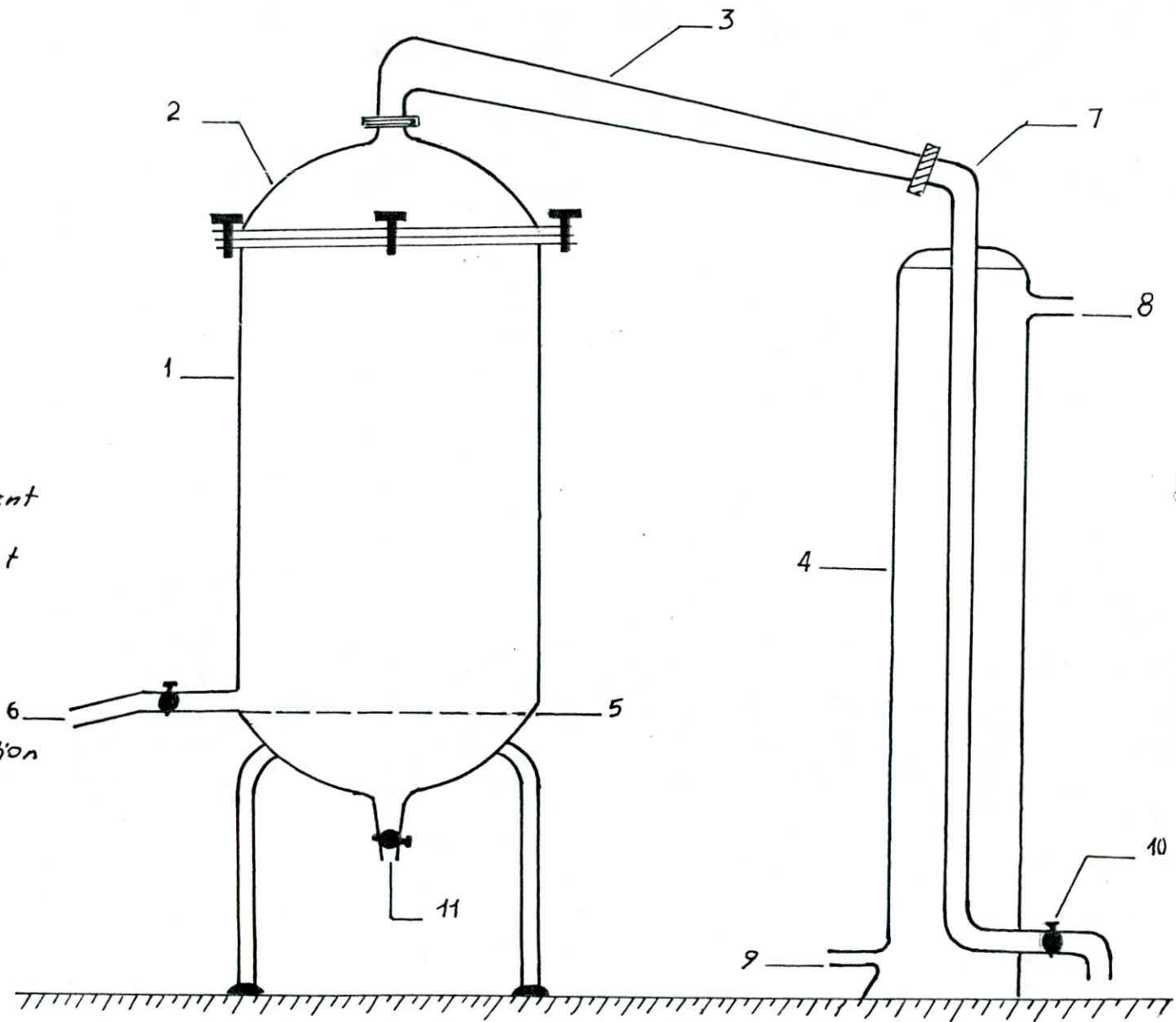


Figure 4 : Appareillage d'extraction par solvants volatils.

1. chauffe ballon
2. ballon contenant le solvant chargé
3. colonne de Vigreux
4. réfrigérant
5. colonne contenant la matière végétale dans le solvant
6. flexible
7. Pince pour régler le débit
8. tube permettant d'effectuer des prélèvements de miscella au cours de l'expérience.
9. Statif et noix.

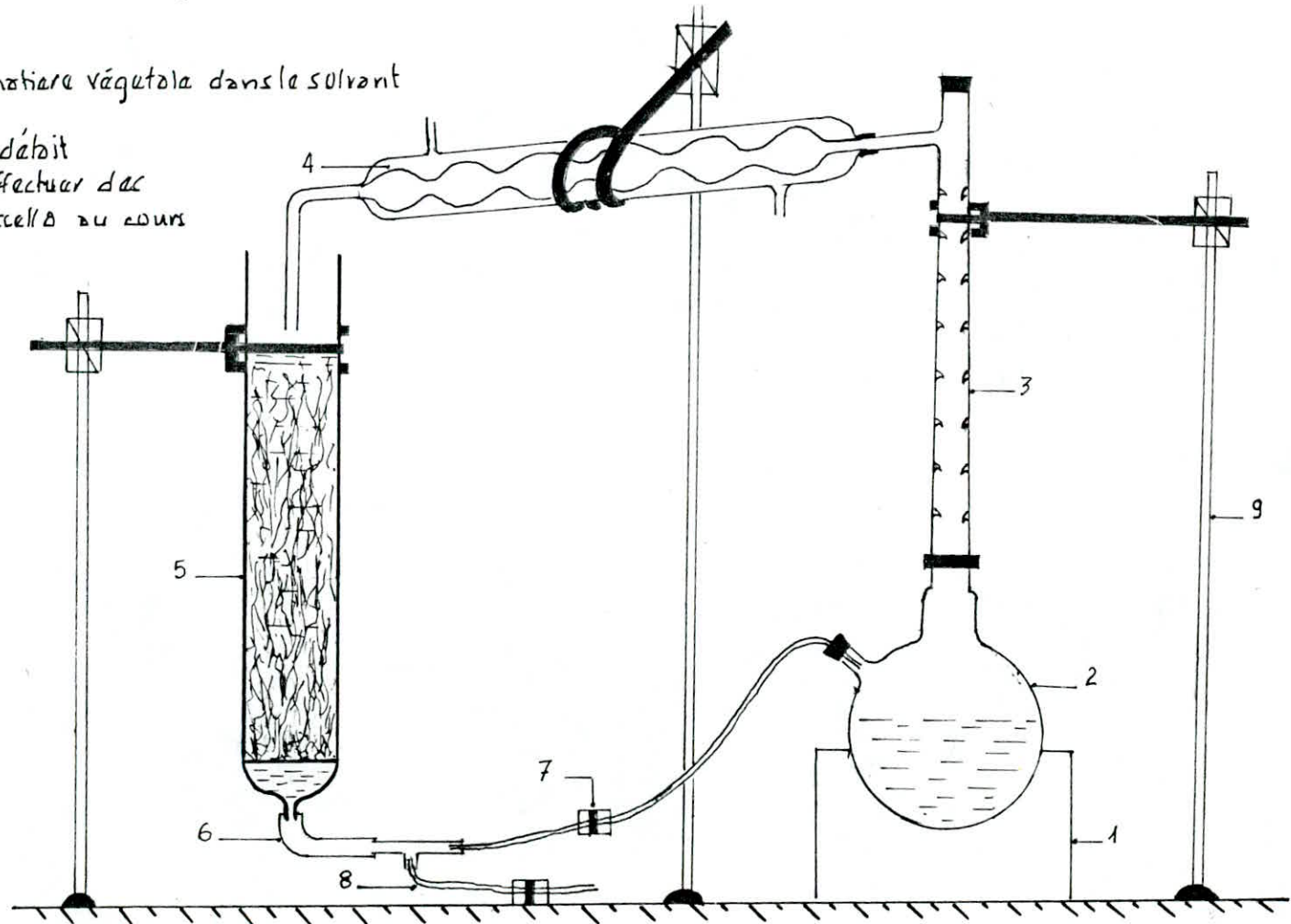


Figure 5 : Appareillage de l'extraction en continu.

Périodiquement, nous avons effectué des prélèvements du solvant à la sortie de la colonne et mesuré son indice de réfraction. Pour la fin de l'extraction, nous avons pris le moment où l'indice de réfraction du solvant de la colonne devient égal à celui du solvant pur. A ce moment, la matière végétale est épuisée de toutes les substances susceptibles d'être extraites par le solvant.

Pour récupérer la concrète, nous avons procédé de la même façon que précédemment.

11-2- La matière végétale

La matière végétale que nous avons utilisée pour cette étude, cueillie dans la région de Bordj Bou Arreridj (BBA) correspond à trois périodes de végétation de la plante : boutonisation (Octobre), floraison (Décembre) et fin de la floraison (Janvier). Le lot de la plante fleurie étant insuffisant, nous nous sommes servis, pour les séries des expériences, de deux autres lots.

Pour une des expériences, nous avons utilisé la plante cueillie en période de boutonisation, traitée par entraînement à la vapeur d'eau et donc exempte de l'huile essentielle. Sur cet échantillon de la plante, nous avons effectué une extraction en continu. La plante coupée grossièrement, nous avons prélevé pour chaque expérience un échantillon représentatif, selon les méthodes préconisées. (5) Ceci est indispensable car le rendement de la concrète peut varier d'une manière considérable d'un échantillon à un autre selon que les tiges comportent ou non des capitules et des fleurs.

Avant chaque expérience, nous avons déterminé le taux d'humidité de la plante (annexe II) pour pouvoir ensuite estimer les rendements de la concrète par rapport à la matière séchée, afin de les comparer sur la même base.

Echantillon	teneur en eau (%)	Durée d'extraction (h)	Rendement (%) par rapport à la plante séchée	Rendement (%) par rapport à la plante humide
Octobre	6	1	0,46	0,43
		2	0,46	0,43
		3	0,60	0,56
		4	0,42	0,40
		24	0,72	0,66
Janvier	10	1	0,26	0,23
		2	0,18	0,16
		3	0,006	0,005
		4	0,16	0,14
		5	0,09	0,08
		24	0,50	0,45

- Tableau 1: Influence de la durée d'extraction sur le rendement en concrète.

II-3- L'hydromodule

Nous avons réalisé toutes les expériences de l'extraction en discontinu avec un hydromodule 1:3. Pour cette valeur de l'hydromodule, la matière végétale est immergée complètement dans le solvant.

II-4- Le rendement

Le rendement de la concrète pour chaque expérience est calculé par :

$$R \% = \frac{g}{G} \times 100$$

où g : masse de la concrète (en grammes)

G : masse de la matière végétale (humide ou absolument séchée, en grammes)

Dans ces conditions, nous avons effectué un certain nombre d'expériences, en faisant varier d'abord la durée de l'extraction et ensuite le nombre d'extractions successives pour le même échantillon; d'une durée d'une heure chacune.

III- Résultats et discussion

Les résultats concernant la variation du rendement en fonction de la durée de l'extraction sont présentés dans le tableau 1.

L'examen des résultats obtenus nous permet de constater une variation irrégulière du rendement de la concrète en fonction de la durée de l'extraction. Cette variation n'évolue pas dans le même sens pour les deux échantillons de la plante correspondant

Echantillon	Nombre d'extractions successives de durée 1 heure	Rendement(%)
Octobre	1	0,43
	2	0,34
	3	0,11
Janvier	1	0,08
	2	0,12
	3	0,13
	4	0,15
	5	0,07

-Tableau 2: Variation du rendement en fonction du nombre des extractions

aux périodes différentes de végétation. D'autre part, le rendement maximal atteint pour la concrète d'Octobre (0,66 %) est plus élevé que celui de la concrète de Janvier (0,45 %).

Enfin, nous avons observé une variation des propriétés organoleptiques des concrètes en fonction de la durée de l'extraction. Cette "anomalie" de la variation du rendement constatée à première vue est tout à fait logique si l'on considère le mécanisme de l'extraction par solvant des végétaux (paragraphe 1-3).

D'autre part, il ne faut pas perdre de vue le fait que la matière végétale ne constitue pas un support inerte des produits aromatiques à extraire, ni un milieu de structure homogène. En effet, elle participe toute entière dans le processus d'extraction : le solvant pénètre plus ou moins en profondeur le tissu végétal selon la durée de l'extraction et l'écoulement de la sève vers la surface peut être favorisé ou empêché par les dimensions des capillaires dans lesquels elle circule. Ainsi, le solvant dissout l'ensemble des substances pour lesquelles il a une affinité particulière.

Ceci expliquerait aussi les différents aspects de la concrète obtenue au terme de l'extraction de différente durée.

Dans le tableau 2 sont regroupés les résultats donnant la variation du rendement en fonction du nombre des extractions successives.

Nous observons une brusque diminution du rendement de la concrète d'Octobre après la troisième extraction, alors que pour la concrète de Janvier, le rendement augmente progressivement jusqu'à la quatrième extraction successive et diminue de moitié après la cinquième.

En résumé, le rendement de la concrète est affecté par le nombre des extractions successives d'une manière différente selon la période de végétation de la plante. A notre avis, ceci peut

Echantillon	teneur en eau	Rendement (%) par rapport à la plante humide.	Rendement % par rapport à la plante séchée.
Octobre	6	25,15	26,95
Octobre déjà utilisée.	13	4,8	5,51
Décembre	13	8,12	9,34
Janvier	10	4	4,41

Tableau 3: Influence de la période de végétation de la plante sur le rendement de la concrète obtenue par épuisement complet.

être dû au fait que des changements différents du tissu végétal se produisent au cours de la végétation de la plante, sa composition varie et en conséquence, le solvant rencontre des produits de solubilité différents dans chacun des échantillons.

Une interprétation analogue peut éventuellement expliquer la variation considérable du rendement de la concrète en fonction de la période de végétation pour les expériences en continu (tableau 3). Nous constatons une brusque diminution du rendement de la concrète obtenue par extraction de la plante ayant subi l'entraînement à la vapeur d'eau par rapport à celui obtenu de la plante fraîche. A notre avis, il est fort probable que, sous l'effet de la température élevée et de l'action chimique de l'eau lors de l'entraînement à la vapeur, les constituants du tissu végétal ont subi des transformations, les rendant moins solubles dans le solvant ou bien ceci peut être dû à un problème purement mécanique : le rétrécissement des pores du végétal sous l'effet de la température élevée peut rendre difficile la pénétration par le solvant et l'écoulement de la mixella.

En conclusion, ces variations apparemment aléatoires du rendement de la concrète en fonction des paramètres étudiés ne nous ont pas permis d'effectuer une optimisation de la durée et le nombre des extractions successives. Nous avons alors décidé d'analyser tous les échantillons de la concrète par spectroscopie infra-rouge et par chromatographie en phase gazeuse pour élucider au moins en partie leur composition et en adoptant les critères admis pour la qualité de l'huile essentielle, d'arriver à un compromis entre le rendement et la qualité de la concrète.

Etude analytique

1- Analyse de la concrète par spectroscopie infra-rouge

1-1- Rappels théoriques

La principale application de la spectroscopie infra-rouge est l'analyse fonctionnelle et la recherche des différents groupements constituant une molécule : analyse qualitative. En effet, une combinaison particulière des masses atomiques et des constantes de force constitue un résonateur qui vibre à une fréquence donnée, lorsque la molécule absorbe des radiations infra-rouges (45). Cette absorption étant quantifiée, le spectre infra-rouge présente des bandes plus ou moins larges du fait qu'à chaque transition d'énergie de vibration, peuvent s'associer diverses transitions d'énergie de rotation.

L'interprétation d'un spectre infra-rouge consiste à attribuer à chaque bande d'absorption la présence d'un groupement structural particulier dans la molécule. L'établissement complet des divers modes de vibration d'une molécule étant pratiquement impossible, l'interprétation se limite alors aux comparaisons de plusieurs spectres ou à l'extrapolation des résultats observés sur des molécules simples. Cette dernière est souvent facilitée par le fait que les fréquences de vibration de certaines liaisons (comme C-H et C=O) varient très peu d'une molécule à une autre et fournissent des indications sur la structure du reste de la molécule (44). Par exemple, l'examen des spectres infra-rouges d'un grand nombre de cétones cycliques a abouti à la conclusion que la tension dans un cycle portant une fonction cétone provoque l'accroissement de la fréquence d'absorption du carbonyle et même l'établissement de relations permettant le calcul de l'angle valenciel cycle en fonction de cette fréquence (47). Ainsi, il a été constaté que les cyclobutanones absorbent autour de 1775 cm^{-1} , les cyclopentanones autour de 1745 cm^{-1} et les cyclohexanones aux environs de 1725 cm^{-1} .

L'analyse qualitative par spectroscopie infra-rouge ne nécessite pas habituellement une interprétation complète du spectre

afin d'identifier la structure d'une molécule et nombreuses sont les questions restées sans réponse après le seul examen du spectre infra-rouge. Elles pourront être résolues grâce aux données issues des spectres de masse, d'absorption ultraviolette ou de résonance magnétique nucléaire.

Une autre application de la spectroscopie infra-rouge est le dosage d'un des constituants d'un mélange : analyse quantitative.

Un certain nombre de conditions doit être réuni pour que l'analyse quantitative soit envisagée :

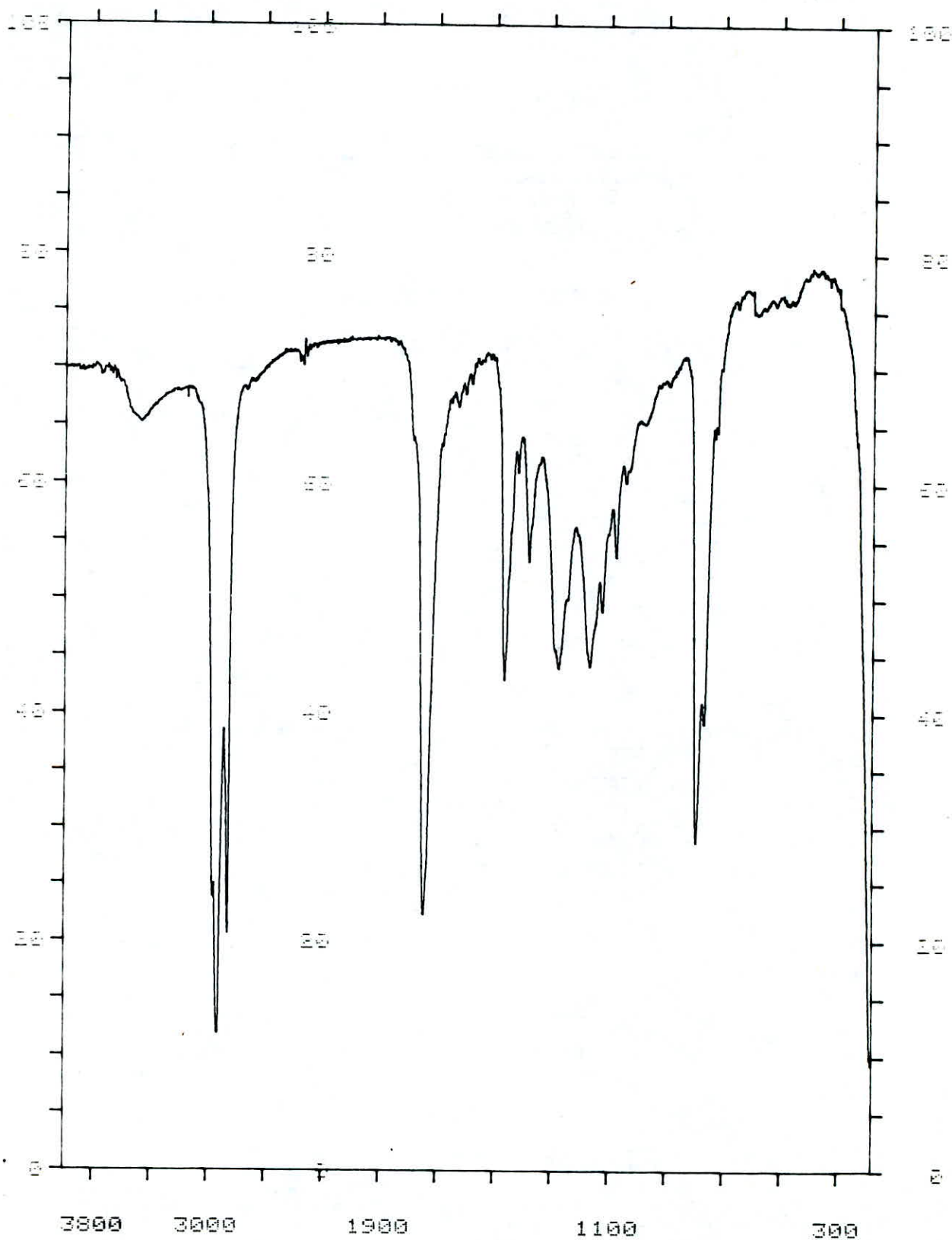
- Le spectre du constituant à doser doit être connu, doit présenter une bande analytique, et les autres constituants du mélange ne doivent pas absorber dans l'intervalle dans lequel se situe cette dernière.

- L'absorption du constituant analysé doit vérifier la loi de Beer-Lambert.

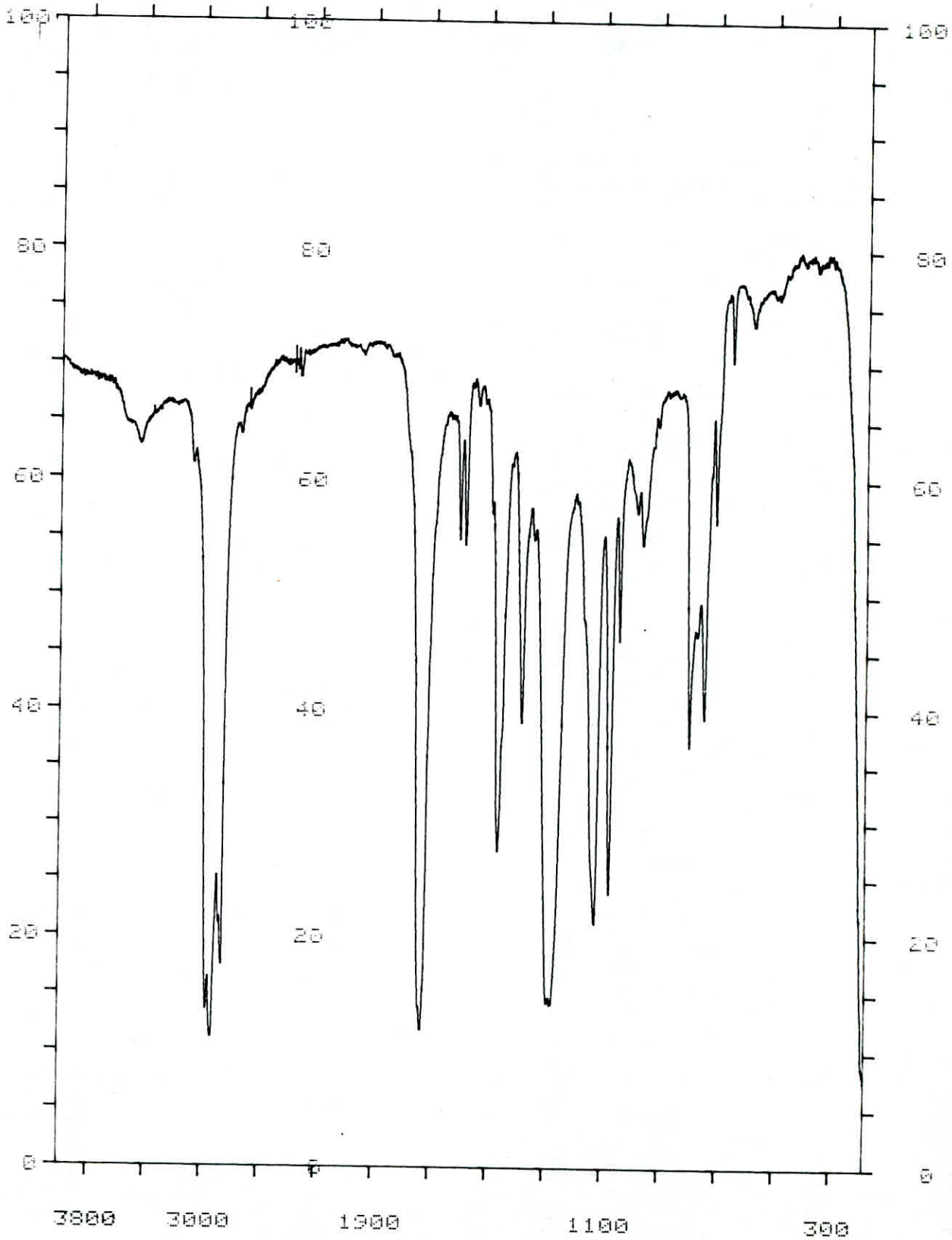
Une des méthodes de dosage pour l'analyse par spectroscopie infra-rouge est celle dite "de la ligne de base". Par cette méthode, la concentration du composé à doser est évaluée à partir d'une courbe d'étalonnage, tracée en utilisant des solutions du même composé de concentrations connues : solutions étalons. L'enregistrement du spectre d'absorption dans un intervalle restreint autour de la bande analytique des solutions étalons permet d'obtenir des pics d'absorption dont la base est fonction linéaire de la concentration. La courbe d'étalonnage représente la variation de la concentration du composé en fonction de la base du pic. Pour déterminer la concentration du même composé dans le mélange, il suffit d'enregistrer le spectre du mélange dans le même intervalle de fréquences et de se référer à la courbe d'étalonnage (48).

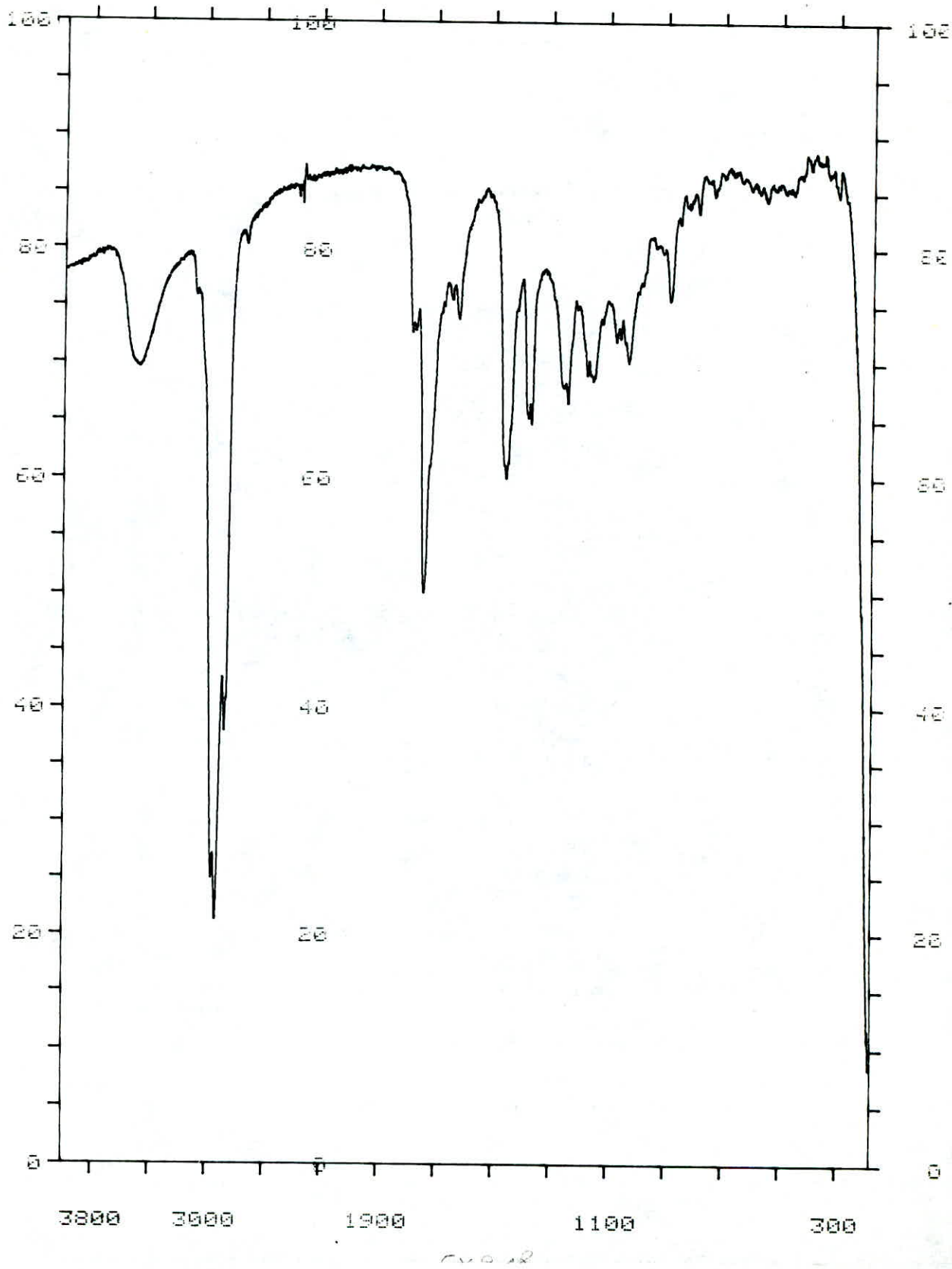
1-2- Analyse qualitative de la concrète par spectroscopie infra-rouge

Spéctre I.R. de type.1.

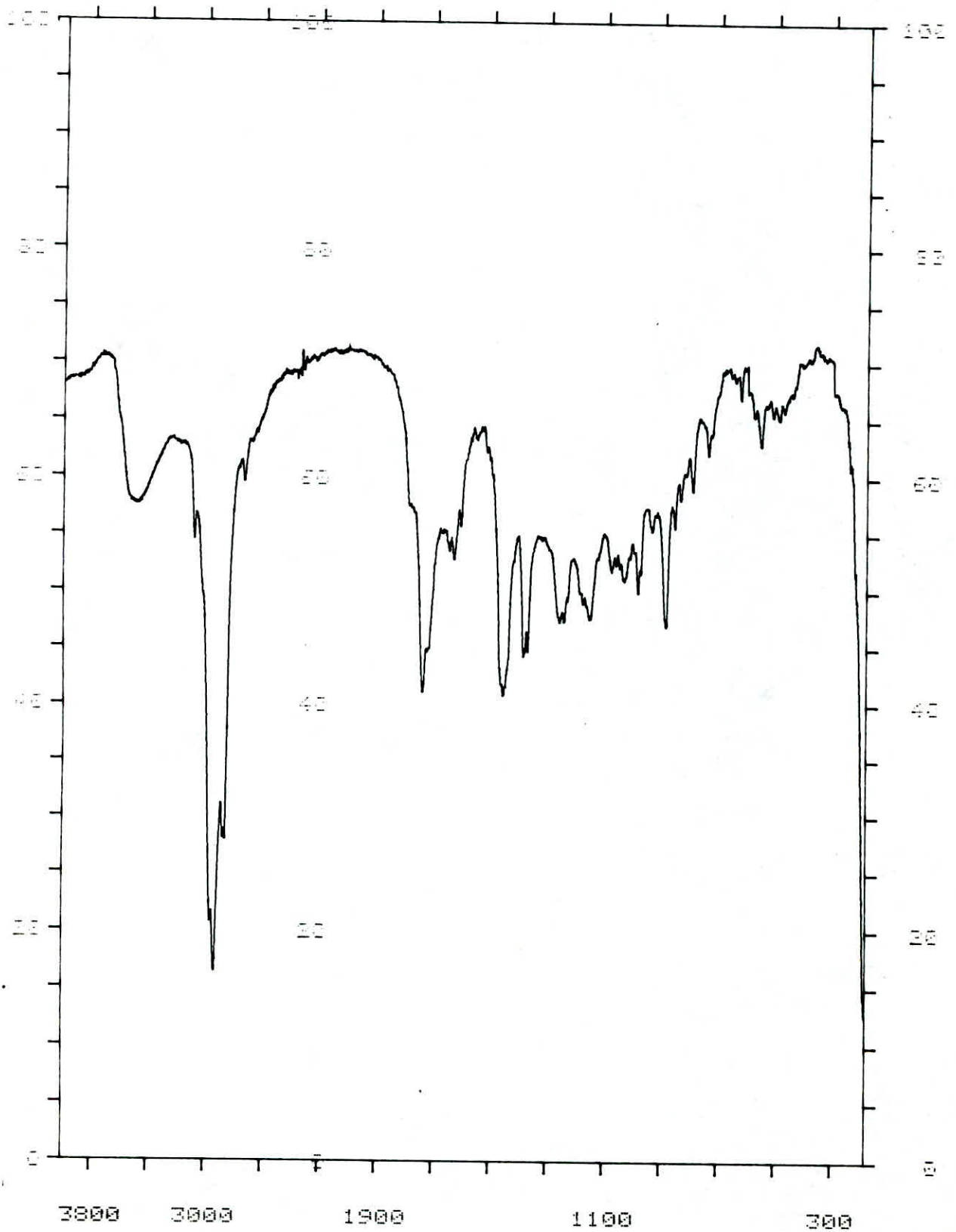


Spectre I.R de type 2.

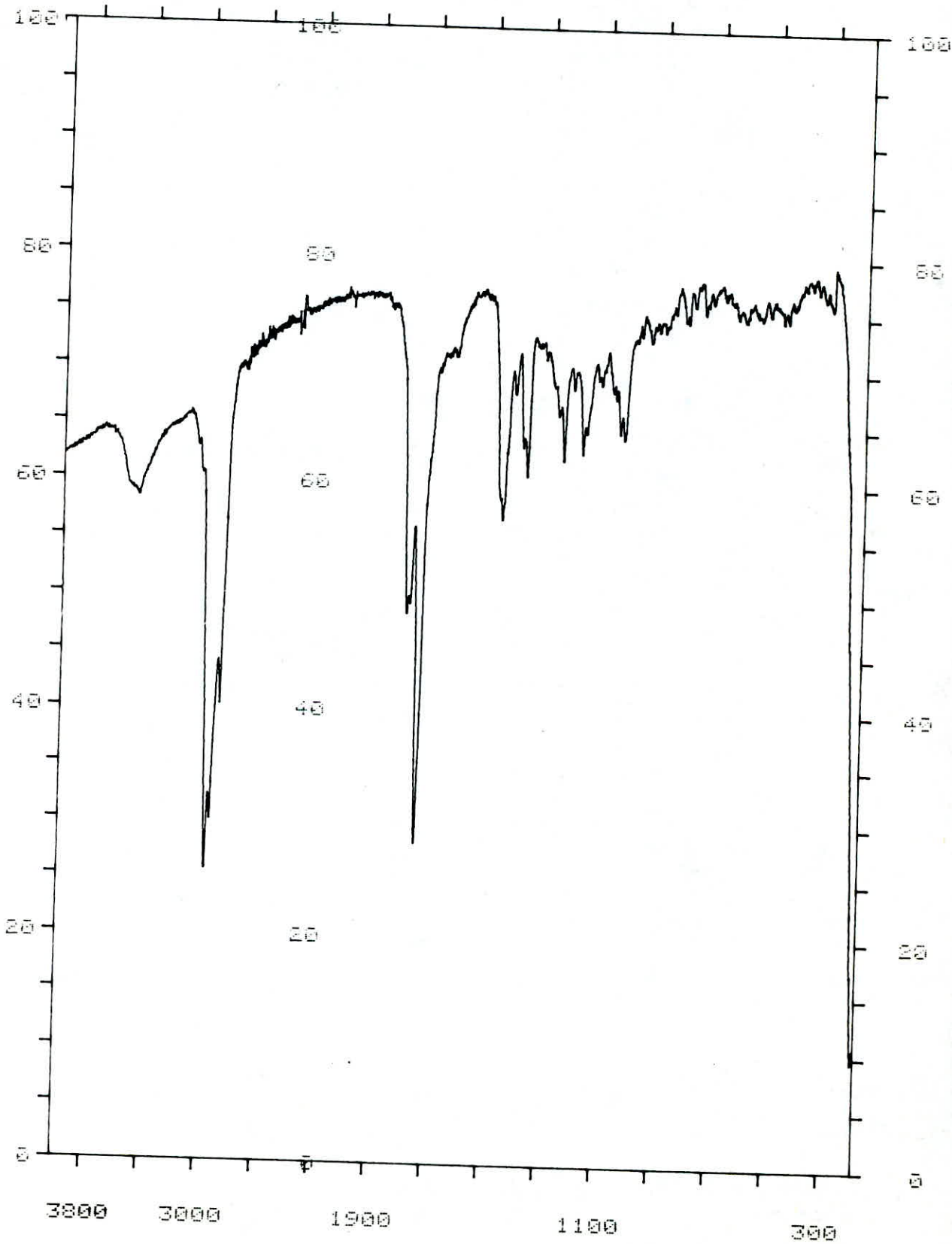




Spctre I.R. de l'huile essentielle de javier



· Spectre IR de l'huile essentielle d'octobre .



Nous avons entrepris cette analyse afin d'observer l'influence éventuelle des paramètres étudiés sur la composition qualitative de la concrète.

1-2-1- Mode opératoire

Nous avons utilisé un spectromètre Perkin-Elmer 983G. La concrète ne se prêtant pas au pastillage, nous l'avons dissoute dans du tétrachlorure de carbone (solvant inerte et très volatile) et nous avons déposé une goutte de la solution sur la pastille de KBr. Après l'évaporation du solvant, nous avons enregistré le spectre infra-rouge du film très fin formé sur la pastille.

1-2-2- Résultats et discussion

Les spectres infra-rouges de tous les échantillons sont présentés en Annexe I.

En examinant ces spectres, nous en avons distingués deux types selon leur allure :

- Type_1_: caractérisé par la présence d'une forte bande d'absorption à 1745 cm^{-1} et une autre à 1784 cm^{-1} .

Ces bandes peuvent être attribuées respectivement à l'absorption des cyclopentanes, en l'occurrence le camphre et la thuyone cités parmi les constituants principaux de l'huile essentielle de l'Armoise (19,20) et à l'absorption des cyclobutanones, probablement la chrysanthénone. Un spectre de cette allure est présenté par tous les échantillons de la concrète extraits de la plante d'Octobre, de Décembre (à l'exception des échantillons obtenus par épuisement complet) et un seul échantillon de la plante de Janvier : celui obtenu après une heure d'extraction.

- Type_2_: caractérisé par la présence d'une forte bande d'absorption autour de 1731 cm^{-1} que l'on peut attribuer à la présence des esters et deux autres autour de 1600 cm^{-1} d'intensité moyenne, suggérant la présence des composés aromatiques.

Ce type de spectre est observé pour la concrète obtenue au terme de deux heures et plus, de la plante de Janvier, ainsi que pour les échantillons obtenus par des extractions successives de la même plante et ceux obtenus par l'épuisement complet de la plante, quelle que soit sa période de végétation. Ainsi, les résultats d'analyse qualitative par spectroscopie infra-rouge nous ont permis de constater les faits suivants :

- la composition de la concrète varie considérablement d'une part, en fonction de la période de végétation de la plante et, d'autre part, en fonction de la durée et du nombre d'extractions successives.

- les spectres infra-rouges de la concrète extraite en un temps relativement court présentent la même allure que ceux de l'huile essentielle, obtenue par entraînement à la vapeur d'eau à partir de mêmes échantillons de la plante(49) et, en conséquence, elles ont des constituants communs.

- Au fur et à mesure que la durée de l'extraction et le nombre des extractions successives augmentent, la composition de la concrète change et évolue vers un constituant majoritaire, commun pour tous les échantillons, appartenant probablement à la classe des esters aromatiques. A notre avis, cette variation de la composition de la concrète en fonction de la durée de l'extraction et du nombre des extractions successives peut être expliquée si l'on considère en détail le mécanisme de l'extraction. En effet, les cellules sécrétrices de l'huile essentielle étant situées à la surface du végétal, elles sont les premières à être pénétrées par le solvant. Ainsi, pendant les premières heures de l'extraction, le solvant extrait de préférence les constituants de l'huile essentielle et leur proportion dans la concrète est élevée. En prolongeant le temps de contact entre la matière végétale et le solvant, ce dernier a la possibilité d'atteindre les couches des cellules situées en profondeur et d'y extraire

d'autres produits. En conséquence, la proportion des constituants de l'huile dans la concrète diminue.

L'information fournie par les spectres du type 2 nous a permis d'affirmer que l'épuisement complet de la plante par extraction en continu est le cas limite vers lequel tendent en même temps l'extraction prolongée et les extractions successives de la plante.

Comme nous l'avons déjà mentionné, un seul échantillon de la concrète extraite de la plante de Janvier présente un spectre du type 1 (suggérant la présence du camphre et de la thuyone dans la concrète), alors que tous les autres échantillons extraits de la même plante sont apparemment exempts de ces constituants. En cherchant l'explication de cette anomalie, nous nous sommes référés aux travaux antérieurs traitant de la composition de l'huile essentielle, extraite du même échantillon de la plante (49). Il s'est avéré que dans cette dernière, le camphre et la thuyone comptent parmi les constituants en faible proportion et ils ont probablement des coefficients de diffusion dans l'éther de pétrole plus élevés que ceux des autres constituants de l'huile essentielle.

En conclusion, si l'on doit adopter les mêmes critères pour l'évaluation de la qualité de la concrète d'Armoise blanche que ceux admis pour son huile essentielle (12, 13, 14), nous ne devons pas envisager la cueillette de la plante pendant la période en fin de floraison pour en extraire la concrète.

D'autre part, il est absolument nécessaire de procéder à l'optimisation de la durée et du nombre des extractions successives afin d'obtenir une concrète de qualité désirée.

Enfin, l'épuisement complet de la plante ne doit pas être envisagé comme procédé à utiliser car la concrète à laquelle il conduit contient en très faible proportion les constituants de l'huile essentielle et possède de mauvaises qualités

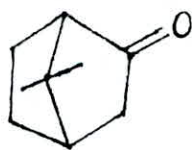
olfactives.

1-3- Analyse quantitative de la concrète par spectroscopie infra-rouge

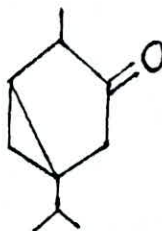
Dans le but d'examiner la variation éventuelle de la teneur totale du camphre et de thuyone en fonction de la durée et du nombre des extractions successives, nous avons effectué le dosage de ces deux constituants dans tous les échantillons de la concrète dont le spectre infra-rouge présente une bande d'absorption à 1745 cm^{-1} .

Nous avons utilisé la méthode "de la ligne de base". Cette méthode est valable dans ce cas, car :

- Les deux composés absorbent à la même fréquence, étant donné qu'ils ont le même groupement fonctionnel : carbonyle faisant partie d'un cycle à cinq atomes de carbone :



camphre



thuyone

- La bande d'absorption dans leurs spectres respectifs est de forte intensité et peut être considérée comme bande analytique.

- Les autres constituants de la concrète n'absorbent pas autour de cette dernière.

- La loi de Beer-Lambert est vérifiée pour l'absorption du camphre et de thuyone dans le domaine des faibles concentrations (50).

1-3-1- Mode opératoire

Nous avons préparé des solutions du camphre dans du tétrachlorure de carbone de concentrations connues et tracé la courbe d'étalonnage : une droite passant par l'origine, de pente 148,84, laquelle est automatiquement introduite dans le système de mémoire de l'appareil.

Ensuite, nous avons préparé des solutions de chacun des échantillons de la concrète dans CCl_4 de concentration de 10 mg/ml et enregistré leurs spectres respectifs dans un intervalle restreint autour de la bande analytique. La courbe d'étalonnage étant mémorisée, la concentration totale du camphre et de thuyone est directement affichée sur l'écran de l'appareil. La précision de cette méthode est évaluée à $\pm 0,1$ mg/ml.

1-3-2- Résultats et discussion

Dans le tableau 4, sont présentés les résultats de dosage du camphre et de thuyone dans les échantillons de la concrète obtenus par extraction de la plante d'Octobre de différentes durées et par trois extractions successives du même échantillon ainsi que la masse de ces deux constituants dans chacun d'eux.

L'examen de ces résultats nous permet de constater que la concrète la plus riche en camphre et thuyone (26 %) est obtenue au terme d'une extraction de deux heures.

Nous remarquons, d'autre part, que la concentration de ces deux constituants diminue lorsque la durée de l'extraction augmente. Nous observons une telle diminution aussi dans la concrète obtenue après chaque extraction successive du même échantillon de la plante. Cependant, la masse du camphre et du thuyone dans tous les échantillons (y compris la somme de cette dernière pour la concrète des extractions successives) tend vers la même valeur : 0,1 g, les petites fluctuations autour de cette valeur sont attribuées à l'incertitude du dosage.

Nous arrivons alors à la conclusion que lors de

		% Camphre et thuyone	masse de camphre et thuyone (g)
Durée d'extraction (heure)	1	21	0,09
	2	26	0,1
	3	23	0,1
	4	23	0,09
	24	19	0,1
Répétition d'extraction	1 ^{ère}	21	0,09
	2 ^{ème}	17	0,06
	3 ^{ème}	9	0,01

- Tableau 4: Dosage du camphre et thuyone dans la concrète de l'échantillon d'octobre pour différentes durées et répétitions d'extraction.

l'extraction de la concrète, la masse du camphre et de thuyone atteint sa valeur maximale au terme de deux heures et reste constante même si la durée de l'extraction est prolongée jusqu'à 24 heures. Nous jugeons ce résultat comme très important car il confirme les hypothèses concernant la variation du rendement que nous avons formulé.

Sur la base de ces résultats, nous avons procédé à deux extractions successives de la plantes de différentes périodes de végétation, en adoptant le schéma suivant :

- Pour l'échantillon d'Octobre : une première extraction de 2 heures suivie d'une autre d'une heure : (Octobre 2, 1) puis deux extractions successives de deux heures chacune : (Octobre 2, 2.)

- Pour l'échantillon de Décembre, comme la matière première n'était pas suffisante pour faire plusieurs expériences et, de plus, il a été montré que la composition de l'huile essentielle de la plante de Décembre se rapproche de celle de la plante d'Octobre (49). Alors, nous avons appliqué le même schéma sur cet échantillon que sur celui de la plante d'Octobre : une extraction de 2 heures, suivie d'une autre de 1 heure : (Décembre 2, 1)

- Pour l'échantillon de Janvier : deux extractions de 1 heure chacune : (Janvier 1, 1)

Nous avons dosé le camphre et la thuyone dans chacun des échantillons et estimé leur masse dans la concrète.

D'autre part, nous avons calculé le rendement de l'extraction pour chacune des expériences par la formule :

$$E = \frac{m}{M} \cdot 100$$

où E : rendement de l'extraction en %,

m : masse de la concrète obtenue par le schéma adopté (en grammes)

Echantillon	Rendement de la concrète (%)	Concentration de Camphre et thuyone	masse de camphre et thuyone (g)	Rendement de l'extraction (%)
Oct: 2h, 1h	0,6	15	0,09	2,43
Oct: 2h, 2h	0,76	12	0,09	3,02
Décembre	0,80	12	0,1	9,85
janvier	0,26	7	0,02	3,98

- Tableau 5: Evaluation de la masse de camphre et thuyone dans la concrète pour chaque échantillon et du rendement de l'extraction.

M : masse de la concrète obtenue par épuisement complet de la plante (en grammes)

Les résultats de ces expériences sont présentés dans le tableau n° 5.

En comparant le rendement et la concentration de camphre et de thuyone de deux échantillons de la concrète d'Octobre obtenus selon le schéma proposé et ceux de la concrète d'Octobre obtenus par une seule extraction de deux heures, nous constatons que le rendement augmente de 0,43 % (Oct. 2h) à 0,76 (Oct. 2h, 2h) alors que la concentration de camphre et de thuyone diminue de 26 % (Oct. 2h) à 12 % (Oct. 2h, 2H), la masse de ces deux constituants étant la même dans les trois échantillons de la concrète.

Cependant, cette masse, dans les concrètes obtenues, est infime, ce qui n'a pas permis de doser le camphre et la thuyone dans ces concrètes.

Pour fixer les conditions opératoires de l'extraction de la concrète de l'Armoise blanche, il est évident qu'un choix doit être fait en tenant compte, entre autre, des qualités olfactives désirées de la concrète.

D'autre part, nous remarquons que le rendement de la concrète extraite dans les mêmes conditions opératoires est plus élevé pour la plante fleurie (Décembre) que pour celle en période de boutonisation (Octobre).

La plante en fin de floraison (Janvier) donne un faible rendement et la concrète obtenue, pauvre en camphre et thuyone, possède des qualités olfactives complètement différentes. Ceci nous permet de proposer pour la cueillette de l'Armoise en vue de l'extraction de la concrète la période de boutonisation et de floraison (Octobre et Décembre).

II- La chromatographie en phase gazeuse (CPG)

II-1- Rappel théorique

Inventée par Tswet en 1903, fondée théoriquement par Martin et Synge en 1941 et réalisée expérimentalement en 1952 par James et Martin, la chromatographie en phase gazeuse est actuellement employée au laboratoire et dans l'industrie aussi bien pour l'analyse (qualitative et quantitative) que pour l'isolement et la purification des constituants d'un mélange gazeux ou liquide susceptible d'être vaporisé.

Strain a défini la chromatographie comme étant basée sur la migration différentielle des composants d'un mélange sous l'influence du déplacement d'un fluide (phase mobile) sur un milieu poreux, possédant des propriétés d'absorption, de partage, d'affinité, de filtration ou d'échange (phase stationnaire).

En CPG, la phase mobile est un gaz appelé gaz vecteur et la phase stationnaire, un liquide déposé sur un granulé poreux que renferme la colonne (52).

Tout appareil chromatographique comporte principalement :

- une chambre d'injection,
- une colonne de séparation,
- un détecteur,
- un enregistreur,
- une alimentation en gaz vecteur.

Les deux pièces maîtresses de l'appareil sont :

- La colonne, contenant la phase stationnaire à travers laquelle circule le gaz vecteur tout le long de l'essai.
- Le détecteur, opérant selon un principe physique bien déterminé, permet la détection.

Le mélange à analyser est introduit dans l'injecteur et vaporisé, il est entraîné par le gaz vecteur à travers la phase stationnaire. La vitesse de déplacement de chacun des constituants du mélange étant différente, ils quittent la colonne l'un après l'autre et arrivent dans le détecteur, ce dernier envoie vers l'enregistreur un signal constant, appelé ligne de base. Le passage d'un constituant modifie le signal et un pic est enregistré.

L'ensemble des pics ainsi obtenu est appelé chromatogramme (53). Le temps de sortie de chaque pic, temps de rétention, dépend entre autre de la nature du composé, de la nature de la phase stationnaire, de la vitesse du gaz vecteur, de la température de la colonne.

Cependant, pour un composé analysé dans strictement les mêmes conditions, le temps de rétention est constant et représente une grandeur propre à ce composé, permettant donc son identification (48).

11-2- Mode opératoire

Nous avons effectué l'analyse de la concrète à l'aide d'un appareil chromatographique de type PYE UNICAM série 304 Philips, à détecteur à ionisation de flamme.

Les échantillons de la concrète ayant une consistance pâteuse, nous avons préparé des solutions dans le tétrachlorure de carbone de concentration 10 mg/ml, pour pouvoir les analyser. Un certain nombre d'essais préliminaires nous ont permis de trouver les conditions optimales d'analyse :

- colonne capillaire de longueur 25 m et de diamètre 0,25 mm.
- phase stationnaire : PEG 20 M
- gaz vecteur : azote

Concrète d'Artemisia herba-alba.
ASSO d'octobre, durée 2h

064

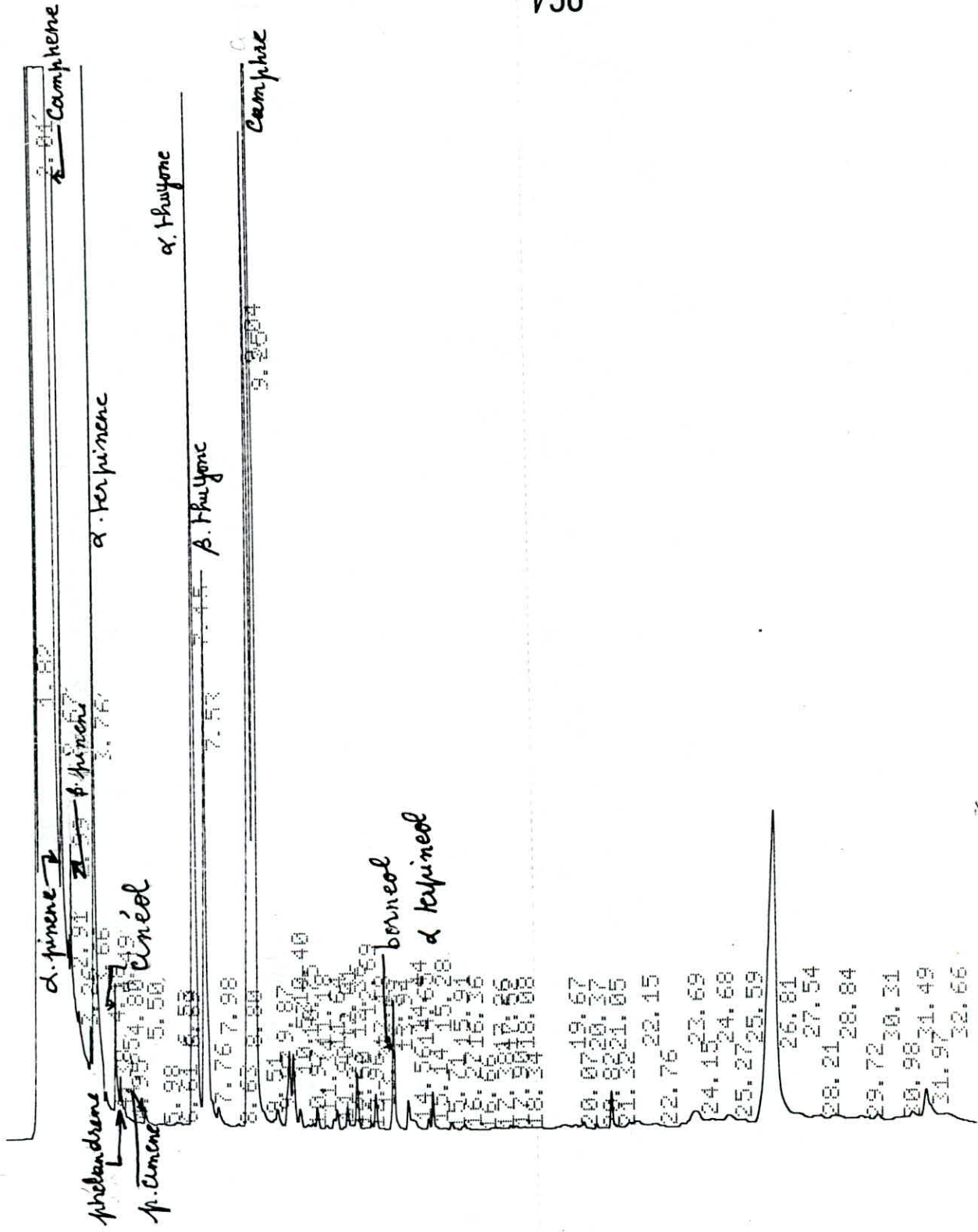


Figure 11: chromatogramme de type 1

- température :
 - . colonne : programmation linéaire de 70°C à 200° C à raison de 4° C/mn.
 - . détecteur : 300° C
 - . injecteur : 200° C
- débit des gaz en ml/mn :
 - . Hydrogène
 - . Azote 50 ml/mn
 - . Air
- volume injecté en μ l : 0,5 μ l
- Atténuation : 32
- vitesse de papier : 0,5

Dans ces conditions, nous avons tracé les chromatogrammes de chaque échantillon, ainsi que ceux des étalons dont nous disposions.

Les chromatogrammes des échantillons analysés sont présentés en annexe III.

III-3- Résultats et discussion

L'analyse par chromatographie en phase gazeuse de la concrète de l'Armoise blanche nous a permis :

- de confirmer les résultats de l'analyse par spectroscopie infra-rouge concernant l'évolution de la composition des différents échantillons de la concrète en fonction des paramètres étudiés.
- d'identifier 12 des constituants de la concrète.
- de suivre l'évolution de la concentration du camphre et de thuyone dans la concrète en fonction de la durée de l'extraction.
- de calculer le rapport de ces deux constituants dans la

Concete d'Armoise blanche
BBA. Octobre, expériences
en continu.

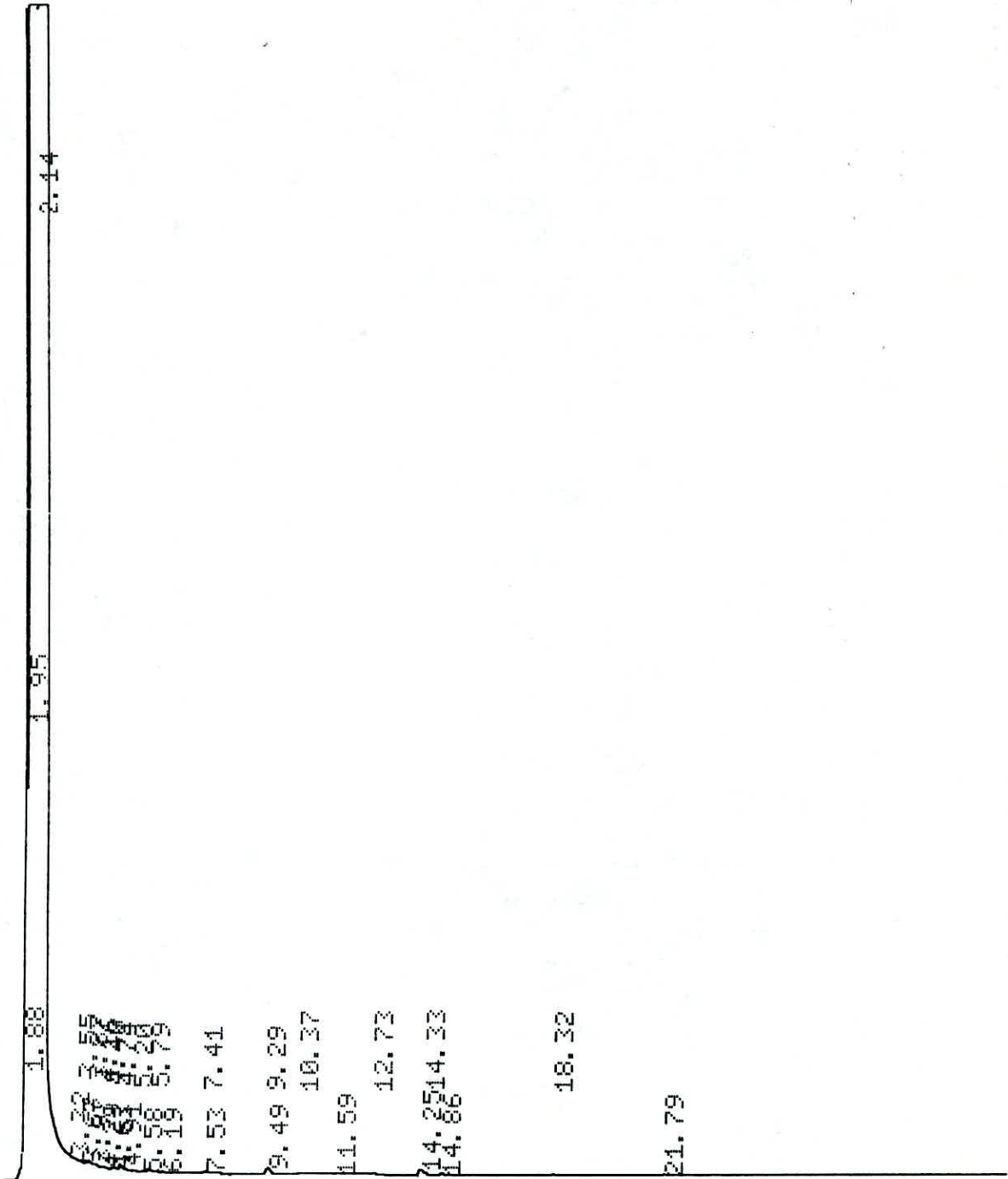


Figure 12: chromatogramme de type 2.

concrète et, sur cette base, d'envisager la durée optimale de l'extraction, permettant d'obtenir la concrète dont la composition se rapproche le plus de celle de l'huile essentielle de qualité commerciale.

En effet, l'examen des chromatogrammes obtenus nous a permis tout d'abord d'en distinguer deux types selon leur allure :

- type_1 : regroupant les chromatogrammes des échantillons de la concrète obtenus par une seule extraction, de durée variable, de la plante d'Octobre et par deux extractions successives selon le schéma adopté (paragraphe 1-3-1) (fig. 11).

- type_2 : regroupant les chromatogrammes des échantillons de la concrète obtenus par épuisement complet de la plante quelle que soit sa période de végétation, ainsi que celui de la concrète obtenue après la troisième extraction successive de la plante d'Octobre (fig. 12).

Nous constatons que les chromatogrammes du type 1 comportent plusieurs pics et leur allure rappelle celle de l'huile essentielle de l'Armoise blanche (20).

Par contre, dans les chromatogrammes du type 2, nous n'observons que des pics de l'aire très réduite, suggérant tout de même une allure similaire de ceux du type 1.

Ceci nous amène à supposer qu'en cours d'analyse par C.P.G., les constituants majoritaires des échantillons de la concrète ayant des chromatogrammes du type 2 sont soit retenus dans la colonne chromatographique (ont des temps de rétention très élevés), soit sont complètement dégradés et les produits de leur dégradation ne sont pas détectés par le détecteur.

D'autre part, nous arrivons aux conclusions auxquelles nous a conduit l'interprétation des résultats d'analyse qualitativement par spectroscopie infra-rouge :

La composition de la concrète varie en fonction de la

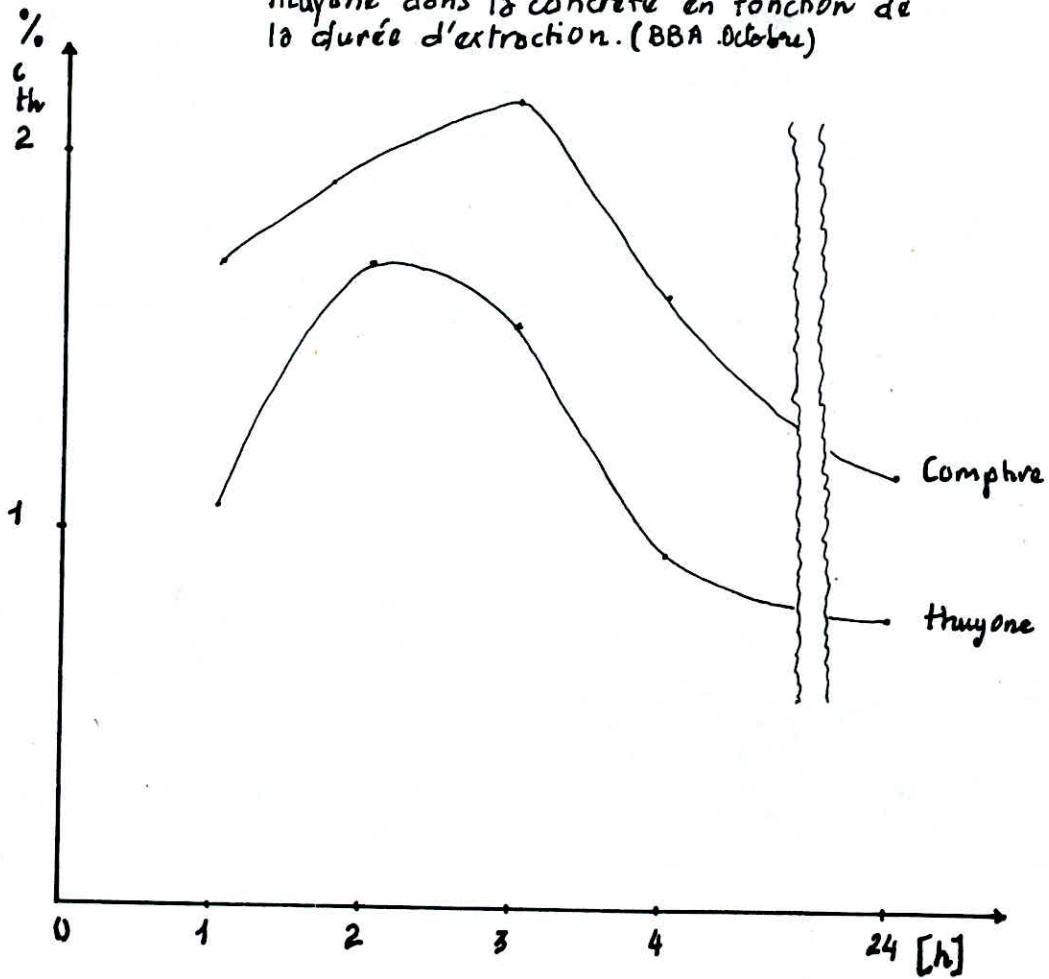
Constituants	temps de retention
α . pinène	2,01
Camphène	2,67
β . pinène	2,91
α -terpinène	3,76
cinéole	4,49
phalandrène	4,65
ρ . limène	5,50
α . thuyonène	7,45
β . thuyonène	7,53
camphra	9,25
bornéol	13,94
α . terpinéol	15,28

- Tableau 6: taux de retention des constituants identifiés.

Échantillon de la concrète	Durée de l'extraction	Pourcentage relatif de		Rapport du % relatif du compbre et thuyona dans la concrète.
		Compbre	Thuyona	
Octobre	1	1,709	1,006	1,69
	2	1,925	1,710	1,13
	3	2,14	1,540	1,39
	4	1,626	0,946	1,72
	24	1,161	0,782	1,48
	2h, 1h	1,58	0,903	1,75
	2h, 2h	0,964	0,576	1,67
Décembre	2h, 1h	0,866	0,313	1,76
Janvier	1h, 1h	1,182	0,491	2,86

- Tableau 7: Variation du pourcentage relatif du compbre et du thuyona dans la concrète en fonction des paramètres étudiés.

Figure 13 : Variation du pourcentage du camphre et thuyone dans la concrète en fonction de la durée d'extraction. (BBA Octobre)



durée d'extraction, du nombre des extractions successives et de la période de végétation de la plante et un compromis entre le rendement et la qualité de la concrète s'impose.

L'allure des chromatogrammes du type 2 prouve la présence des constituants de l'huile essentielle dans ces échantillons, mais leur proportion est en effet négligeable.

Le fait que le chromatogramme de la concrète d'Octobre, obtenue après une troisième extraction successive, appartienne au type 2 justifie notre option pour deux extractions successives de la plante.

En comparant le temps de rétention des étalons (tableau 6) à ceux des constituants de la concrète, nous avons identifié 12 d'entre eux. Les pics correspondant aux constituants identifiés sont mentionnés sur le chromatogramme présenté à la figure 11. Notons que la présence de ces constituants est signalée dans l'huile essentielle obtenue des mêmes échantillons de la plante par entraînement à la vapeur d'eau.

Les chromatogrammes des échantillons de la concrète du type 1 nous ont permis d'observer une variation en pourcentages relatifs du camphre et de thuyone en fonction des paramètres étudiés. En admettant que le rapport des aires des pics de ces deux constituants est directement proportionnel au rapport de leur masse dans la concrète, nous avons calculé ce rapport pour les échantillons de la concrète d'Octobre obtenus par extraction de durées différentes. Ces résultats sont présentés dans le tableau 7. En se basant sur ces valeurs, nous avons tracé les courbes représentant la variation du pourcentage relatif du camphre et de thuyone en fonction de la durée de l'extraction pour la concrète d'Octobre (fig. 11). Ces courbes nous renseignent sur la cinétique de l'extraction de ces deux constituants. Elles ont la même allure, tout en suggérant un coefficient de diffusion de la thuyone plus élevé que celui du camphre, conséquence directe de la cinétique de l'extraction du camphre et de la thuyone par l'éther de pétrole.

III- Propriétés physico-chimiques de la concrète de l'Armoise blanche

Les propriétés physico-chimiques des produits aromatiques naturels, extraits des végétaux varient considérablement en fonction de la nature de la matière végétale (période de végétation, traitement préliminaire, stockage ...) et de paramètres du procédé d'extraction. Actuellement, il existe des normes donnant les limites de ces variations et permettant l'appréciation des qualités du produit. Nous avons déterminé trois des propriétés physico-chimiques des échantillons de la concrète d'Armoise blanche :

- la température de fusion,
- la densité,
- l'indice d'acide.

III-1- Détermination de la température de fusion de la concrète (5)

La température de fusion de la concrète est souvent utilisée pour le contrôle de sa qualité. Lorsque la température de fusion mesurée est inférieure à celle de la même concrète donnée dans les normes, ceci indique la présence du solvant dans cette dernière.

La plupart des échantillons de la concrète étant de consistance pâteuse, nous avons mesuré leur température de fusion en tube capillaire à l'aide d'un appareil du type Electrothermal-melting point Apparatus.

Le capillaire, ouvert aux deux extrémités, enfoncé dans la concrète, est rempli à environ 10 mm de sa hauteur et placé dans le porte-échantillon de l'appareil. Le système de chauffage est réglé de manière à ce que la température augmente très lentement. La température à laquelle le contenu du capillaire devient limpide et commence à monter dans ce dernier est prise pour

la température de fusion de la concrète. La différence de la température de fusion pour 2 à 3 essais de même échantillon ne doit pas dépasser 0,5 à 1° C.

III-2- Détermination de la densité de la concrète

La plupart des échantillons de la concrète étant de consistance pâteuse, pour déterminer leur densité, nous avons suivi le mode opératoire préconisé dans ce cas (5).

Nous avons utilisé un picnomètre de volume 1 ml et une balance analytique digitale du type SARTORIUS 1602MP8-1 avec une précision 10^{-4} g.

Le picnomètre, pesé préalablement vide, est rempli d'eau distillée tempérée à 20° C dans un bain thermostaté et pesé à nouveau. La concrète fondue est introduite dans le picnomètre vide et sec, rempli ainsi à 1/3 de son volume. Ce dernier est chauffé au bain-marie pour l'évacuation des bulles d'air contenues dans la concrète. Refroidi, il est tempéré à 20° C pendant 15 minutes et pesé. De l'eau distillée est ensuite ajoutée dans le picnomètre contenant la concrète et, après avoir été tempéré, il est de nouveau pesé. La densité de la concrète est calculée par la formule :

$$d^{20} = \frac{(G_2 - G) 0,99703}{(G_1 + G_2) - (G_3 + G)} + 0,0012$$

où G : poids du picnomètre vide (g)

G₁ : poids du picnomètre rempli d'eau distillée (g)

G₂ : poids du picnomètre contenant de la concrète (g)

G₃ : poids du picnomètre contenant de la concrète et de l'eau distillée (g)

III-3- Détermination de l'indice d'acide de la concrète (5)

L'indice d'acide représente les milligrammes de potasse (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides libres contenus dans un gramme de concrète.

L'indice d'acide de la concrète peut être anormalement élevé dans le cas où :

- La matière végétale est de mauvaise qualité.
- Le processus technologique n'est pas bien maîtrisé.
- La concrète a été trop longtemps stockée.

Dans ce cas, certains constituants de la concrète subissent des modifications conduisant à la formation d'acides libres.

Nous avons suivi le mode opératoire suivant :

0,1 g de la concrète sont introduits dans un erlenmayer dans lequel sont ajoutés ensuite 1 ml d'éthanol et 2 à 3 gouttes de phénolphthaléine. La solution ainsi obtenue est titrée par une solution de KOH dans l'éthanol 0,1 N jusqu'à l'apparition d'une coloration rose pâle. L'indice d'acide de la concrète est calculé par la formule :

$$I_a = \frac{5,61 \times a \times f}{g}$$

où a : volume de KOH utilisé (ml)

f : normalité de KOH

g : masse de l'échantillon (g)

III-4- Résultats et discussion

Dans le tableau 8 sont données les températures de fusion, les densités et les indices d'acides des échantillons de la concrète obtenus par extraction selon le schéma adopté (Chapitre II de la partie Extraction) et de ceux de la concrète

Echantillons	Durée d'extraction	T_f (°C)	d^{20}	I_a	Aspect
Octobre	2h suivie 1h	54	1,223	2,8	de couleur vert et de consistance pâteuse odeur agréable.
	Epuisement complet	Liquide à 20°C	1,062	0,2	Couleur jaune orangée foncée odeur non caractéristique de la plante.
	Epuisement complet de la plante utilisée.	Liquide à 20°C	1,152	0,9	Couleur jaune verdâtre odeur non caractéristique de la plante.
Décembre	2h suivie 1h	52	1,177	1,6	Couleur vert clair jaunâtre, consistance pâteuse, odeur agréable.
	Epuisement complet	Liquide à 20°C	1,272	0,3	Couleur orangée, odeur non caractéristique de la plante.
Janvier	1h suivie 1h	62	1,214	1,7	Couleur jaune verdâtre consistance très dure.
	Epuisement complet	Liquide à 20°C	1,235	0,7	Couleur beige orangée odeur non caractéristique de la plante.

- Tableau 8 : Propriétés physico-chimiques des échantillons.

obtenus par épuisement complet des trois échantillons de la plante.

En absence des données bibliographiques sur la concrète de l'Armoise blanche, nous ne pouvons que comparer entre elles les caractéristiques physico-chimiques des échantillons de la concrète que nous avons extraits et étudiés.

Nous constatons que :

- Les températures de fusion des concrètes obtenues par épuisement complet de la plante sont nettement inférieures à celles des concrètes obtenues par deux extractions successives.

- La densité de tous les échantillons de la concrète est supérieure à 1.

- Les indices d'acide des concrètes obtenues par épuisement complet sont inférieurs à ceux des concrètes obtenues par deux extractions successives pour le même échantillon de plante considéré.

- L'indice d'acide de la concrète varie en fonction de la période de végétation de la plante : de 2,8 pour la concrète d'Octobre, il diminue à 1,6 pour la concrète de Décembre et n'est que de 1,7 pour la concrète de Janvier.

- L'aspect et les propriétés olfactives varient d'une période à une autre.

La variation des propriétés physico-chimiques que nous observons confirment le fait qu'elles sont fortement influencées non seulement par la période de végétation de la plante mais aussi par les paramètres du procédé d'extraction utilisé.

A TiTa

Evaluation de l'activité antimicrobienne de la concrète

Il y a à peine trois siècles de celà que les microorganismes ont été vus grâce au microscope. Cependant, leur rôle d'agents pathogènes n'a été reconnu qu'en 1870.

Il existe une très grande variété de microorganismes répandus partout dans la nature. C'est la forme de vie la plus abondante. En effet, il a été évalué que leur masse au total excède la masse de tous les autres organismes.

On les retrouve en abondance là où la nourriture, l'humidité et la température favorisent leur croissance et leur multiplication. Les microorganismes sont la cause d'un grand nombre de maladies mais le taux de mortalité et de gravité a diminué d'une façon très spectaculaire grâce aux découvertes faites dans tous les domaines de la science et en particulier en microbiologie. La mise au point des agents chimiothérapeutiques très actifs est souvent faite à base de produits naturels extraits la plupart du temps des plantes.

C'est dans cette voie que nous avons orienté notre étude, en cherchant à évaluer l'activité anti-microbienne de la concrète de l'Armoise blanche.

1- Rappels théoriques

La microbiologie étudie les organismes vivants de taille microscopique, sous tous leurs aspects : leur habitat, leurs caractéristiques, les relations qu'ils entretiennent entre eux et avec d'autres organismes.

L'histoire de la microbiologie peut être divisée en trois périodes dont la première a commencé avec la découverte du monde des microorganismes en 1675 par Antonia Van Leeuwenhock qui les observa au microscope.

Dans la période 1860 et 1900, après que la théorie de la génération spontanée ait été refusée et le principe de la biogénèse accepté, plusieurs découvertes fondamentales et importantes ont été faites.

Depuis 1900, la microbiologie, la médecine et les autres domaines scientifiques se sont beaucoup rapprochés.

1-1- Les microorganismes

Les microorganismes sont tous intimement liés, nuisibles ou utiles soient-ils.

Ils se nourrissent de sécrétions, de déchets de l'organisme sans le perturber, lui synthétisent plusieurs vitamines et peuvent constituer son système de défense vis à vis de corps étrangers. Certains sont pathogènes et provoquent des maladies, d'autres sont utiles et participent même dans certaines activités humaines comme la fabrication du vin, du fromages ...

Dans le cas où ils sont pathogènes, l'une des méthodes utilisées pour les combattre est la chimiothérapie.

Elle consiste en un traitement avec des produits chimiques qui, tout en inhibant la croissance des microorganismes pathogènes, ne nuisent pas à l'organisme humain.

Parmi ces produits, les antibiotiques : substances produites par un autre microorganisme, qui sont, de loin, les plus utilisées.

Cependant, des antibiotiques autrefois très efficaces ont perdu toute valeur thérapeutique avec l'apparition des populations microbiennes très résistantes, d'où la nécessité de la mise au point de nouveaux agents chimiothérapeutiques (56).

1-2- Méthodes d'évaluation de l'activité antimicrobienne des composés chimiques

Les méthodes d'évaluation les plus couramment employées

sont basées sur la propriété de l'agent chimique d'inhiber les microorganismes in vitro.

La mise en évidence de cette inhibition est réalisée soit en milieux liquides : méthodes d'acidification, soit en milieux solides : méthodes par diffusion en gélose (56). Cette dernière est basée sur la diffusion de l'antibiotique dans le milieu gélosé ensemencé par le microorganisme étudié. Il a été montré qu'elle est proportionnelle au logarithme de la concentration de l'antibiotique.

La composition du milieu gélosé est choisie en fonction de la souche étudiée et de l'antibiotique utilisé.

Cette méthode, dite aussi méthode de l'antibiogramme, consiste à placer sur la surface d'une gélose ensemencée des disques de papier imprégnés du produit de concentration connue.

Les échantillons ainsi préparés sont incubés pendant 24 heures à 37°C. Après incubation, l'observation d'une zone claire translucide autour du disque dite zone d'inhibition, traduit la présence d'une substance à activité antibiotique dans l'échantillon. La grandeur du diamètre de ces zones permet d'évaluer l'activité anti-microbienne du composé vis à vis du microorganisme en question (54,55).

1-3- Pouvoir pathogène des microorganismes testés (57)

1-3-1- Les streptocoques

Ce sont des cocci à Gram positif, les cellules sont ovoïdes, sphériques ou rarement allongés en bâtonnets.

* S.D. : se localise dans les intestins et les voies urogénitales. Il provoque des infections urinaires, génitales, biliaires, dentaires et endocardites.

1-3-2- Les staphylocoques

Ils ont été identifiés par Pasteur. Ce sont des bactéries de forme sphérique de 0,5 à 3 μm de diamètre, à Gram positif.

* S. aureus : se présente sous l'aspect de cocci en petits amas en diplocoques ou en très courtes chaînettes. Chez l'homme, les infections à staphylocoques peuvent être localisées et de propagation directe en atteignant le revêtement cutané ou diffuser par voie sanguine.

* S. épidermidis : résident presque toujours chez les patients dont le système immunitaire est très faible. Les infections les plus importantes sont les septicémies, les endocardites, les méningites.

1-3-3- Les pseudomonas

Ils vivent dans des niches écologiques naturelles très diversifiées.

Ce sont des bacilles à Gram négatif, mobiles grâce à des flagelles polaires, chimio-organotropes.

* P. aeruginosa : C'est une bactérie surnommée pathogène opportuniste car elle ne détermine de maladie que chez le patient immunodéprimé.

Elle peut résider dans le tube digestif de l'homme et de divers animaux et provoque des infections locales de l'oeil, de l'oreille, des bronchites, des pneumonies.

1-3-4- Escherichia Coli

C'est un microorganisme à Gram négatif qui réside dans l'intestin. Il peut être la cause des infections intestinales chez le nouveau-né.

1-3-5- Proteus mirabilis

De la famille des entérobactéries, c'est une bactérie largement répandue dans la nature où elle joue le rôle d'agent de putréfaction des déchets d'origine animale; hôte normal du tube digestif de l'homme et des animaux, elle peut provoquer des infections très diverses : entérites, cystites, otites, méningites. Ces infections sont de plus en plus fréquentes, proteus étant résistant à la plupart des antibiotiques.

1-3-6- Candida albicans (56)

C'est une levure responsable de la candidose qui est une maladie des muqueuses, de la bouche, des voies alimentaires. Des infections plus sérieuses touchent le coeur (endocardite), le sang (septicémie) et le cerveau (méningite). Chez la plupart des gens, cet organisme peut aussi être présent comme saprophyte sur les mêmes muqueuses sans causer de maladie. Cependant, si l'hôte est affaibli à cause d'une quelconque maladie, alors Candida albicans peut devenir virulent.

II- Partie expérimentale

Nous avons tenté d'évaluer l'activité anti-microbienne de sept échantillons de la concrète de l'Armoise blanche :

- trois, obtenus par deux extractions successives de la plante d'Octobre (2H, 1H), de Décembre (2H, 1H) et de Janvier (1H, 1H),
- trois, obtenus par épuisement complet à l'éther de pétrole de la plante d'Octobre, de Décembre et de Janvier,
- un, obtenu par l'épuisement complet de la plante d'Octobre ayant subi l'entraînement à la vapeur d'eau.

En fixant notre choix sur ces échantillons, nous avons voulu vérifier si l'activité anti-microbienne de la concrète est

due à la présence des constituants de l'huile essentielle (pour les trois premiers échantillons) ou bien à d'autres constituants de la plante. D'autre part, le choix du dernier échantillon visait, dans le cas d'un résultat positif, une éventuelle valorisation du résidu de la plante ayant subi un entraînement à la vapeur d'eau. Nous avons testé l'activité de chacun de ces échantillons de la concrète vis à vis des sept microorganismes dont l'effet pathogène a été décrit auparavant.

11-1- Mode opératoire

Nous avons déposé sur des disques de papier Wathman de diamètre 6 mm, stérilisés auparavant, 2,5 mg de chacun des échantillons de la concrète.

A partir des souches de microorganismes incubés pendant 24 heures dans des milieux spécifiques, nous avons préparé des suspensions en diluant dans 10 cm³ d'eau stérile respectivement :

- deux anses de platine : pour E. coli et P. aeruginosa.
- trois à quatre gouttes : pour Streptocoque D et S.aureus.
- une suspension "riche" : pour Candida albicans.

Nous avons entre temps réparti uniformément dans des boîtes de pétri la gélose nutritive (Muller-Hinton) fondue et, une fois celle-ci durcie, nous avonsensemencé par inondation avec un des microorganismes.

Dans chaque boîte de pétri, nous avons déposé les disques, imprégnés chacun de l'un des échantillons de la concrète. Après 24 heures d'incubation à 37° C, nous avons constaté l'apparition des zones d'inhibition et mesuré leurs diamètres respectifs.

11-2- Résultats et discussion

Les résultats des essais d'évaluation de l'activité anti-microbienne des échantillons étudiés sont regroupés dans le

Diamètre d'inhibition (mm)		échantillons						Oct ² utilisé continu
		Oct: 2h, 1h	Déc: 2h, 1h	Oct: continu	Déc: continu	Jan: continu	Jan: 1h, 1h	
micro organismes	Streptocoque D	6	6	6	6	6	6	6
	Staphylocoque Auréus	6	6	6	6	6	6	6
	Staphylocoque épidermidis	6	6	6	6	6	6	6
	Pseudomonas aeruginosa	6	6	6	6	6	6	6
	E. Coli	6	10	12	10	11	6	13
	Proteus mirabilis	6	16	16	12	15	6	17
	Candida albicans	21	19	12	10	9	11	6

- Tableau 9 : Etude de l'activité anti-microbienne des concrètes vis à vis de certains microorganismes

tableau 9.

Le diamètre du disque est inclus dans le diamètre de la zone d'inhibition. La valeur de 6 mm indique que l'échantillon ne provoque pas d'inhibition du microorganisme correspondant.

Pour apprécier l'activité anti-microbienne de la concrète à partir de la valeur des diamètres des zones d'inhibition, nous nous sommes basés sur les données bibliographiques (32) précisant que l'activité est grande lorsque le diamètre de la zone est supérieur à 15 mm, moyenne pour des valeurs du diamètre entre 14 et 11 mm et faible lorsque le diamètre est inférieur à 10 mm.

Ainsi, en examinant les résultats obtenus, nous constatons les faits suivants :

- Tous les échantillons de la concrète sont inactifs vis à vis de quatre des microorganismes étudiés : Streptocoque D, *S. aureus*, *S. épidermidis* et *P. aeruginosa*.

- Cinq des échantillons de la concrète présentent vis à vis de l'*E. Coli* une activité. Cette dernière est faible (10 mm) pour les échantillons obtenus de la plante de Décembre, moyenne (11 à 13 mm) pour les échantillons de la concrète obtenus par épuisement complet de la plante d'Octobre, de Janvier et d'Octobre ayant subi l'entraînement à la vapeur d'eau.

- Les concrètes extraites par épuisement complet et celle de Décembre présentent une grande activité vis à vis de *P. mirabilis*. Ce résultat est très intéressant pour deux raisons; d'une part, il s'avère que ce microorganisme devient de plus en plus résistant aux antibiotiques courants et le problème de son inhibition est actuellement posé devant les microbiologistes, d'autre part, nous constatons que la concrète obtenue à partir de la plante résidu de l'entraînement à la vapeur d'eau provoque la plus forte inhibition (17 mm). Ceci ouvrira peut-être la voie d'une recherche orientée vers la valorisation de la plante "déchet"

de l'extraction de l'huile essentielle.

- *Candida albicans* est très fortement inhibé par la concrète d'Octobre (21 mm) et celle de Décembre (19 mm). Les concrètes obtenues à partir des mêmes échantillons de plante par épuisement complet ne présentent qu'une activité moyenne vis à vis de ce microorganisme.

Ce résultat nous permet de supposer que l'activité de la concrète envers *C. albicans* est probablement liée à la présence des constituants de l'huile essentielle.

Nous concluons alors qu'en plus de ses bonnes qualités olfactives, la concrète extraite de l'Armoise blanche cueillie pendant la période de boutonisation et floraison possède d'excellentes propriétés antimycotiques.

A notre avis, ces résultats sont très encourageants et méritent l'attention des compétences concernées pour une recherche plus étendue dans ce domaine.

Conclusion

Afin de contribuer à une éventuelle valorisation de l'Armoise blanche en Algérie, nous avons entamé l'étude de l'extraction de la concrète de cette plante, de sa composition et de ses propriétés anti-microbiennes.

En s'intéressant à la fois au rendement et à la composition de la concrète, nous avons constaté qu'ils sont fortement influencés par la durée et le nombre des extractions successives de la plante ainsi que par la période de sa végétation.

L'analyse qualitative et quantitative par spectroscopie infra-rouge et par chromatographie en phase gazeuse de la concrète nous a permis d'avoir accès à sa composition, de suivre la cinétique de l'extraction par l'éther de pétrole de deux de ses constituants : le camphre et la thuyone et d'élucider en partie le mécanisme de l'extraction de la concrète.

Nos résultats montrent que, pour la mise en oeuvre de l'extraction de la concrète de l'Armoise blanche, on doit tenir compte d'un compromis entre un rendement élevé et une composition de la concrète possédant de bonnes qualités olfactives.

Nous avons constaté qu'une extraction d'une durée de 2 heures de la plante en période de boutonisation et de floraison vérifie les critères adoptés pour l'huile essentielle de l'Armoise blanche de qualité commerciale.

Les résultats de l'étude de l'activité anti-microbienne de la concrète, bien qu'encore très partiels, montrent une forte activité antimycotique de la concrète. D'autre part, le fait que la concrète obtenue à partir de la plante ayant servi à l'extraction de l'huile essentielle présente une certaine activité anti-microbienne peut ouvrir la voie d'une éventuelle valorisation de la plante "déchet" de l'extraction de l'huile essentielle.

A notre avis, cette étude mérite d'être approfondie aussi bien dans le domaine du procédé d'extraction que dans celui de l'étude de l'activité microbologique de la concrète afin d'atteindre son objectif.

Bibliographie

- BIBLIOGRAPHIE -

- 1 - Ozenda P, Flore du Sahara, CNRS, p. 441 (1977)
- 2 - Horabille M, Malsot M, Paris M, Rivista Italiana, E.P.P.O.S., 6, p. 296 (1981)
- 3 - Fourment, Roques, Plantes médicinales et aromatiques d'Algérie, Direction de l'Economie Algérienne et Direction Générale de l'Agriculture, Document et Renseignements Agricoles, Bulletin N° 1.
- 4 - Paris R, Moyse H, Matière médicale Tome III, Masson et Cie, p. 413-416, (1971).
- 5 - Gueorgiev E, Technologie des produits aromatiques et synthétiques, Plovdiv, p. 7-10, (1980).
- 6 - Balinova-Tsvetkova A, Diakov G, Rasknievadni, Nauki XI, N° 2, p. 79-85, (1974).
- 7 - Gildmeister E, Hoffmann F, Die Aterrischen oele, 2ème édition, Tome III, p. 700-702, (1919)
- 8 - Otto M.P, L'industrie des parfums d'après les théories de la chimie moderne, 2ème édition, Dunod, Paris, (1924).
- 9 - Durvelle J.P, Fabrication des essences et des parfums, 3ème édition, p. 114, (1929).
- 10 - Cohen A, Lavergne J.P, Leblanc A, Viallefont P, Les constituants d'Artemisia herba-alba (typica), I huiles essentielles, Bull. Soc. Sci. Naturelles et Physiques du Maroc, 52 (1-2), 1-9 (1972).
- 11 - Benjilali B, Richard H, Etude de quelques peuplements d'Armoise blanche du Maroc, Rivista Italiana E.P.P.O.S., 2, p. 69-74, (1980).

- 12 - Benjilali B, Sarris J, Richard H, Nouveaux chemotypes d'*Artemisia herba-alba*, *Sciences des aliments*, 2, p. 515-527, (1982).
- 13 - Lemberg S, *Armoise-Artemisia herba-alba*, *Perfume & Flavorist*, vol. 7, p. 58-63, (1982).
- 14 - Publication anonyme, *Les végétaux aromatiques du Maroc et leurs produits d'extraction, parfums, cosmétiques, arômes*, p. 55, 35-39, (1984).
- 15 - Santorini M, *L'armoise au Maroc, Parfums, cosmétiques, arômes*, p. 51, 77-79, (1983).
- 16 - Hurabielle M, Malsot M, Paris M, Contribution à l'étude chimiques de deux huiles d'*Artemisia herba-alba*-Asso et *Artemisia Vulgaris* L, intérêt chimiotaxonomique, *Rivista Italiana E.P.P.O.S.*, 6, p. 296-299, (1981).
- 17 - Segal R, Breuer A, Feuerstein I, Irregular monoterpene alcohols from *Artemisia herba-alba*, *phytochemistry*, Vol. 19, p. 2761-62, (1980).
- 18 - Feuerstein I, Müller D, Hobert K, Danin A, Segal R, The constitution of essential oils from *Artemisia herba-alba* populations of Israël and Sinaï, *Phytochemistry*, Vol. 25, N10, p. 2343-47, (1986).
- 19 - Segal R, Feuerstein I, Danin A, Chemotypes of *Artemisia herba-alba* in Israel based on their sesquiterpene lactone and essential oil constitution, *Biochemical systematics and ecology*, Vol. 15, N° 4, p. 411-416, (1984).
- 20 - Boutekedjiret C, Contribution à l'étude chimique de l'*Artemisia herba-alba*-Asso, *Projet de fin d'études*, ENP, Alger, (1987).
- 21 - Benbouabdellah H, *Projet de fin d'études*, ENP, Alger, (1988).
- 22 - Khafagy S.M, Gharbo S.A, Sargt M, Phytochemical investigation of *Artemisia herba-alba*, *Planta medica*, p. 20, 90-96, (1971).

- 23 - Gomis J.D, Marco A.J, Leinares J.R.P, Parareda J.S, Sendra J.M, Seoane F, Sesquiterpene lactones, waxes and volatile compounds from *Artemisia herba-alba* susp. Valentina, *Phytochemistry*, 18, p. 1523, (1979).
- 24 - Gordon M.M, Donald V.D, Zalkow L.H, *J. Nat. Prod.*, 44, p. 432-440, (1981).
- 25 - Yashphe J, Segal R, Breuer A, Ardreich-Naftali G, Antibacterial activity of *Artemisia herba-alba*, *Journal of Pharmaceutical Sciences*, Vol. 68, N° 7, (1979).
- 26 - Yashphe J, Feuerstein I, Barel S, Segal R, The antibacterial and antispasmodic activity of *Artemisia herba-alba*-Asso, *Int. J. Crude Drug Res.*, 25, N° 2, p. 89-96, (1987).
- 27 - Ross S.A, El-Keltami N.E, Megalla S.E, Antimicrobial Activity of some egyptian aromatic plants, *Fitoterapia*, 51, p. 201-205, (1980).
- 28 - Ramirez C, *Can. J. Microbiologie*, 15, p. 1341, (1969).
- 29 - Hasan S.K, Chemistry of Pakistani Artemisias, *Nat. Prod. Chemistry, Proc. Int. Symp. Pack U.S. Binatl work shop 1st*, p. 133-153, (1986).
- 30 - Al-Yahia M.A, Phytochemical studies of the plante used in traditional medecine of Saudi Arabia, *Fitoterapia*, 3, p. 179-182, (1986).
- 31 - Sherif A, Hall R.G, El Amany M, Drugs, insecticides and other agents from *Artemisia*, *Medical hypotheses*, 23, p. 187-193, (1987).
- 32 - *Hebdomadaire Horizon*, 31 Mars, p. 8, (1989).
- 33 - Kumanova R, Pannkova T, Manova S, Study on antimicrobial activity of natural and synthetic substances, *Travaux scientifiques de IPCEMP, Tome I, Partie I*, p. 181-188, Ploudiv, (1985).

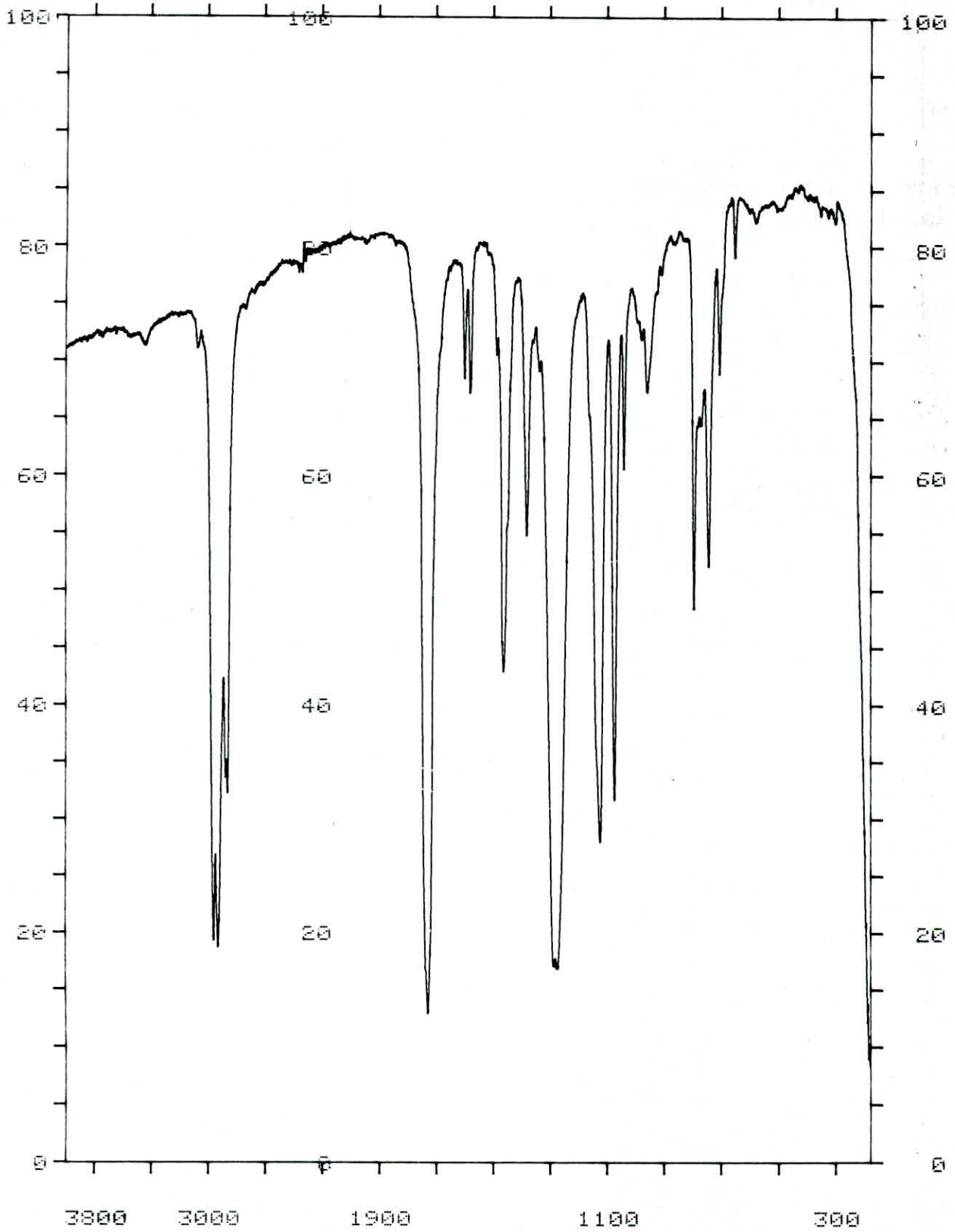
- 34 - Toleva P, Guergiev E, Karova E, Guenov H, Investigations sur l'huile essentielle et absolu de l'*Artemisia annua* L., *Papiers de la 11ème Conférence Nationale de l'industrie des parfums et cosmétiques*, p. 389-396, Varna, (1975).
- 35 - Guergiev E, Kutchkova D.G, On the extraction of Annual Wormwood, *Rivista Italiana E.P.P.O.S.*, Maggio (1978).
- 36 - Roudnitska E, *Le parfum, Que sais-je*, p. 1-5, (1980).
- 37 - Blakeway J, Sen Salerno M, *La mousse de chêne, une base de la parfumerie, Pour la science*, Mai 1987.
- 38 - Vernin G et G, *Arômes alimentaires, Développements récents*.
- 39 - Naves Y.R, *Les parfums naturels*, Masson et Cie, p. 1-43, Paris (1974).
- 40 - Vigon V, *Utilisation d'appareillage d'extraction intensive pour la récupération des composés biologiquement actifs à partir des plantes, dans Problèmes de l'industrie cosmétique et parfumerie, (papier de la 14ème Conférence Nationale), NTSCP, Pharmachim., Varna, p. 196-211, (1982).*
- 41 - Djebbar K, Loucif M et les références citées, *Extraction par solvant, Projet de fin d'études, ENP, Alger, (1973).*
- 42 - Wuithier P, *Le pétrole, raffinage et génie chimique, Tome 1, Inter-édition Paris, p. 566-571.*
- 43 - Adda J, Richard H, *Arômes, dans Techniques d'analyse et du contrôle dans les I.A.A., Volume 4, p. 264-267, (1981).*
- 44 - Guergiev E, Balinova-Tsvetkova A, *A comparative study of some solvents for extraction of lavender racemes, Rivista Italiana E.P.P.O.S., LX N° 5, Maggio, p. 324-325, (1978).*
- 45 - Allinger et coll., *Chimie organique, Vol. 1, Mc Grawhill, p. 213, (1984).*

- 46 - Siverstein R, Besseler G, Identification spectrométrique des composés organiques, Masson et Cie, Gauthier-Villars, p. 84, (1966).
- 47 - Bank S, Closson W.D, Hodsins L.T, Correlation of the infra-red stretching frequencies of ketones, olefins and animes, Tetrahedron letters, 24, p. 381-387, (1968).
- *
49 - Boutekdjiret C, Thèse de Magister (travaux en cours), ENP, Alger.
- 50 - Charchari S, Travaux en cours, ENP, Alger.
- 51 - Benyoucef E.H, Thèse de Magister, ENP, Alger, Travaux en cours.
- 52 - Lorient D, Lhuguenot J.C, Valley A, Chromatographie, dans Technique d'analyse et contrôle dans les industries agro-alimentaires, Technique et documentation, p. 59-60, (1981).
- 53 - Tranchant J, Manuel pratique en chromatographie en phase gazeuse, Masson, p. 21-32, (1982).
- 54 - Leveau J.V, Bouix M, Techniques microbiologiques d'analyse chimique, dans Technique d'analyse de contrôle dans I.A.A., vol. 2, Technique et documentation, p. 315, (1981).
- 55 - Mouillet L, Luquet F.M, Antibiotiques, dans Techniques d'analyse et contrôle dans les I.A.A., vol. 4, Technique et documentation, p. 307, (1981).
- 56 - Pelczar M, Eléments de microbiologie, HRWI tee, p. 3-102, (1982).
- 57 - Liminor L, Véron M, Bactériologie médicale, Flammarion Médecine-Sciences, (1982).
- *48 - Dimov N, Analyse organique, éd. Technika, Sofia, p. 80, (1980).

Annexes

I

— Spécies Infra-rouge
de type 1 —



PERKIN-ELMER 983

PEAK THRESHOLD 2 %T
CM-1 %T

DATE

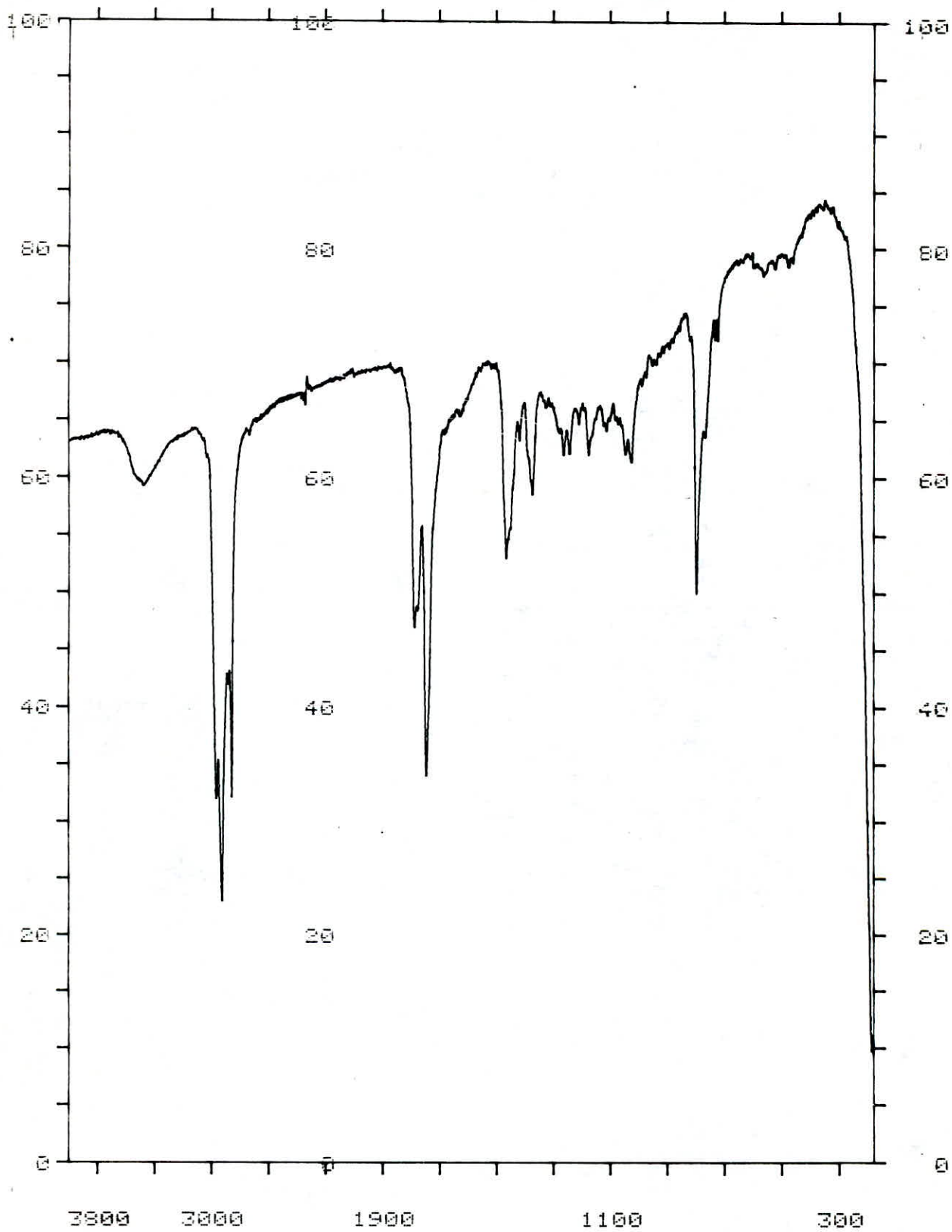
SAMPLE Epuisement complet
d'Artemisia herba -- Alba - ASSO
B.B. A Décembre.

OPERATOR

REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE NT
RANGE 4000.0- 180.0
ABSC. SCALE 0.25

2960.0	19.29
2931.0	18.64
2850.0	32.26
1728.0	12.82
1600.0	68.44
1581.0	67.33
1462.0	42.87
1381.0	54.82
1274.0	16.76
1124.0	27.97
1073.0	31.66
1041.0	60.65
960.0	67.44
795.0	48.30
743.0	52.09
705.0	69.04
651.0	79.22
579.0	82.24
190.0	11.74



PERKIN-ELMER 583

DATE

SAMPLE : *concreta d'avenisio*
herba alba - ASO: BBA Oct
Extraction durée 4h.

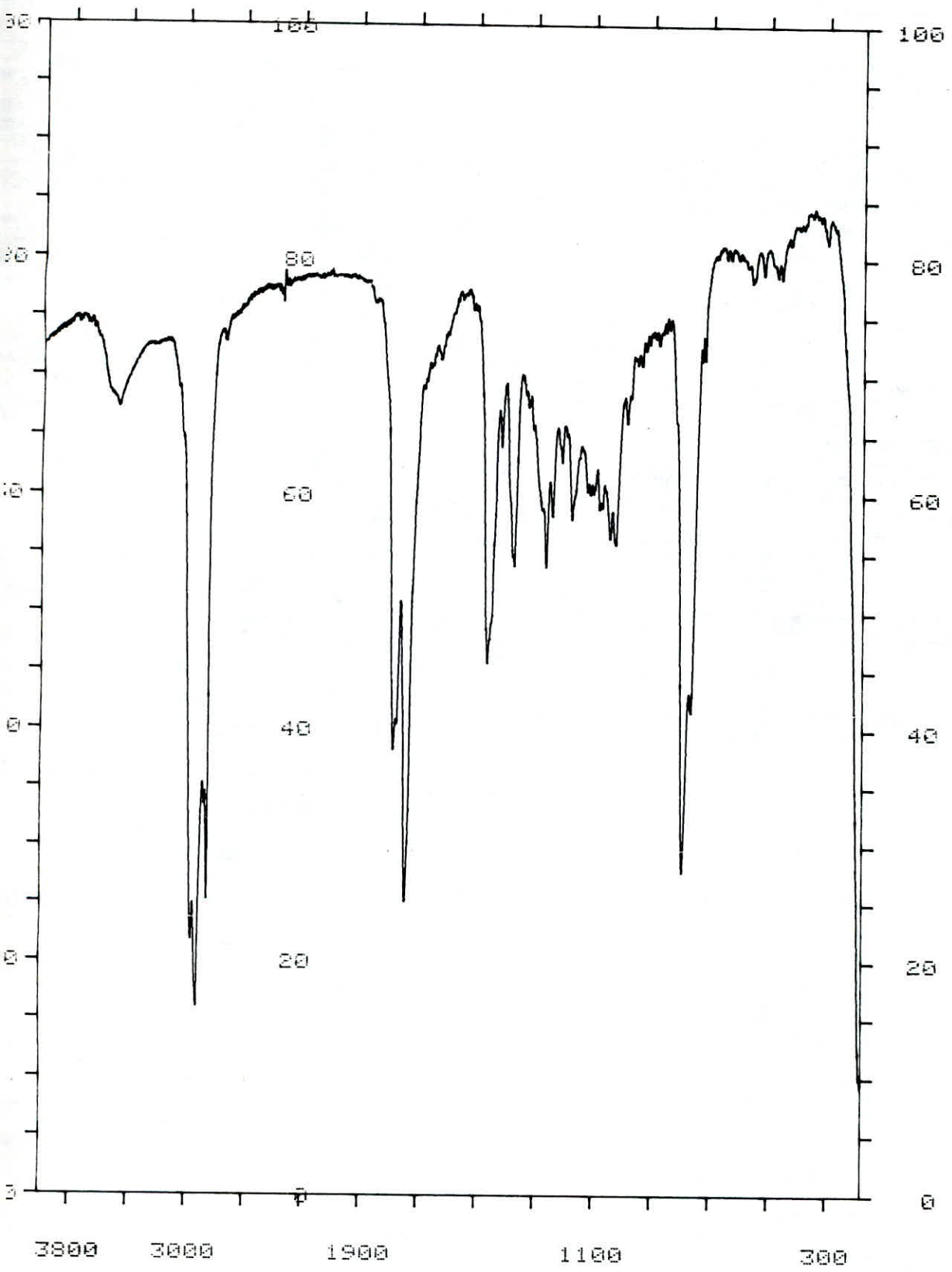
OPERATOR

REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE %T
RANGE 4000.0- 180.0
ABSC. SCALE 0.25

PEAK THRESHOLD 2 %T

CM-1	%T
3472.0	59.22
2957.0	31.95
2918.0	22.98
2849.0	32.02
1784.0	46.90
1743.0	33.94
1462.0	52.92
1370.0	58.48
1261.0	61.92
1173.0	62.00
1111.0	64.17
1022.0	61.40
795.0	49.99
562.0	77.71



IR Spectrum of [unclear] [unclear] [unclear]

2015

PERKIN-ELMER 983

PEAK THRESHOLD 2 %T
CM-1

DATE

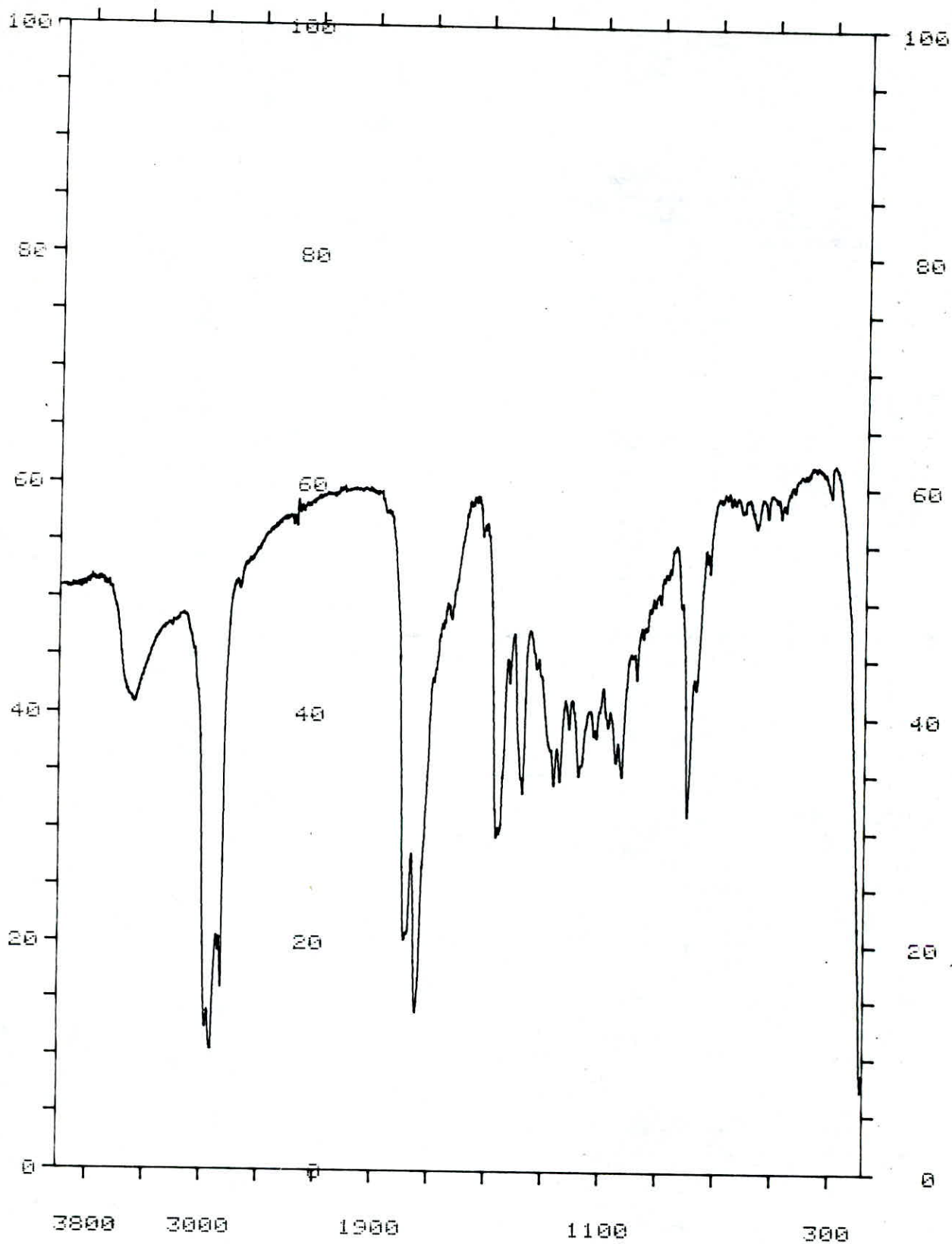
SAMPLE *Concakte d'Artemisia
herba -alba - ASSO: BBA och
Extraction durã 24h*

OPERATOR

REPLOTTED SPECTRUM

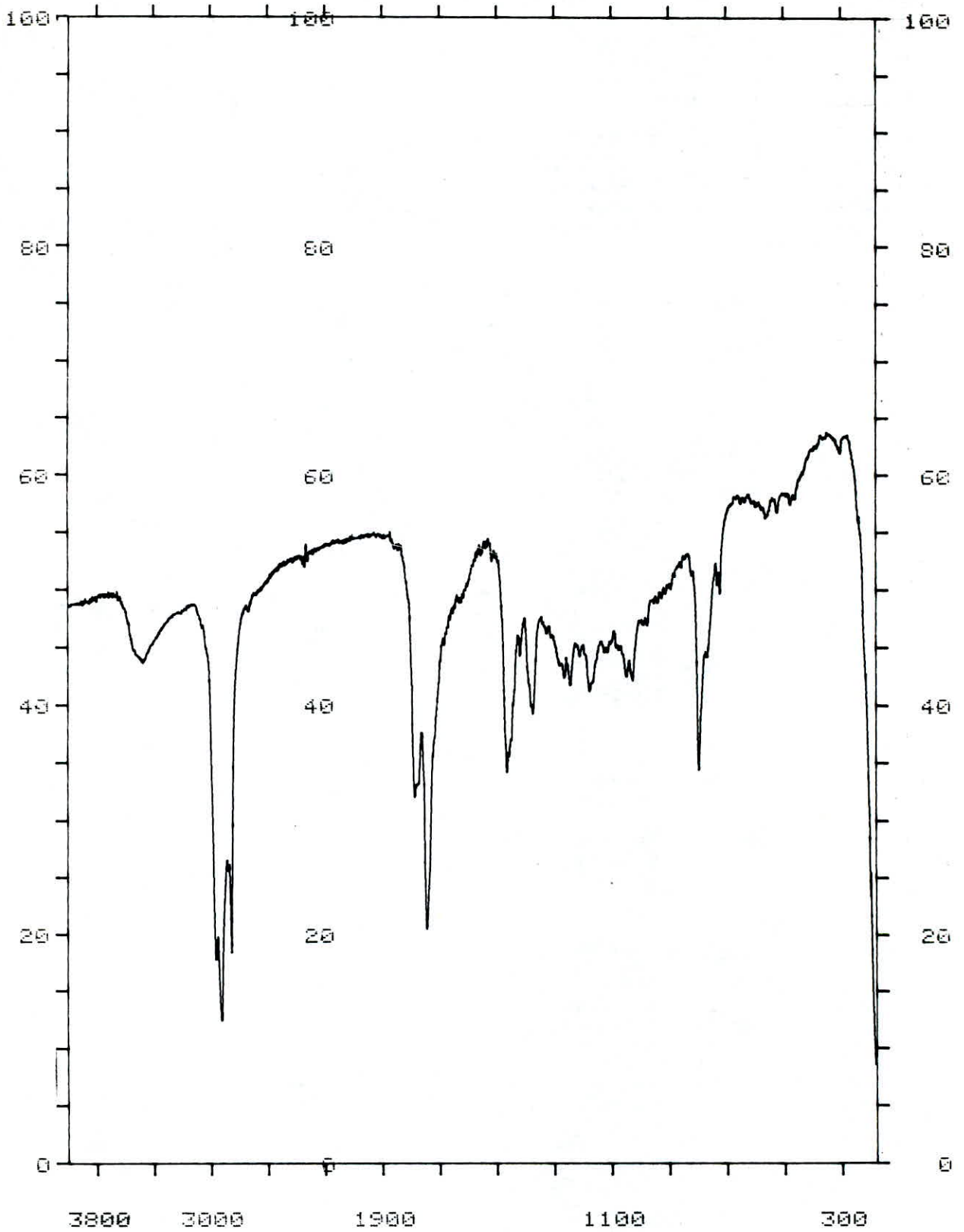
SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE %T
RANGE 4000.0- 180.0
ABSC. SCALE 0.25

3472.0	67.31
2959.0	21.77
2919.0	15.99
2850.0	25.24
1795.0	38.12
1743.0	25.09
1462.0	45.58
1416.0	64.14
1371.0	53.87
1262.0	53.68
1240.0	58.13
1208.0	62.81
1174.0	57.87
1111.0	60.10
1080.0	58.81
1044.0	56.31
1023.0	55.77
986.0	66.15
793.0	27.61
561.0	78.20
521.0	78.87
460.0	78.50
304.0	81.60



PERKIN-ELMER 983		PEAK THRESHOLD 2 %T	
		CM-1	%T
DATE		7472.0	40.86
		2921.0	10.42
		2851.0	15.91
SAMPLE	<i>Concreto d'Armenia</i>	1784.0	20.22
	<i>herba alba. Asso: BGA Oct</i>	1742.0	13.74
	<i>2^a ripetition d'elucidation</i>	1462.0	29.29
	<i>Dura 1h</i>		
OPERATOR		1416.0	42.73
		1371.0	33.20
REPLOTTED SPECTRUM		1261.0	33.95
		1241.0	34.33
SCAN MODE	4	1208.0	38.93
NOISE FILTER	1	1175.0	34.77
RESOLUTION	3.0	1112.0	38.11
ORDINATE MODE	%T	1022.0	34.78
RANGE	4000.0- 130.0	971.0	43.17
ABSC. SCALE	0.25	794.0	31.30
		720.0	52.53
		560.0	56.51
		475.0	57.43
		300.0	59.34

1000



PERKIN-ELMER 983

DATE

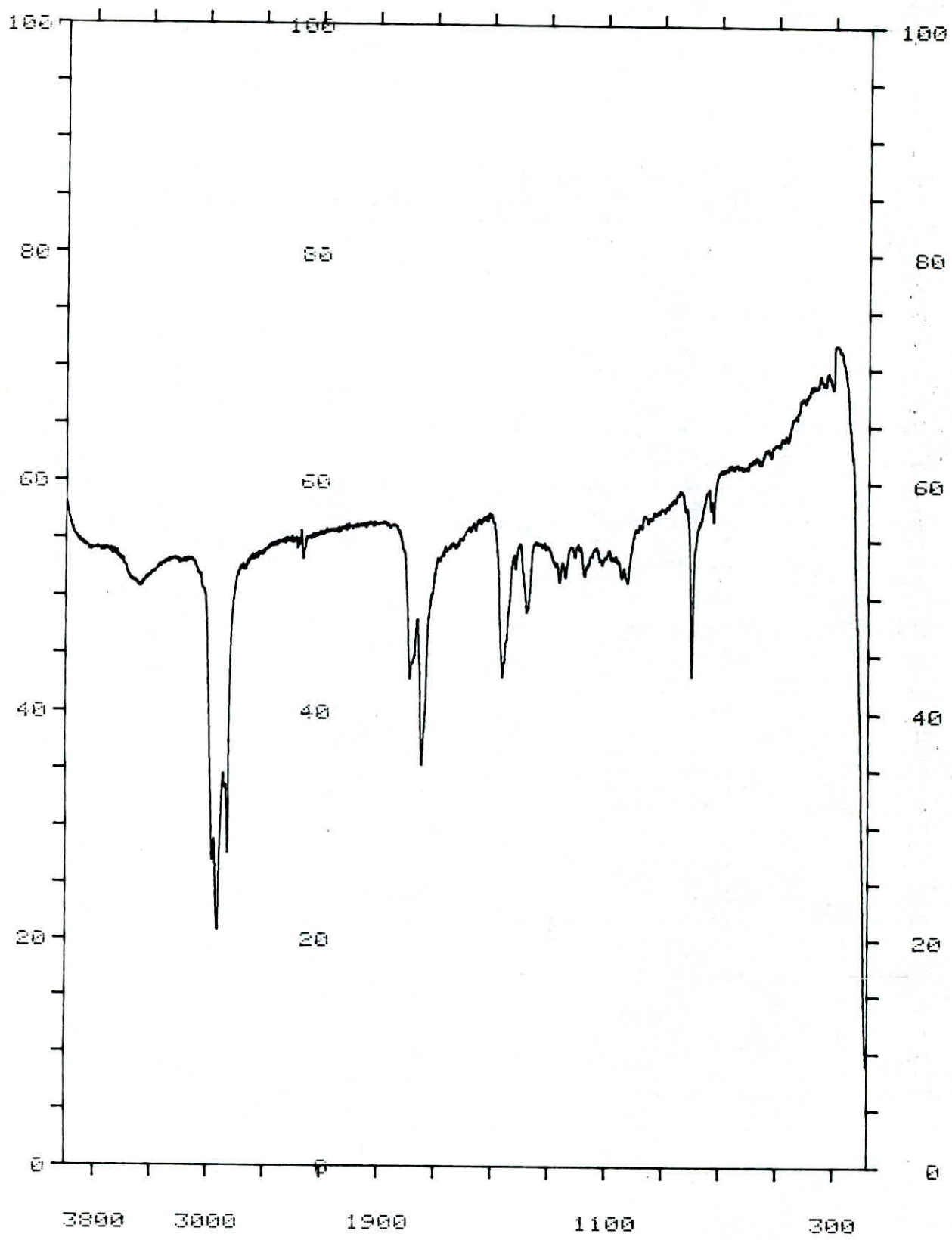
SAMPLE : *Conaite d'Altemisia*
herba-alba-ASSO BBA Dec
Extraction durée 2 h suivie
d'une aube de durée 1 h.
OPERATOR

REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE %T
RANGE 4000.0- 100.0
ABSC. SCALE 0.25

PEAK THRESHOLD 2 %T

CM-1	%T
3471.0	43.69
2957.0	17.73
2919.0	12.29
2850.0	18.38
1784.0	32.06
1742.0	20.45
1462.0	34.11
1371.0	39.19
1241.0	41.75
1174.0	41.26
1023.0	42.14
794.0	34.38
720.0	49.70
562.0	56.30
199.0	23.07
183.0	8.47



PERKIN-ELMER 983

DATE

SAMPLE : *concrete d'artemisia
herba - alba - ASSO : BBA oct
Extraction durée 3 h*

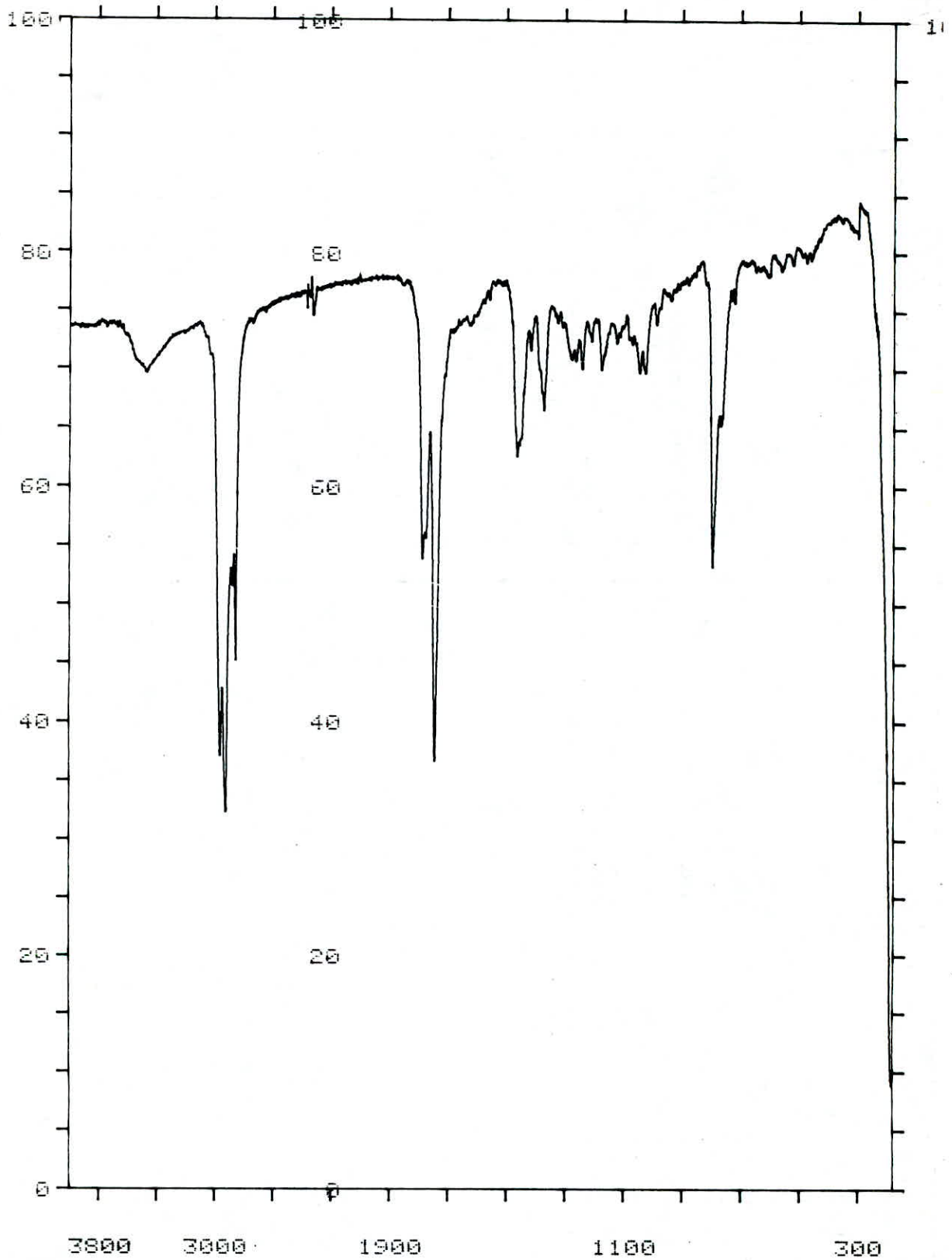
OPERATOR

REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE %T
RANGE 4000.0- 100.0
ABSC. SCALE 0.25

PEAK THRESHOLD 2 %T

CM-1	%T
3470.0	53.73
2919.0	20.64
2851.0	27.27
2322.0	53.23
1736.0	42.78
1744.0	35.37
1462.0	42.95
1378.0	48.69
1262.0	51.29
1173.0	51.82
1023.0	51.25
796.0	43.16
720.0	56.63



20

PERKIN-ELMER 983

DATE

SAMPLE : *concret d'avenisio*
herba-Alba-ASSO
BB.Aoct
extraction. durée 2h

20

OPERATOR

REPLOTTED SPECTRUM

60

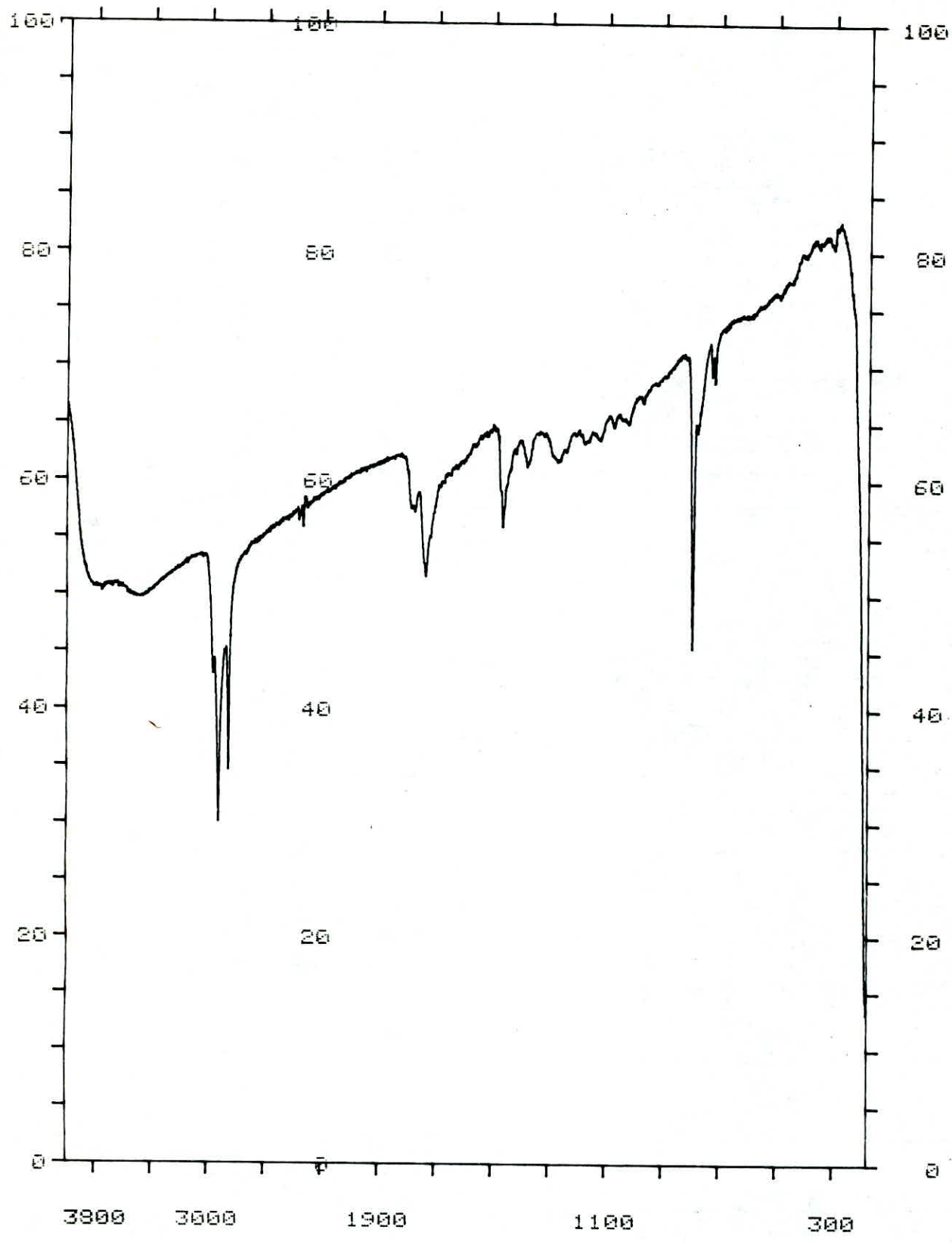
SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE %T
RANGE 4000.0- 180.0
ABSC. SCALE 0.25

40

PEAK THRESHOLD	2	%T
CM-1		%T
3466.0		65.63
2968.0		37.07
2920.0		32.24
2856.0		45.17
2320.0		74.59
1785.0		53.80
1743.0		36.62
1462.0		62.60
1371.0		66.53
1248.0		70.11
1174.0		70.05
1023.0		69.82
794.0		53.17
368.0		81.35

20

0



PERKIN-ELMER 983

DATE

SAMPLE: *Concrete d'Artemisia
kerba - alba - Asso
B.B.A oct 2h-2h*

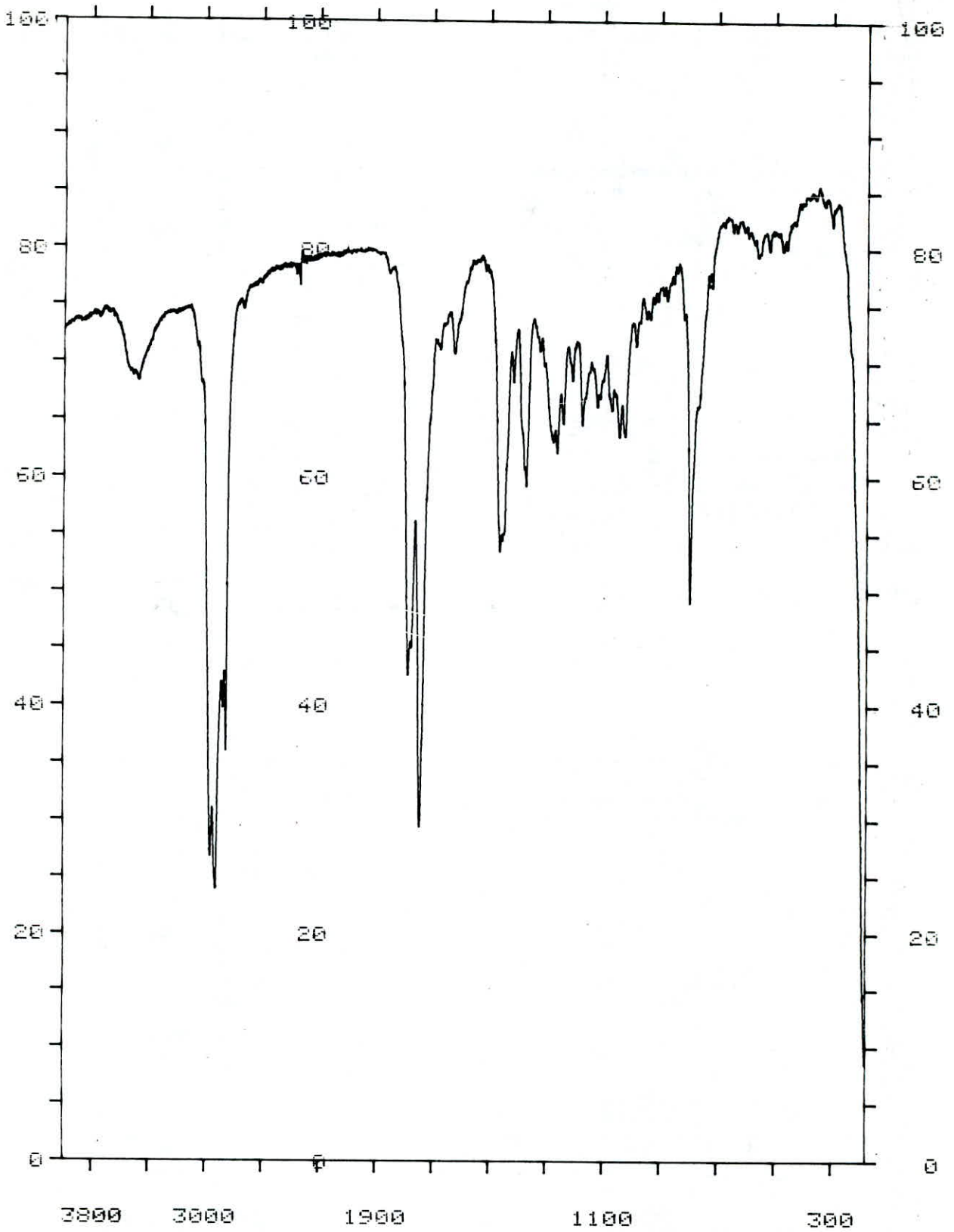
OPERATOR

REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE %T
RANGE 4000.0- 100.0
ABSC. SCALE 0.25

PEAK THRESHOLD 2 %T

CM-1	%T
3465.0	49.63
2923.0	30.03
2854.0	34.59
1735.0	51.59
1465.0	55.88
1381.0	61.32
1266.0	61.75
796.0	45.17
720.0	68.71



PERKIN-ELMER 983

PEAK THRESHOLD 2 %T

DATE

SAMPLE: *Concete d'Artemisia
herba - alba - ASSO
B.B.A Oct
Extraction durée 1h*

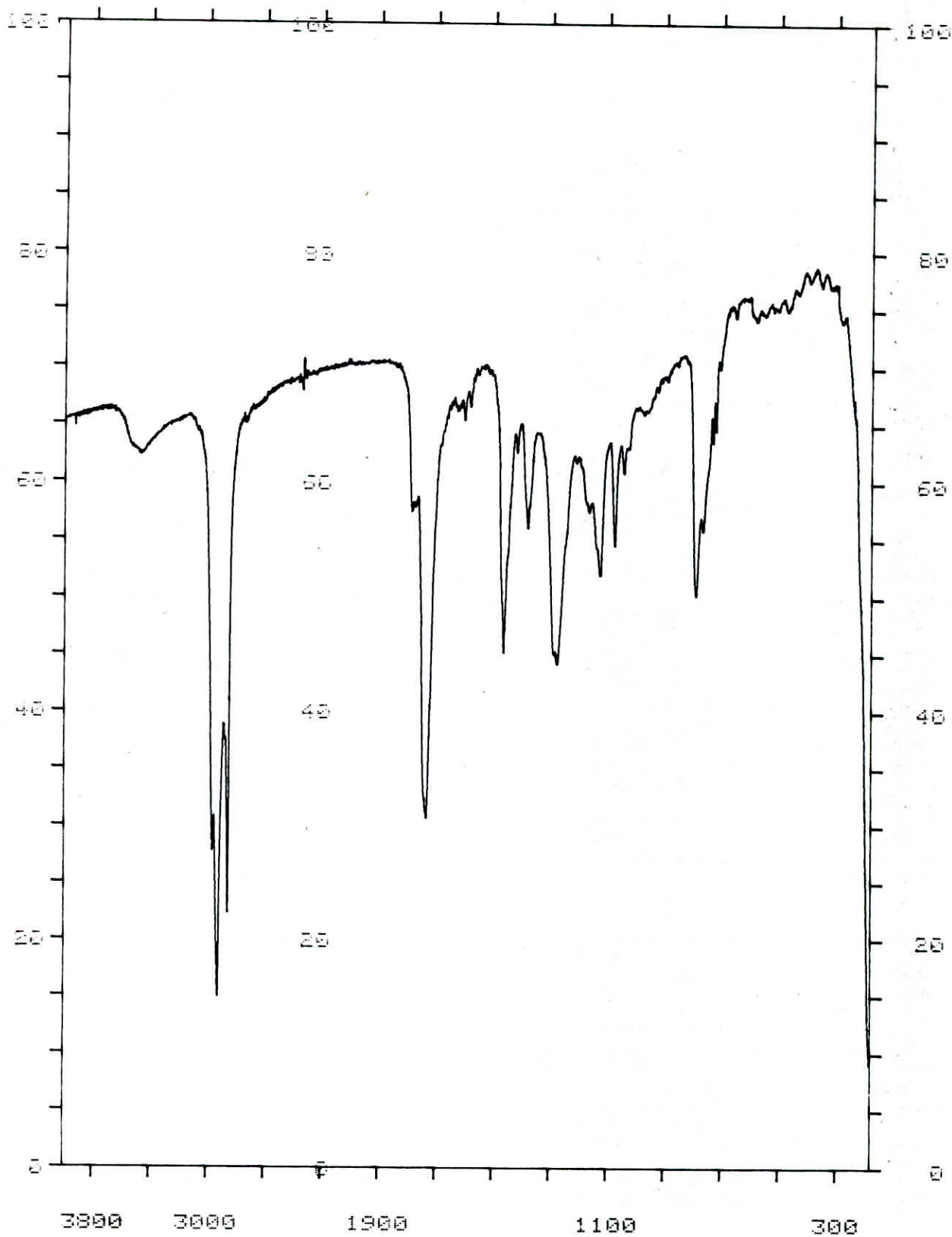
OPERATOR

REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE %T
RANGE 4000.0- 180.0
ABSC. SCALE 0.25

CM-1	%T
3468.0	68.31
2958.0	26.76
2919.0	23.75
2872.0	39.68
2850.0	35.96
2334.0	76.79
1785.0	42.61
1744.0	23.35
1624.0	70.77
1462.0	53.43
1416.0	68.27
1371.0	59.24
1262.0	62.14
1240.0	64.71
1209.0	68.46
1174.0	64.61
1121.0	65.22
1043.0	63.52
1023.0	63.60
795.0	49.01
559.0	79.42

— Spectres Infra-rouge
de type 2 —



PERKIN-ELMER 900

DATE / /

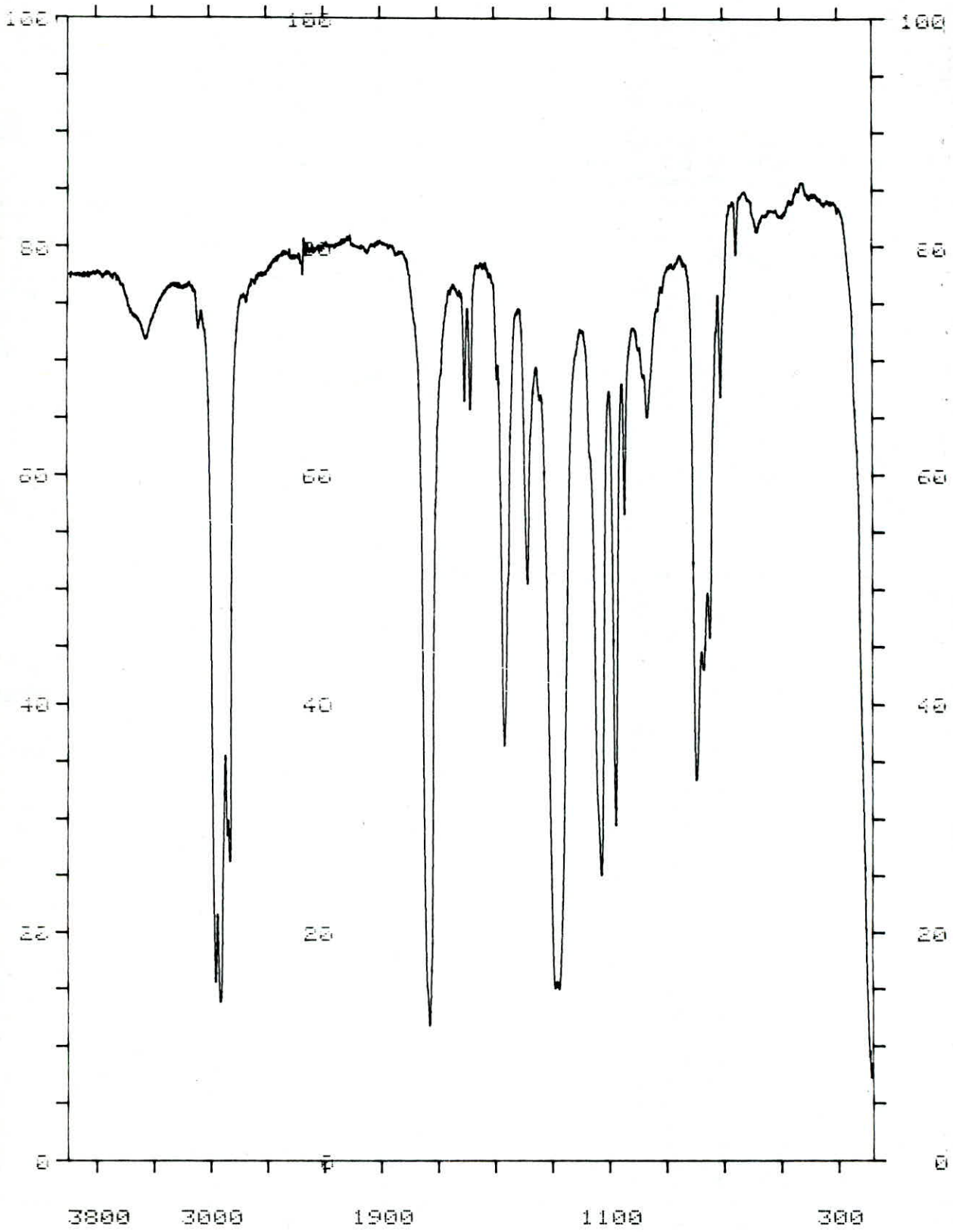
SAMPLE: concrete d'Attemisia
 herba - Alba - d'oro
 B.B.A. janvier. Durée 2 hr.

OPERATOR

REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4
 NOISE FILTER 1
 RESOLUTION 2.0
 COORDINATE MODE AT
 RANGE 4000.0 - 100.0
 WAVE. SCALE 2.00

PEAK WAVELENGTH	INTENSITY
CM-1	AT
3407.0	82.00
2977.0	87.00
2915.0	14.00
2850.0	22.00
1751.0	50.00
1492.0	40.00
1370.0	50.00
1274.0	60.00
1180.0	51.00
1070.0	54.00
1041.0	28.00
789.0	58.00
780.0	55.00
720.0	54.00
600.0	74.00
500.0	9.00



PERKIN-ELMER 565

PEAK THRESHOLD 2 %T

DATE

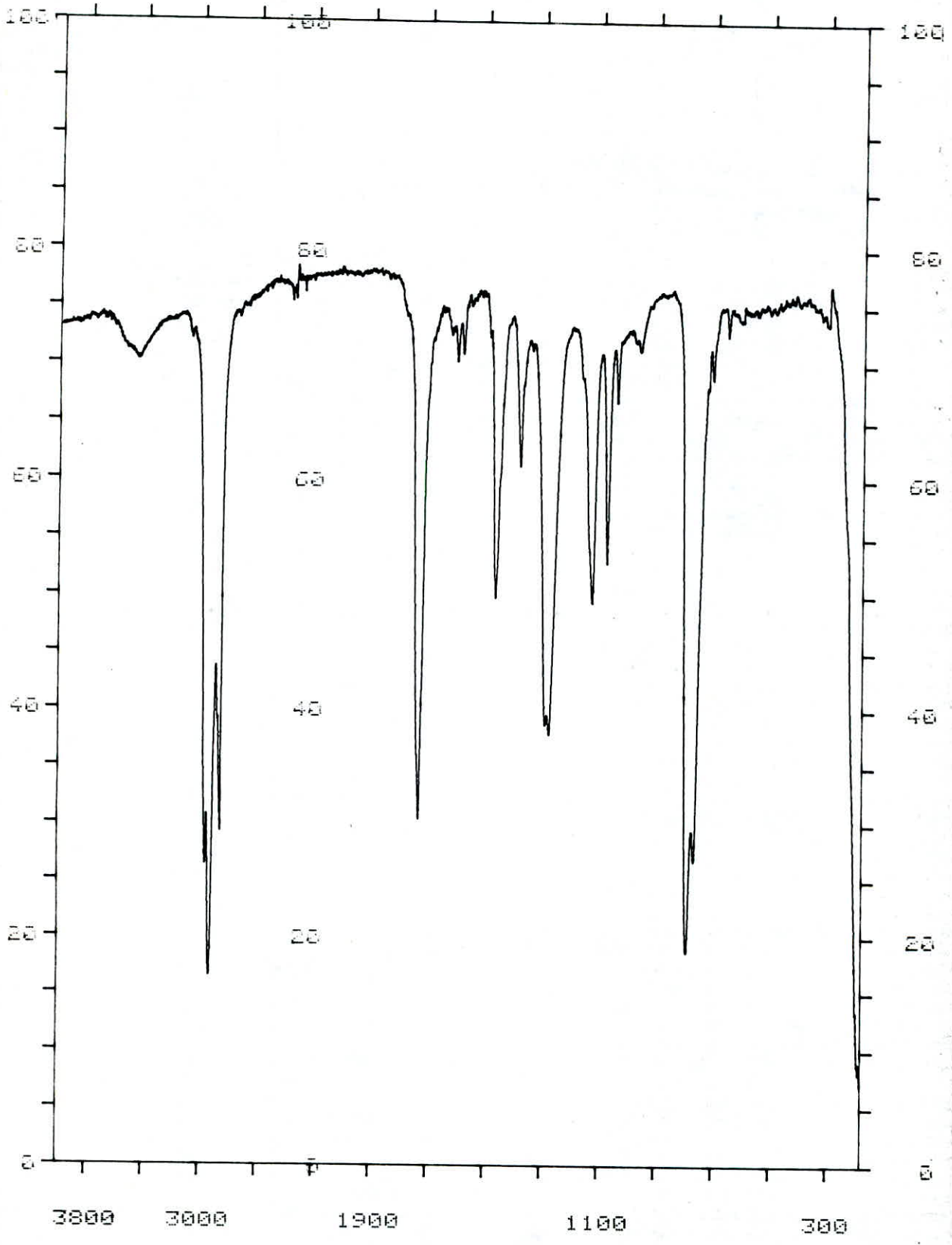
SAMPLE: *concrete d'Artemisia
herba - Alba - Arzo P.B. A jaunes
2^{eme} repetition de l'extraction.
Duree 4h.*

OPERATOR

REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE %T
RANGE 4000.0- 100.0
ABSC. SCALE 0.20

CM-1	%T
3441.0	71.33
2966.0	15.56
2925.0	13.63
2657.0	26.17
2337.0	77.33
1723.0	11.73
1588.0	65.47
1588.0	65.74
1463.0	36.42
1368.0	58.36
1273.0	13.84
1124.0	25.84
1073.0	23.33
1041.0	56.63
981.0	65.33
792.0	33.36
744.0	43.74
705.0	66.96
632.0	73.33
573.0	81.43



PERKIN-ELMER 569

PEAK THRESHOLD 2 AT
CM-1 AT

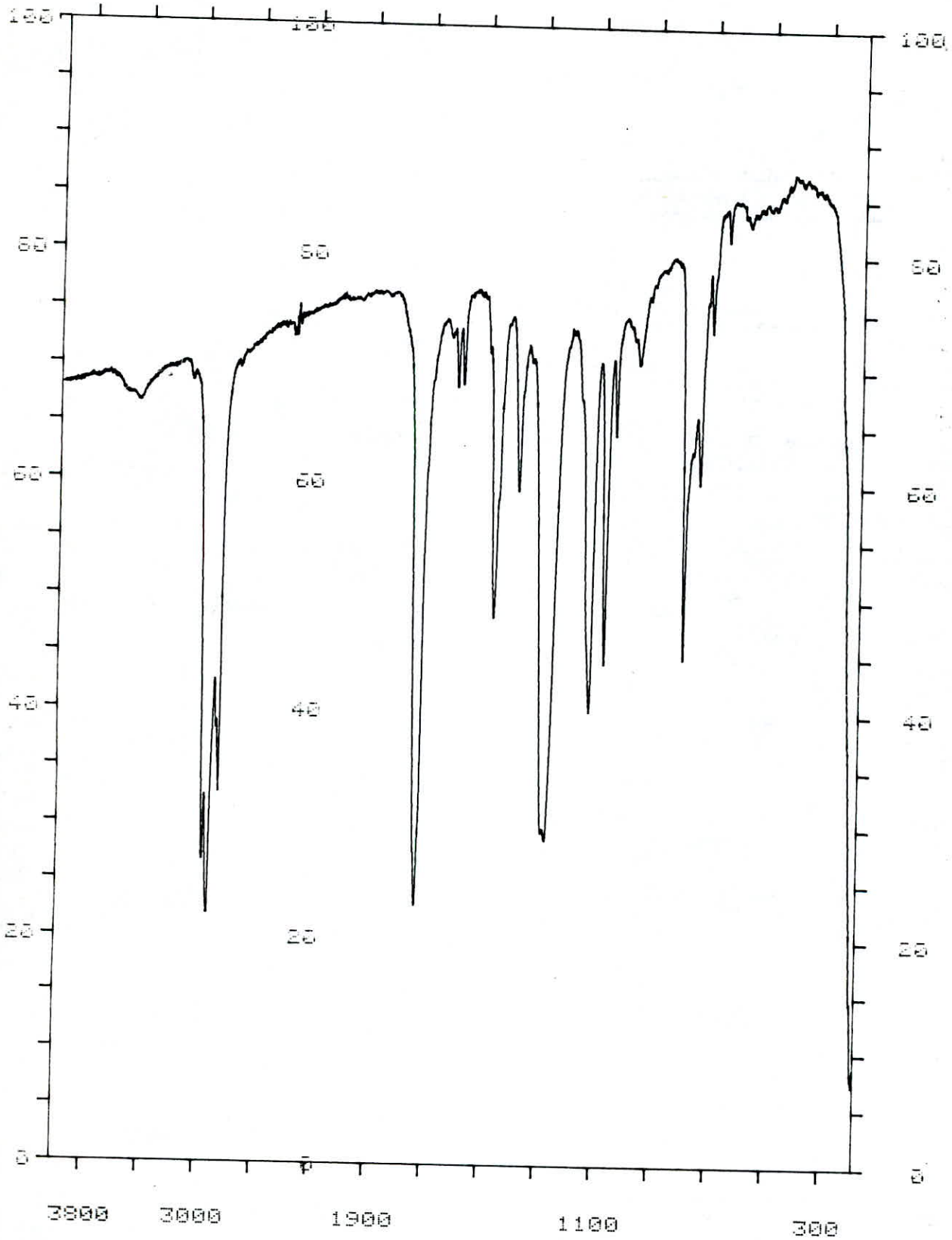
DATE

SAMPLE *Concrète d'artémisia*
herba. alba - 1780 B.B.A janvier
1^{er} extraction
Burée 1h
OPERATOR

REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE AT
RANGE 4000.0- 100.0
ABSO. SCALE 0.25

CM-1	AT
3447.0	70.56
2958.0	26.37
2925.0	16.47
2833.0	29.29
2368.0	70.47
2278.0	76.26
1725.0	58.40
1681.0	70.29
1581.0	70.56
1485.0	49.73
1375.0	61.17
1270.0	57.73
1124.0	49.53
1073.0	52.74
1041.0	68.88
788.0	18.67
755.0	26.83
735.0	68.88
654.0	72.64
384.0	70.68



PERKIN-ELMER 983

PEAK THRESHOLD 2 %T

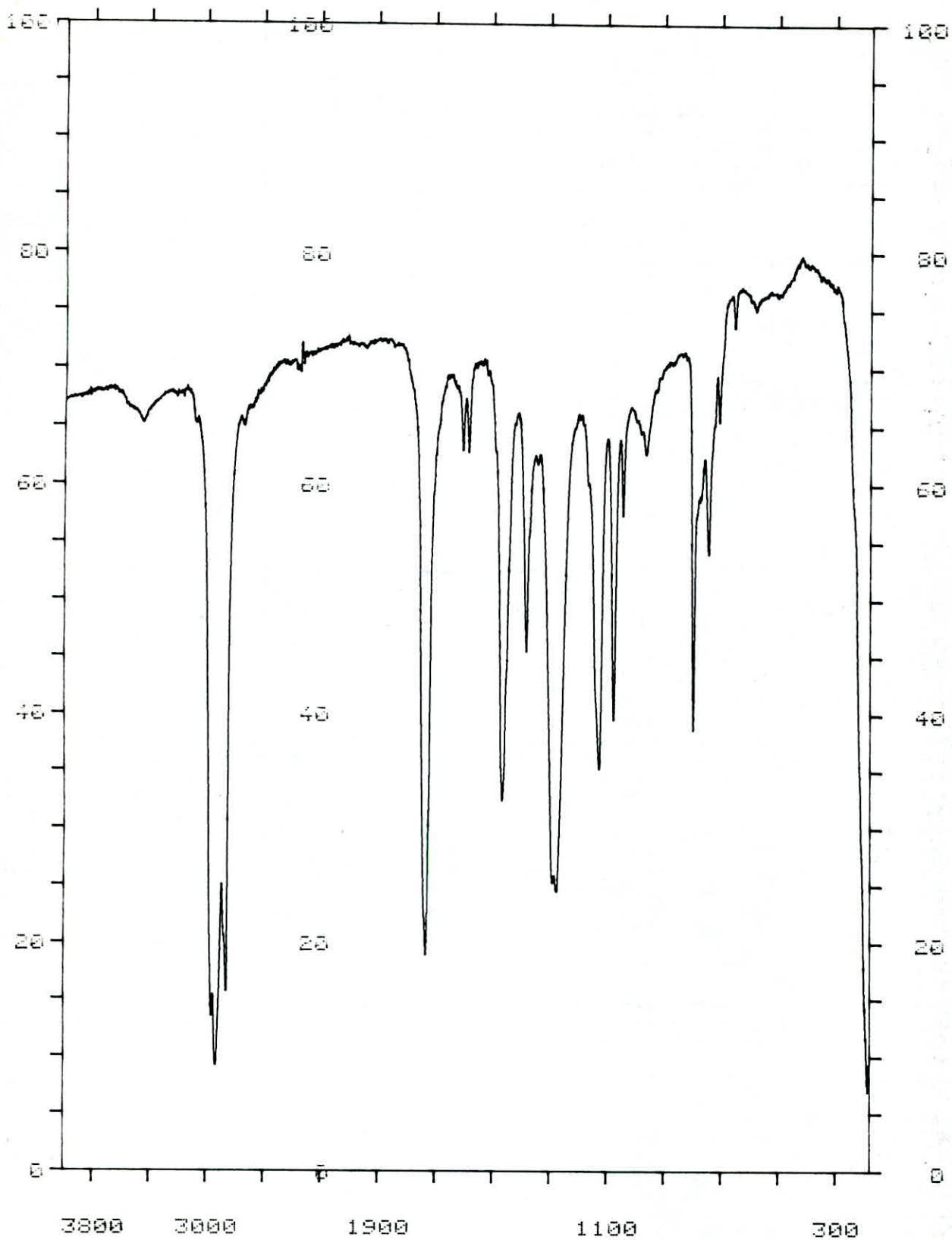
DATE

SAMPLE: *concrète d'Artemisia*
herbe - Alba - 1150 B.B.A garrica
3ème répétition de l'essai
durée 1h.
 OPERATOR

REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4
 NOISE FILTER 1
 RESOLUTION 3.0
 ORDINATE MODE %T
 RANGE 4000.0- 100.0
 ABSO. SCALE 0.25

CM-1	%T
3445.0	55.67
2953.0	26.65
2521.0	21.34
2051.0	32.50
1728.0	22.53
1630.0	68.23
1581.0	63.63
1462.0	48.26
1385.0	59.33
1272.0	28.62
1124.0	40.12
1073.0	44.33
1041.0	64.33
961.0	70.62
795.0	44.62
744.0	60.21
705.0	73.47
651.0	81.52
575.0	82.76



00-1434

2013 K

PERKIN-ELMER 563

PEAK THRESHOLD 2 AT

OK-1 AT

DATE

3441.0 43.77

2355.0 11.12

2515.0 5.36

2858.0 10.52

1725.0 8.61

1600.0 47.61

1581.0 47.34

1452.0 26.85

1358.0 35.13

1276.0 18.97

1125.0 18.37

1073.0 21.87

1041.0 43.24

968.0 55.25

794.0 46.32

743.0 36.46

703.0 53.98

652.0 65.81

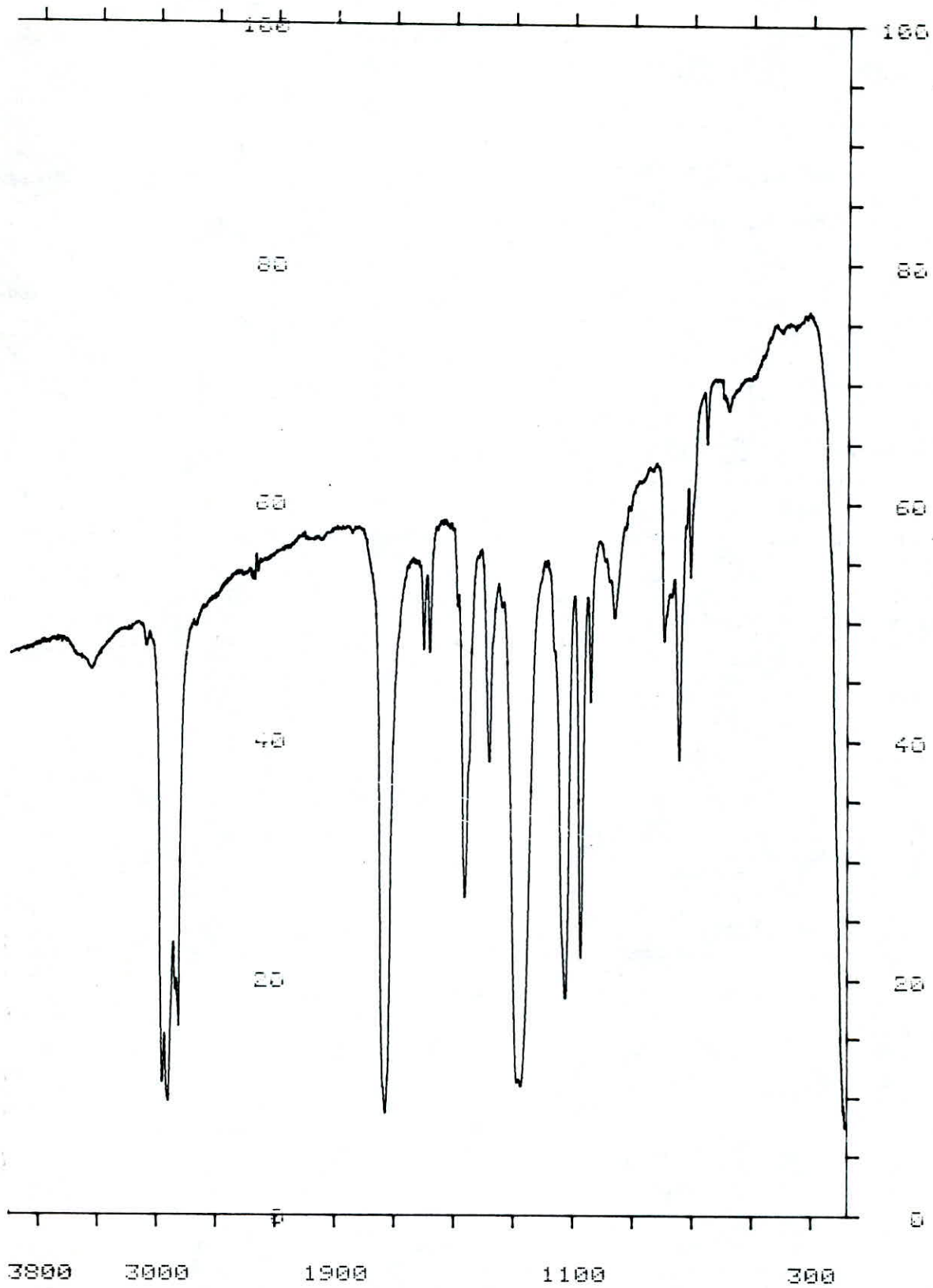
373.0 67.85

SAMPLE: Concrète d'Attemista
herba. Alba - Assé B.P.A janvier
5ème répétition de l'extinction
Durée 1h

OPERATOR

REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE AT
RANGE 4000.0- 100.0
ABSC. SCALE 0.25



© PERKIN

22131

PERKIN-ELMER 500

PEAK THRESHOLD 2 AT

DATE

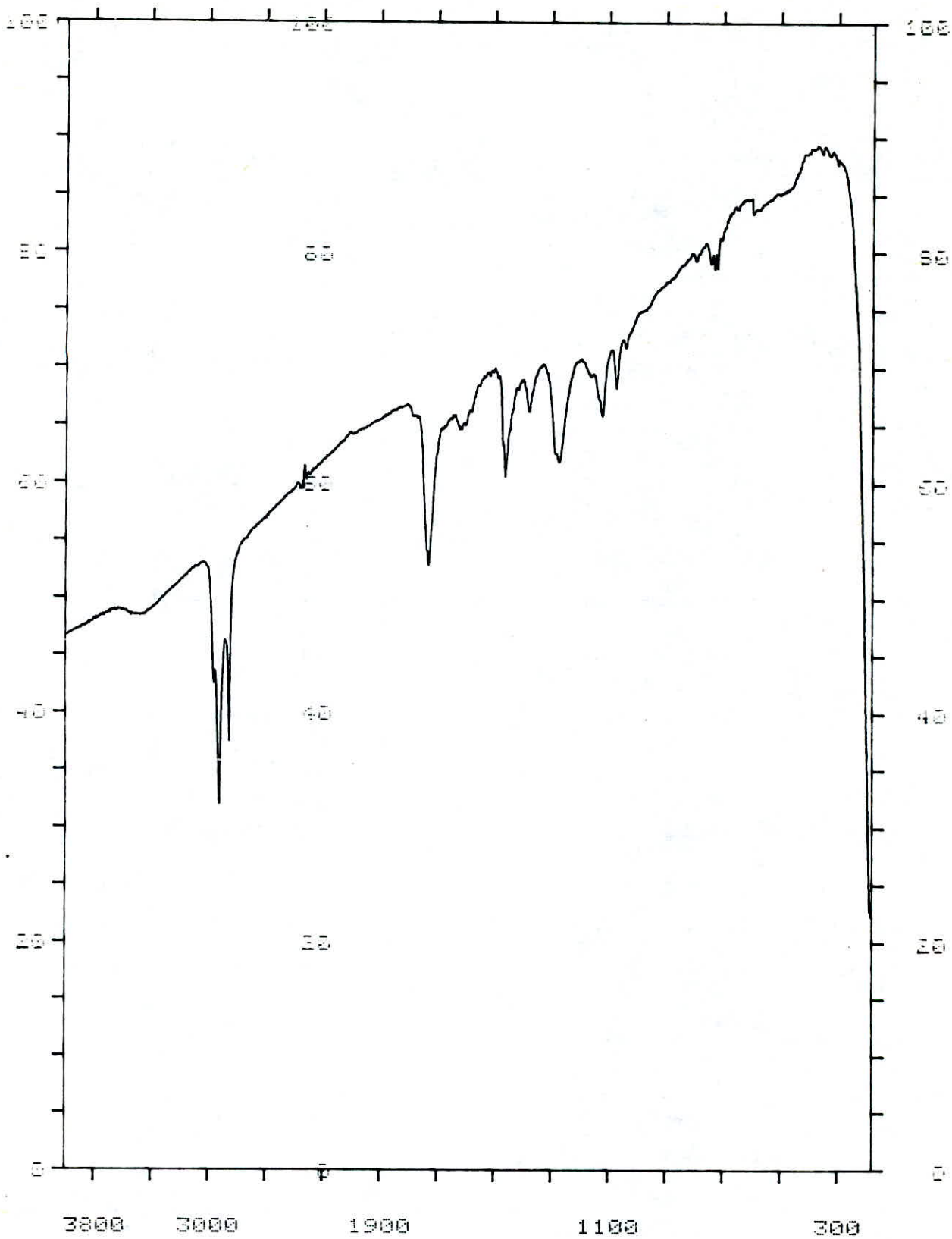
SAMPLE: Concrete d'Atemista
hexa-Alba - Arzo S.B.A janvier
5^{eme} répartition de l'extraction
Durée 1h

OPERATOR

REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 0.0
ORDINATE MODE AT
RANGE 4000.0- 100.0
ABSC. SCALE 0.25

CM-1	AT
3441.0	45.77
2959.0	11.12
2918.0	3.36
2850.0	10.52
1728.0	8.61
1680.0	47.61
1581.0	47.34
1462.0	26.65
1388.0	36.15
1276.0	18.97
1123.0	18.97
1070.0	21.67
1041.0	43.24
988.0	58.23
794.0	48.32
740.0	38.46
705.0	33.98
652.0	65.61
579.0	67.85



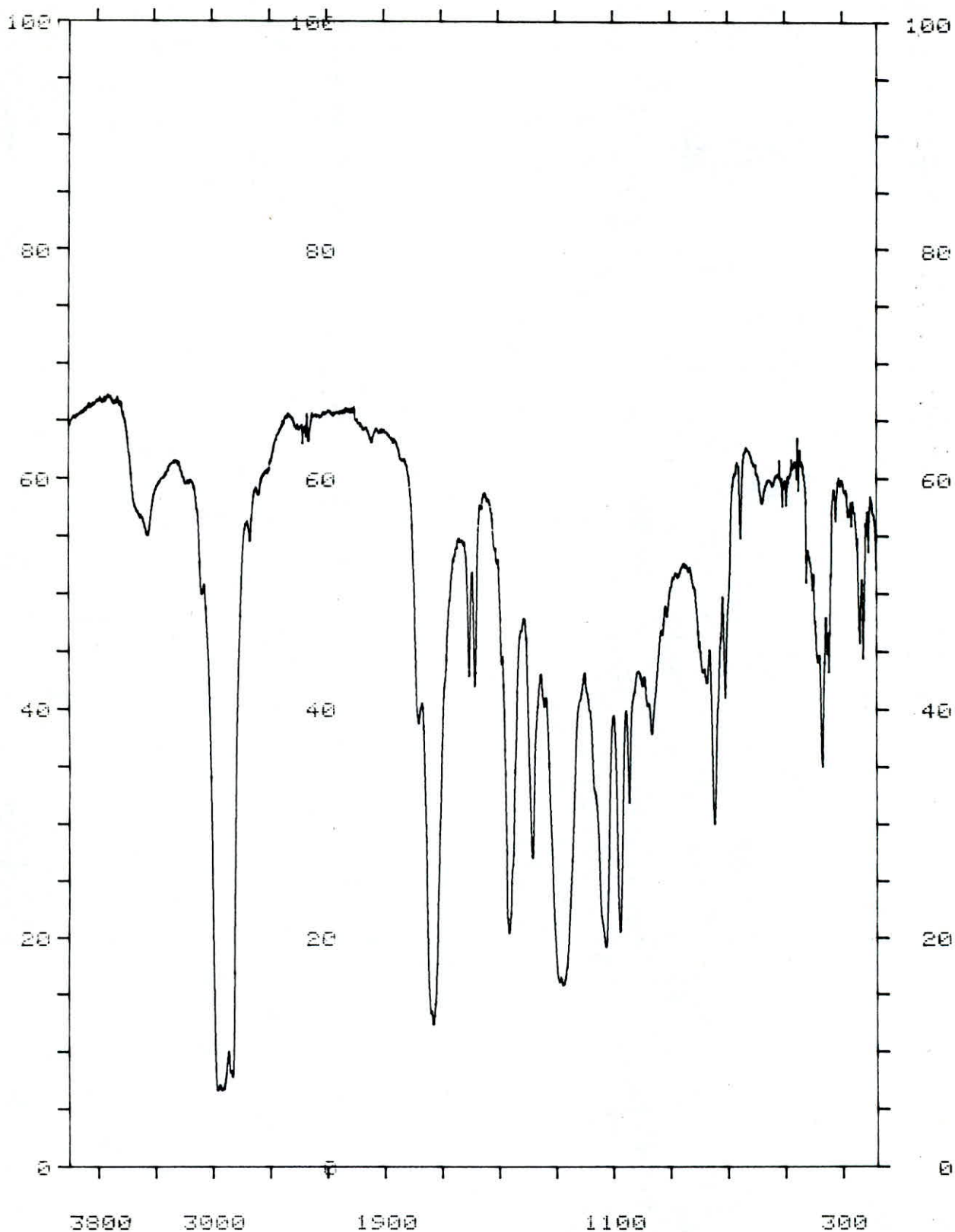
150.0
 100.0
 110.0
 120.0
 130.0
 140.0
 150.0
 160.0
 170.0
 180.0
 190.0
 200.0
 210.0
 220.0
 230.0
 240.0
 250.0
 260.0
 270.0
 280.0
 290.0
 300.0
 310.0
 320.0
 330.0
 340.0
 350.0
 360.0
 370.0
 380.0
 390.0
 400.0
 410.0
 420.0
 430.0
 440.0
 450.0
 460.0
 470.0
 480.0
 490.0
 500.0
 510.0
 520.0
 530.0
 540.0
 550.0
 560.0
 570.0
 580.0
 590.0
 600.0
 610.0
 620.0
 630.0
 640.0
 650.0
 660.0
 670.0
 680.0
 690.0
 700.0
 710.0
 720.0
 730.0
 740.0
 750.0
 760.0
 770.0
 780.0
 790.0
 800.0
 810.0
 820.0
 830.0
 840.0
 850.0
 860.0
 870.0
 880.0
 890.0
 900.0
 910.0
 920.0
 930.0
 940.0
 950.0
 960.0
 970.0
 980.0
 990.0
 1000.0

CLEAN MODE
 NOISE FILTER
 RESOLUTION
 ORDINATE MODE
 RANGE 400.0 - 1000.0
 HSB, SCALE
 0.20

SHIPLEY concrete d'Alemeira
 B.B.A. Goussier Route 24r
 MEXICO

DATE

FERNING-ELMER 500



PERKIN-ELMER 983

PEAK THRESHOLD 2 %T
CM-1 %T

DATE

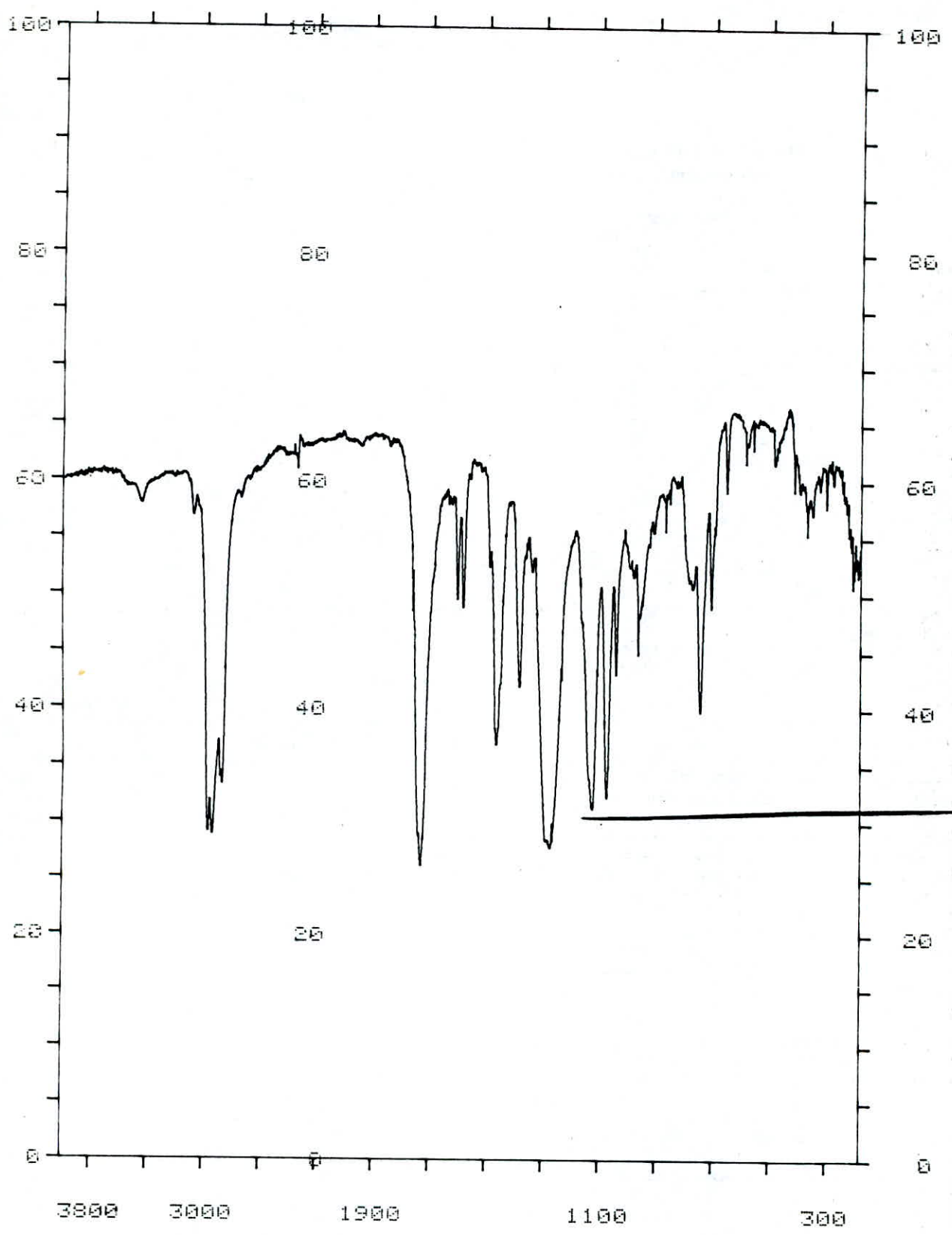
SAMPLE : *concrete d'Antemissa
harbor - alba - Asso ayant déjà
été utilisée. Epuisement complet.*

OPERATOR

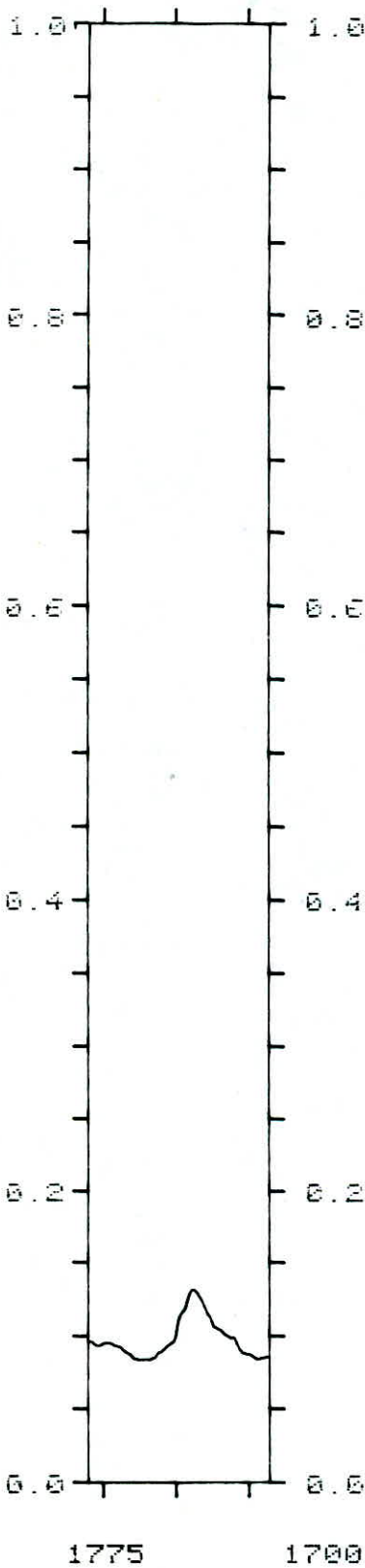
REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE %T
RANGE 4000.0- 180.0
ABSC. SCALE 0.25

CM-1	%T
3441.0	55.06
2935.0	6.61
2857.0	7.76
2362.0	63.03
2320.0	63.26
1728.0	12.31
1601.0	42.84
1561.0	41.90
1462.0	20.41
1300.0	26.96
1271.0	15.77
1123.0	19.17
1073.0	20.47
1041.0	31.80
962.0	37.81
769.0	42.22
743.0	29.91
706.0	40.96
652.0	54.72
577.0	57.90
506.0	57.55
493.0	57.40
456.0	59.33
451.0	58.94
424.0	50.95
367.0	35.03
350.0	44.72
345.0	42.64
322.0	56.27
238.0	45.69
227.0	44.40
208.0	53.33



— Dosage par Infra-rouge —



PERKIN-ELMER 983

DATE

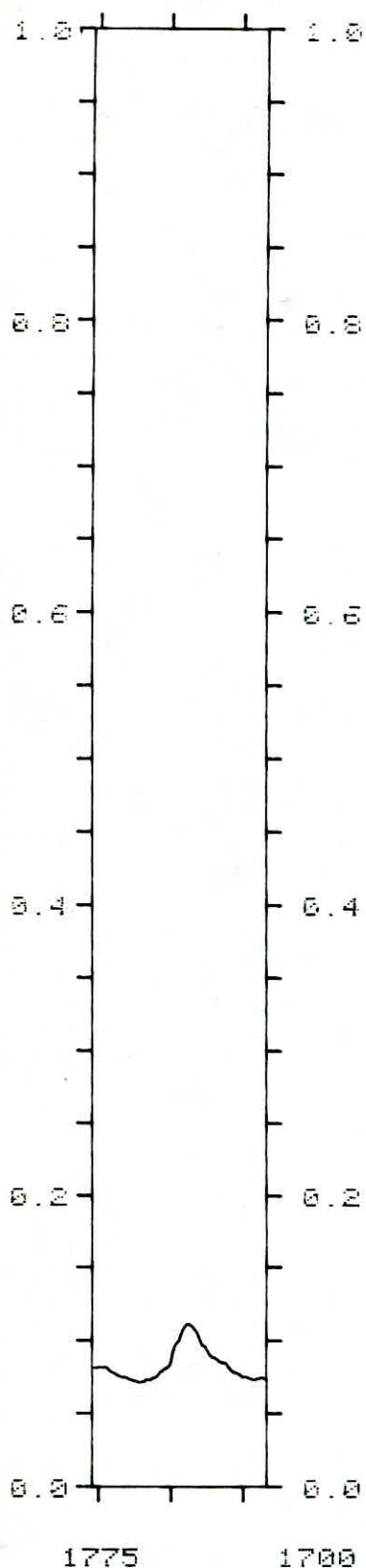
SAMPLE *Concrete d'Armoise blanche*
B.B.A. octobre 2h-1h.

OPERATOR

SCAN MODE 4
 NOISE FILTER 1
 RESOLUTION 3.0
 ORDINATE MODE ABS
 RANGE 1780.0-1718.0
 ABSO. SCALE 2.00

PEAK THRESHOLD 2 %T
 CM-1 A
 1744.0 0.1309

SAMP	PATH	CONC
001	.00469	1.3797
001	.00469	1.3716
001	.00469	1.6059



PERKIN-ELMER 983

DATE

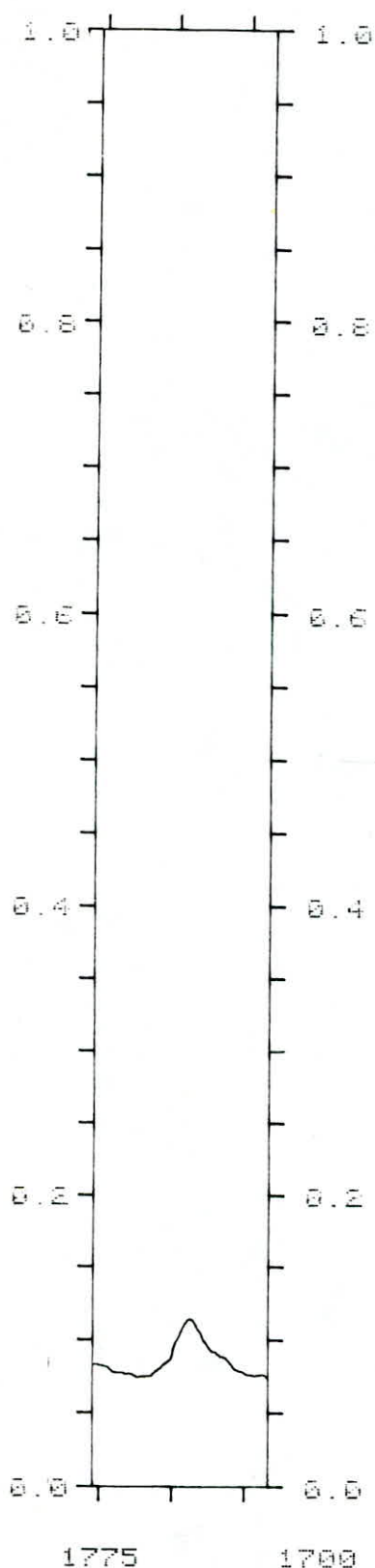
SAMPLE : *Concrete d'Armoise blanche
d'octobre, 1^{re} repetition d'extraction.*

OPERATOR

SCAN MODE 4
 NOISE FILTER 1
 RESOLUTION 3.0
 ORDINATE MODE ABS
 RANGE 1777.0-1717.0
 ABSO. SCALE 2.00

PEAK THRESHOLD 2 %T
 CR-1 A
 1744.0 2.1112

SAMP	PATH	CONC
001	.00469	1.7636



PERKIN-ELMER 983

DATE

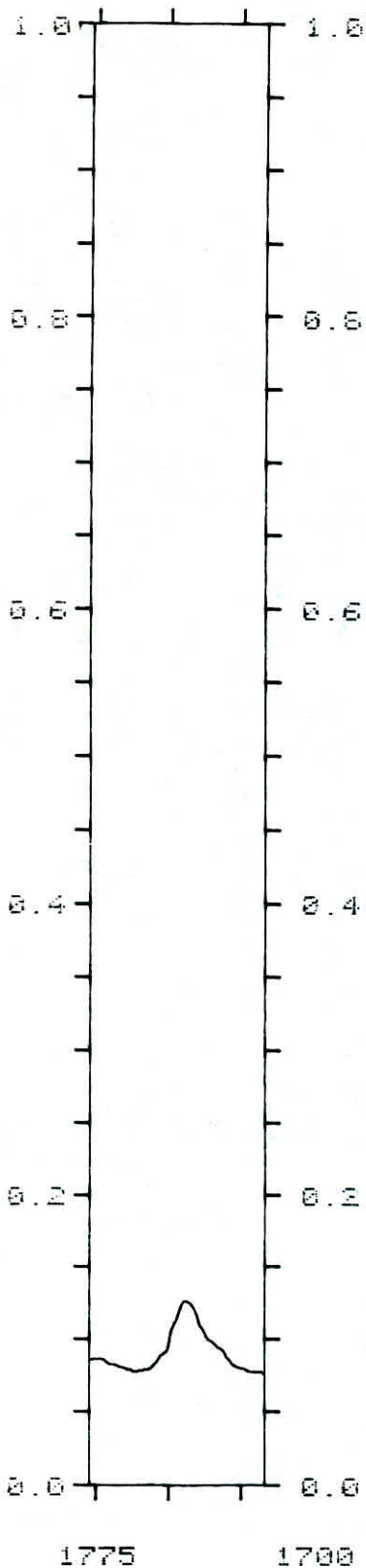
SAMPLE : Concrete d'Artemisia
herba. Alba Asso. d'octobre
Jusé d'extraction 24h.

OPERATOR

SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE ABS
RANGE 1777.0-1717.0
ABSC. SCALE 2.00

PEAK THRESHOLD 2 %T
CM-1 A
1744.0 0.1137

SAMP	PATH	CONC
024	.00469	1.9225



PERKIN-ELMER 983

DATE

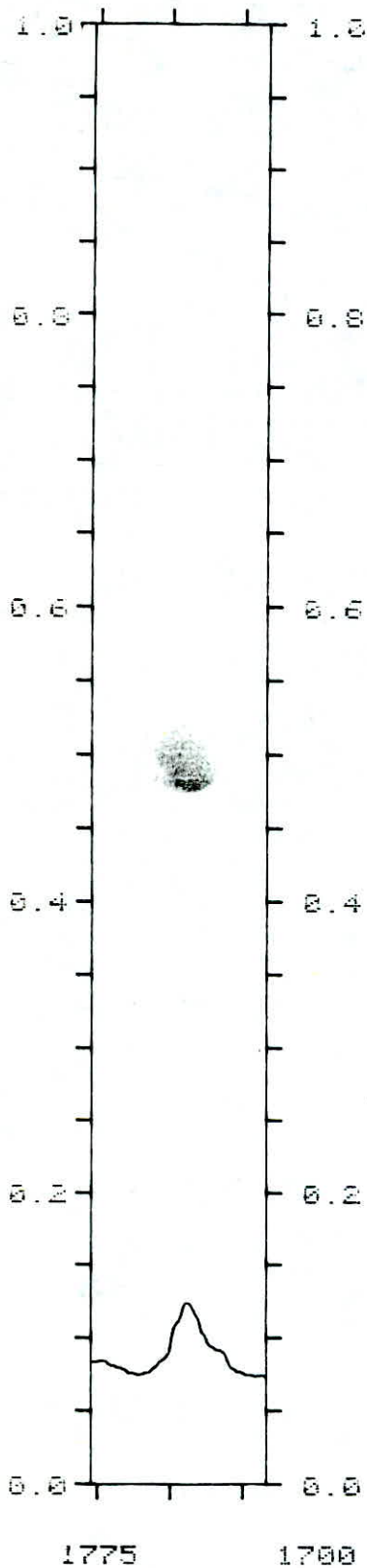
SAMPLE : *Concrete d'Artemisia*
herba - Alba Rosso d'October
Durée 4 h.

OPERATOR

SCAN MODE 4
 NOISE FILTER 1
 RESOLUTION 3.0
 ORDINATE MODE ABS
 RANGE 1777.0-1717.0
 ABSO. SCALE 2.00

PEAK THRESHOLD 2 %T
 CM-1 A
 1744.0 0.1255

SAMP	PATH	CONC
004	.00465	2.3648



PERKIN-ELMER 983

DATE

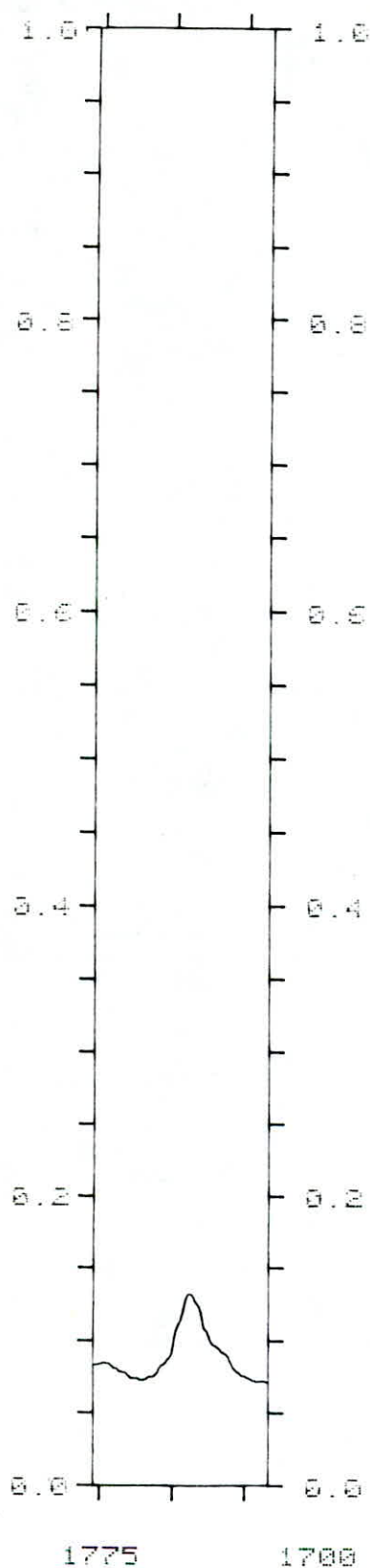
SAMPLE : *Concrete d'octobre*
Durée 3h.

OPERATOR

SCAN MODE 4
 NOISE FILTER 1
 RESOLUTION 3.0
 ORDINATE MODE ABS
 RANGE 1777.0-1717.0
 ABSC. SCALE 2.00

PEAK THRESHOLD 2 %T
 CM-1 A
 1744.0 0.1237

SAMP	PATH	CONC
003	1.00469	2.3487



PERKIN-ELMER 983

DATE

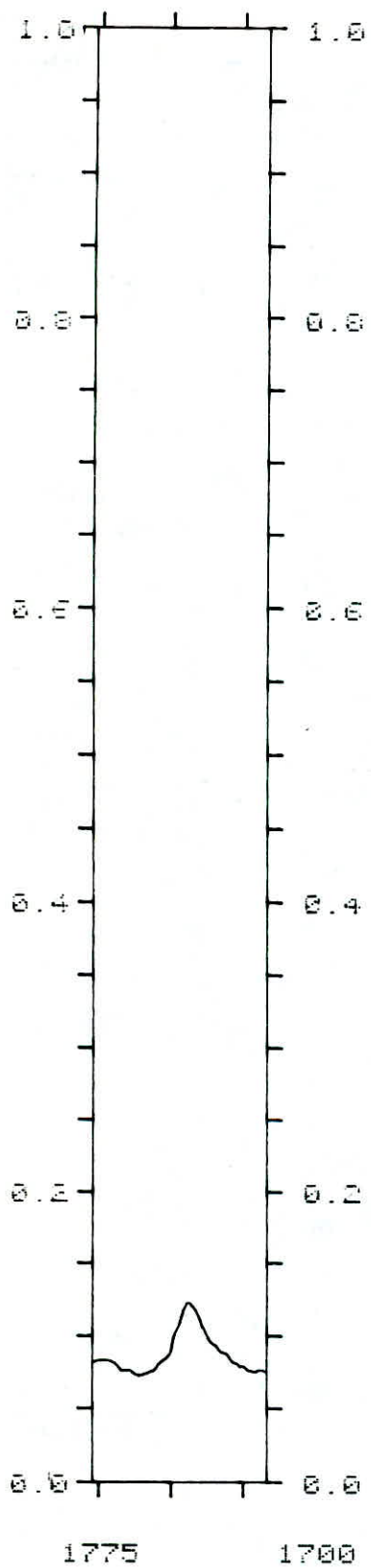
SAMPLE: *Concete d'Armoise
blanche, BBA octobre
Duree 2 h.*

OPERATOR

SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE ABS
RANGE 1777.0-1717.0
ABSC. SCALE 2.00

PEAK THRESHOLD 2 %T
CH-1 A
1744.0 0.1315

SAMP	PAIDM	PERKIN
002	.00469	2.6489



PERKIN-ELMER 983

DATE

SAMPLE : *Concrete d'Artemisia*
herba Alba-Arso. Duesé th.

OPERATOR

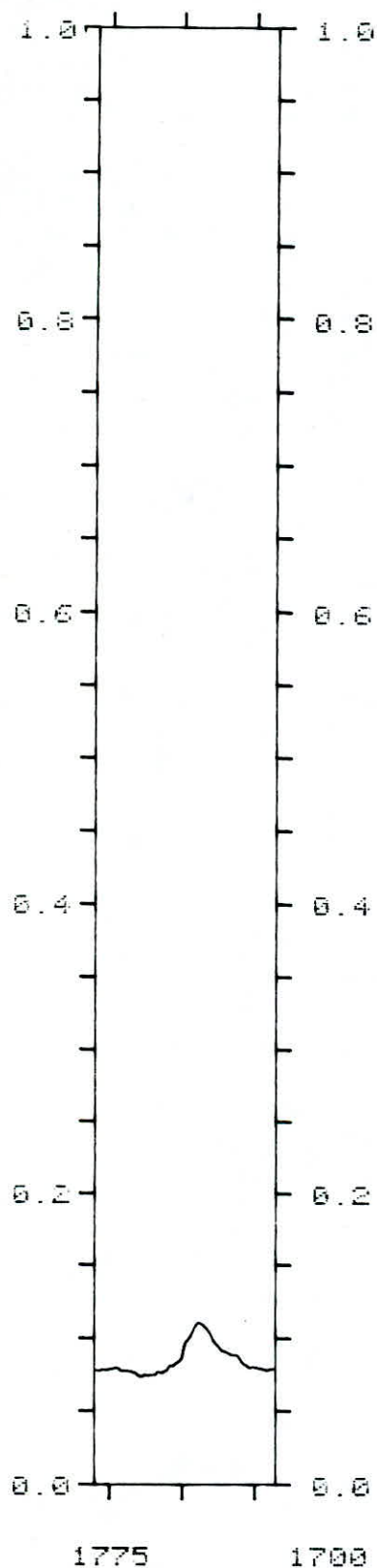
SCAN MODE 4
 NOISE FILTER 1
 RESOLUTION 3.0
 ORDINATE MODE ABS
 RANGE 1777.0-1717.0
 ABSC. SCALE 2.00

PEAK THRESHOLD 2 %T

CM-1 A

1744.0 0.1226

SAMP	PATH	CONC
001	.00469	2.1852



FERKIN-ELMER 983

DATE

SAMPLE : *concrete d'Armoise
blanche, BBA. Decembre 2h-1h.*

OPERATOR

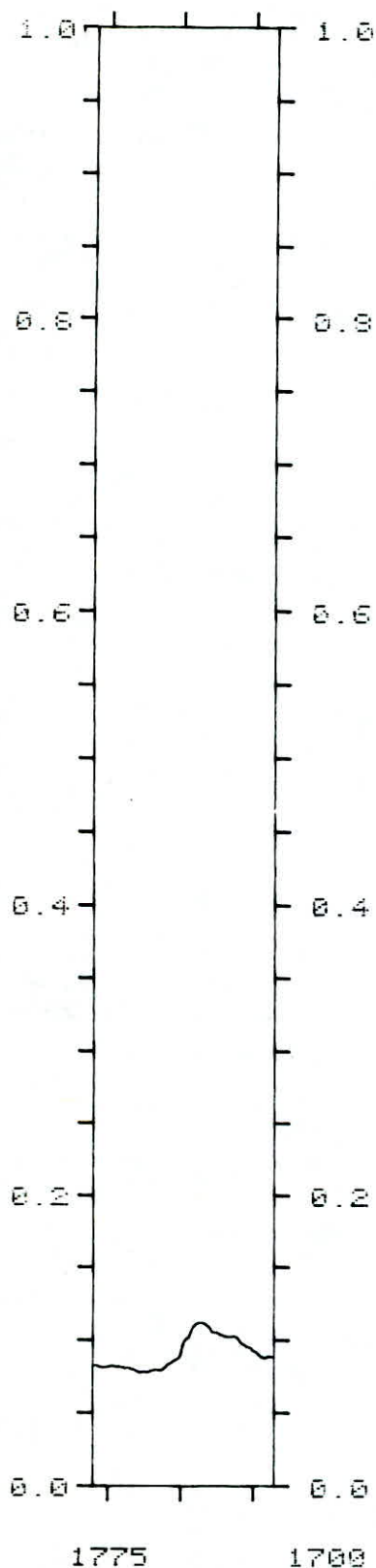
SCAN MODE 4
 NOISE FILTER 1
 RESOLUTION 3.0
 ORDINATE MODE ABS
 RANGE 1780.0-1718.0
 ABSC. SCALE 2.00

PEAK THRESHOLD 2 %T

CM-1 A
 1744.0 0.1105

SAMP	PATH	CONC
003	.00469	1.2661
003	.00469	1.1545
003	.00469	1.1890

JAN 00T



PERKIN-ELMER 983

DATE

SAMPLE *Concrete d'Armoise
blanche, BBA. janvier
2h, 1h.*

OPERATOR

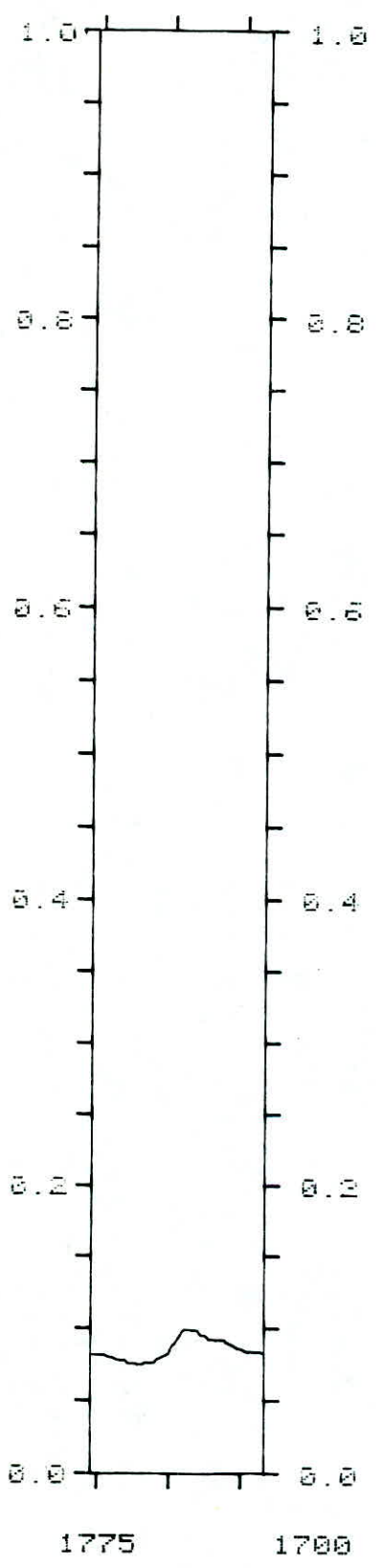
SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE ABS
RANGE 1780.0-1718.0
ABSC. SCALE 2.00

PEAK THRESHOLD 2 %T

CM-1 A

1743.0 0.1121

SAMP	PATH	CONC
004	.00469	.72030
004	.00469	.70001
004	.00469	.80247
004	.00469	.68276
004	.00469	.63305



PERKIN-ELMER 983

DATE

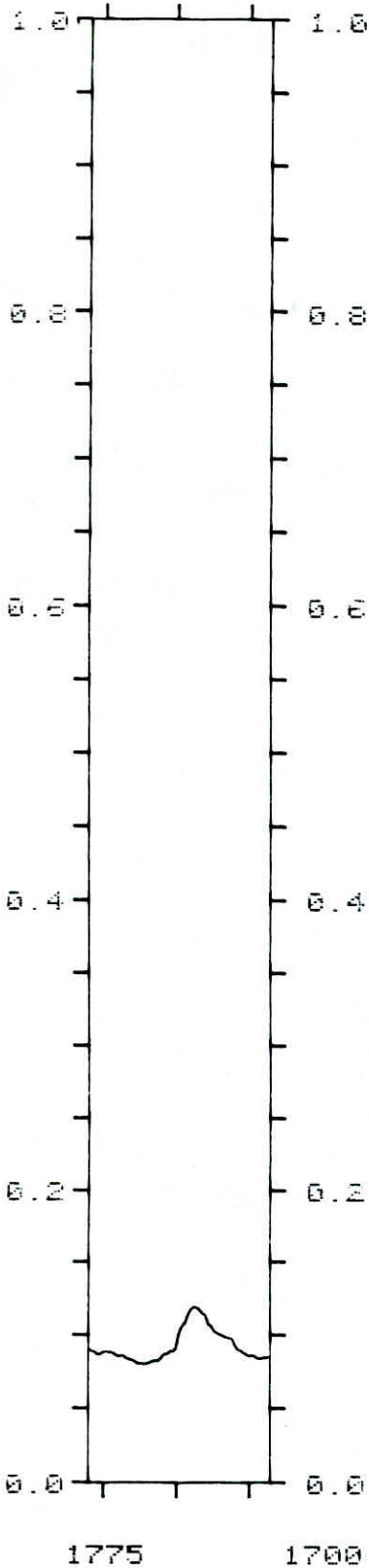
SAMPLE : *Concete d'Armaise
Blanche, BBA. Octobre, 2^e extinction
succesive*

OPERATOR

SCAN MODE 4
NOISE FILTER 1
RESOLUTION 3.0
ORDINATE MODE ABS
RANGE 1777.0-1717.0
ABSC. SCALE 2.00

PEAK THRESHOLD 2 %T
CM-1 A
1744.2 0.0590

SAMP	PATH	CONC
001"	.00469	.93540



PERKIN-ELMER 983

DATE

SAMPLE : *Concrete d'Armoise blanche*
BBA. octobre 2h-2h

OPERATOR

SCAN MODE 4
 NOISE FILTER 1
 RESOLUTION 3.0
 ORDINATE MODE ABS
 RANGE 1780.0-1710.0
 ABSO. SCALE 2.00

PEAK THRESHOLD 2 %T
 CM-1 A
 1744.0 0.1138

SAMP	PATH	CONC
002	.00469	1.2417
002	.00469	1.1017
002	.00469	1.1281

II

Détermination du taux d'humidité de la matière végétale

Pour ce faire, il faut se munir de l'appareil de Dean et Stark, le réactif utilisé est le xylène (benzène ou toluène).

Nous procédons de la manière suivante :

Dans un ballon de 500 ml, nous introduisons 20 à 30 g ($\pm 0,001$ g) de matière végétale. Nous versons ensuite 200 ml de xylène dans le ballon, que nous surmontons d'un réfrigérant muni d'un récipient gradué. Ensuite, nous portons à reflux (2 à 4 gouttes par seconde) jusqu'au moment où le niveau d'eau reste constant et le solvant surnageant l'eau dans le récipient devient limpide, vers la fin du dosage, nous augmentons le chauffage dans le but de récupérer toutes les gouttes d'eau déposées sur les parois du réfrigérant; enfin, nous laissons refroidir, ensuite, nous notons le volume d'eau dans le récipient.

La teneur en eau dans la matière végétale est calculée par la formule :

$$H = \frac{V \times 0,998}{G} \times 100 \quad H : \text{teneur en eau (\%)}$$

où V : volume d'eau (ml)

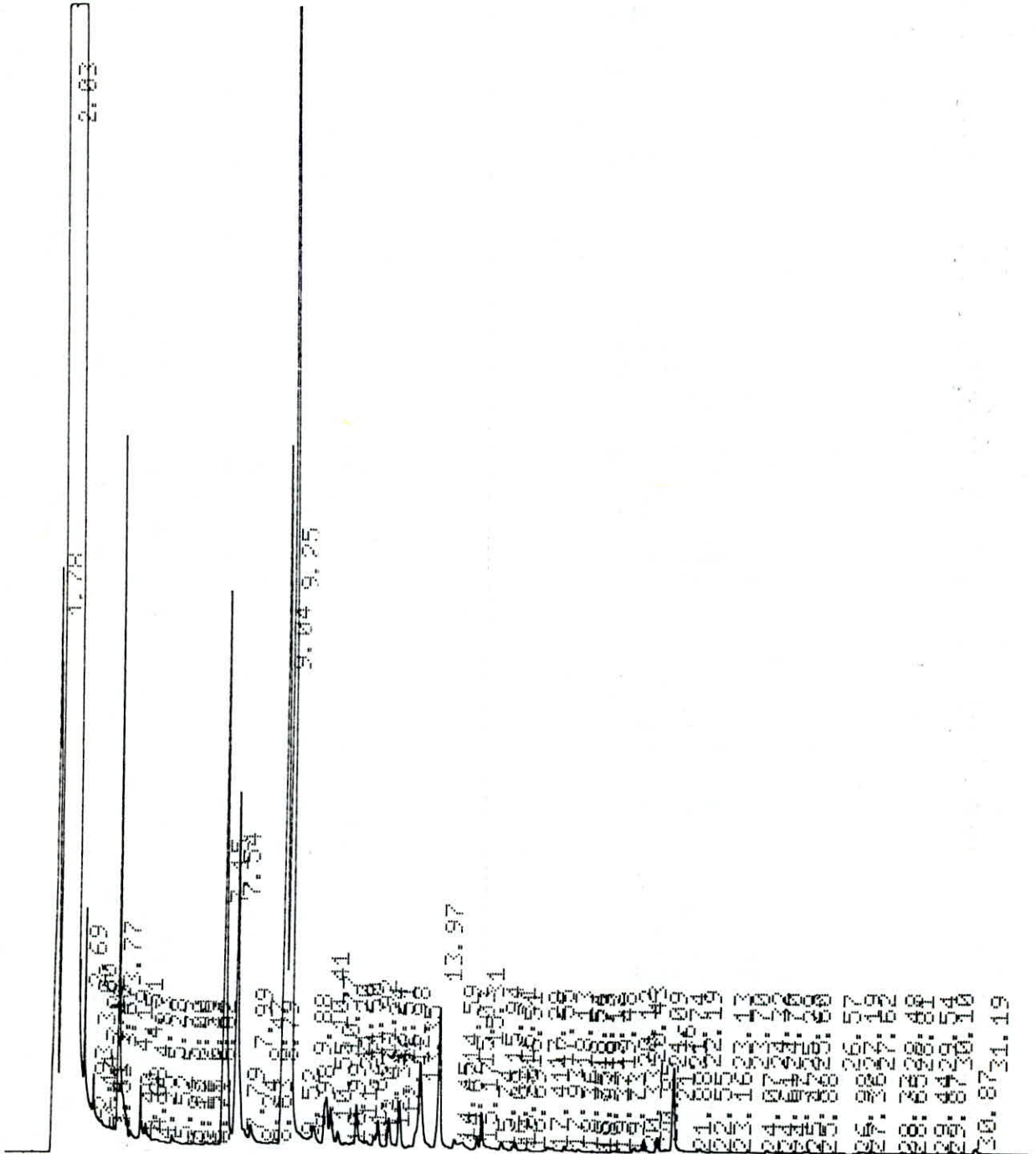
G : masse de la matière végétale (g)

III

—Chromatogrammes
de type 1—

Concete d'artemisia herba
alba. ASSD. BBA octubre 2h, 1h.

113



Concrète d'Armoise blanche
 B.B.A octobre, deuxi
 d'extraction 24 h.

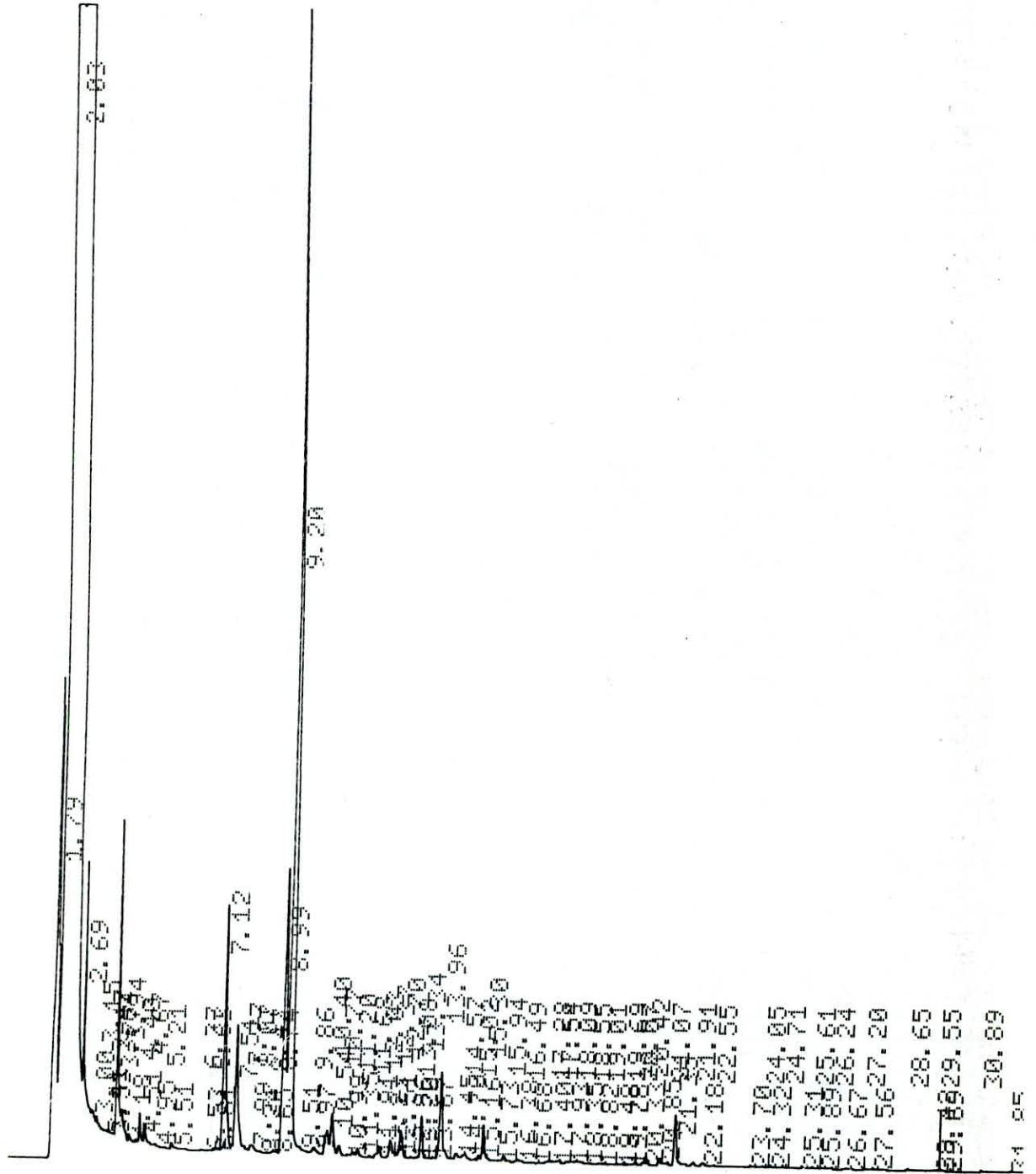
		1.73	1.99
19.51	2.98	2.67	
20.00	3.01	3.77	
20.51	4.05		
21.00	5.00		
21.51	6.00	7.15	
22.00	8.00		
22.51	9.00		
23.00	10.00	9.04	
23.51	11.00		
24.00	12.00		
24.51	13.00		
25.00	14.00		
25.51	15.00		
26.00	16.00		
26.51	17.00		
27.00	18.00		
27.51	19.00		
28.00	20.00		
28.51	21.00		
29.00	22.00		
29.51	23.00		
30.00	24.00		
30.51	25.00		
31.00	26.00		
31.51	27.00		
32.00	28.00		
32.51	29.00		
33.00	30.00		
33.51	31.00		
34.00	32.00		
34.51	33.00		
35.00	34.00		
35.51	35.00		
36.00	36.00		
36.51	37.00		
37.00	38.00		
37.51	39.00		
38.00	40.00		
38.51	41.00		
39.00	42.00		
39.51	43.00		
40.00	44.00		
40.51	45.00		
41.00	46.00		
41.51	47.00		
42.00	48.00		
42.51	49.00		
43.00	50.00		
43.51	51.00		
44.00	52.00		
44.51	53.00		
45.00	54.00		
45.51	55.00		
46.00	56.00		
46.51	57.00		
47.00	58.00		
47.51	59.00		
48.00	60.00		
48.51	61.00		
49.00	62.00		
49.51	63.00		
50.00	64.00		
50.51	65.00		
51.00	66.00		
51.51	67.00		
52.00	68.00		
52.51	69.00		
53.00	70.00		
53.51	71.00		
54.00	72.00		
54.51	73.00		
55.00	74.00		
55.51	75.00		
56.00	76.00		
56.51	77.00		
57.00	78.00		
57.51	79.00		
58.00	80.00		
58.51	81.00		
59.00	82.00		
59.51	83.00		
60.00	84.00		
60.51	85.00		
61.00	86.00		
61.51	87.00		
62.00	88.00		
62.51	89.00		
63.00	90.00		
63.51	91.00		
64.00	92.00		
64.51	93.00		
65.00	94.00		
65.51	95.00		
66.00	96.00		
66.51	97.00		
67.00	98.00		
67.51	99.00		
68.00	100.00		
68.51			
69.00			
69.51			
70.00			
70.51			
71.00			
71.51			
72.00			
72.51			
73.00			
73.51			
74.00			
74.51			
75.00			
75.51			
76.00			
76.51			
77.00			
77.51			
78.00			
78.51			
79.00			
79.51			
80.00			
80.51			
81.00			
81.51			
82.00			
82.51			
83.00			
83.51			
84.00			
84.51			
85.00			
85.51			
86.00			
86.51			
87.00			
87.51			
88.00			
88.51			
89.00			
89.51			
90.00			
90.51			
91.00			
91.51			
92.00			
92.51			
93.00			
93.51			
94.00			
94.51			
95.00			
95.51			
96.00			
96.51			
97.00			
97.51			
98.00			
98.51			
99.00			
99.51			
100.00			
			32.04

Concrete of Artemisia herba
alba. ASSO, d'octobre 2h, 2h.

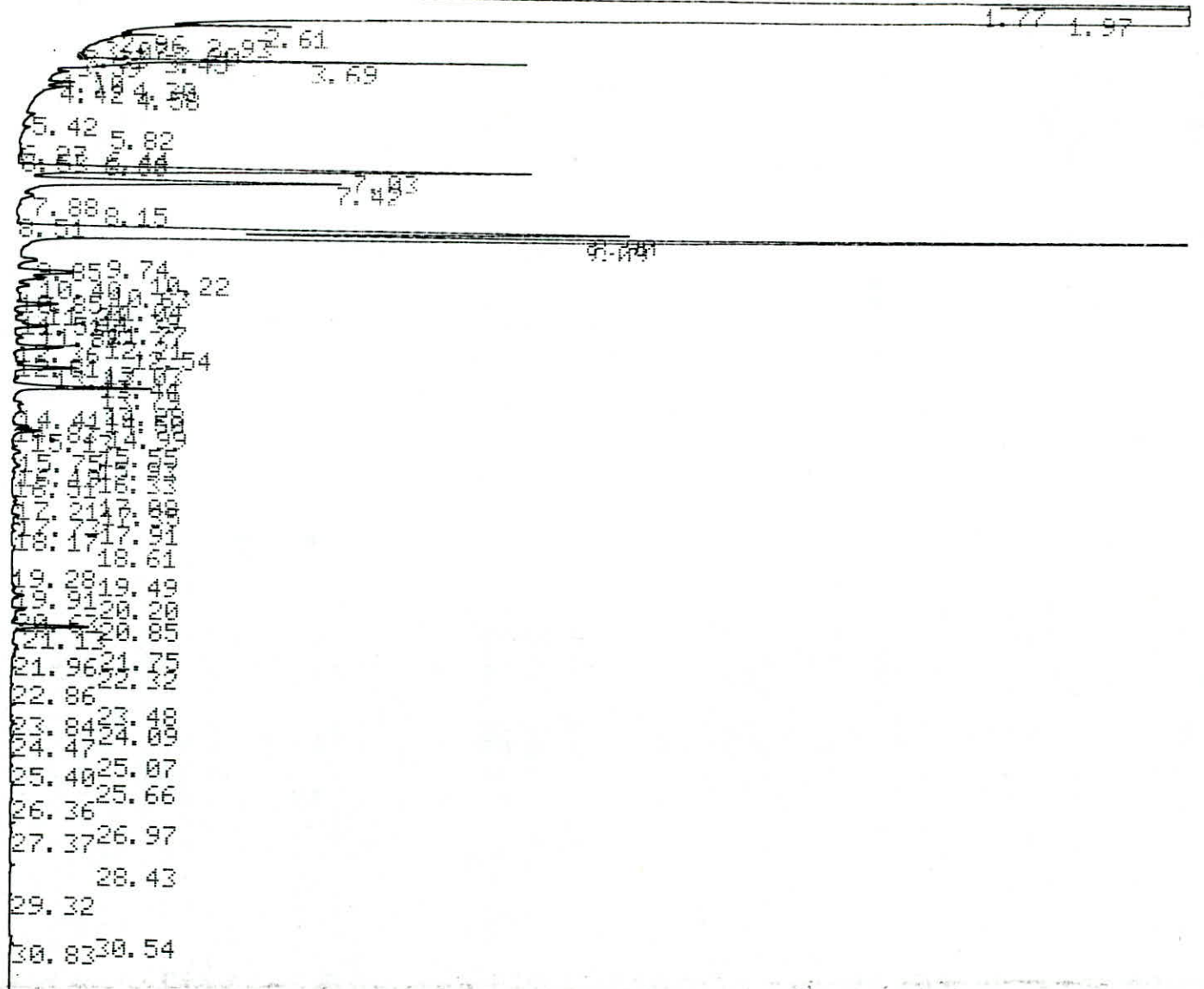
162

1.95	2.14
2.42	2.61
2.87	3.97
3.27	5.00
3.17	5.77
3.09	6.79
3.27	7.82
3.67	7.42
3.93	9.54
4.18	10.60
4.41	11.70
4.61	12.80
4.79	13.90
4.95	15.00
5.10	16.10
5.24	17.20
5.37	18.30
5.49	19.40
5.60	20.50
5.70	21.60
5.79	22.70
5.87	23.80
5.94	24.90
6.00	26.00
6.05	27.10
6.09	28.20
6.12	29.30
6.14	30.40
6.15	31.50
6.15	32.60
6.14	33.70
6.12	34.80
6.09	35.90
6.05	37.00
5.99	38.10
5.92	39.20
5.84	40.30
5.75	41.40
5.65	42.50
5.54	43.60
5.42	44.70
5.29	45.80
5.15	46.90
5.00	48.00
4.84	49.10
4.67	50.20
4.49	51.30
4.30	52.40
4.10	53.50
3.89	54.60
3.67	55.70
3.44	56.80
3.20	57.90
2.95	59.00
2.69	60.10
2.42	61.20
2.14	62.30
1.85	63.40
1.55	64.50
1.24	65.60
0.92	66.70
0.59	67.80
0.25	68.90
0.00	70.00

Concrete d'Artemisia herba
alba. A560. BBA Janvier
1h, 1h.



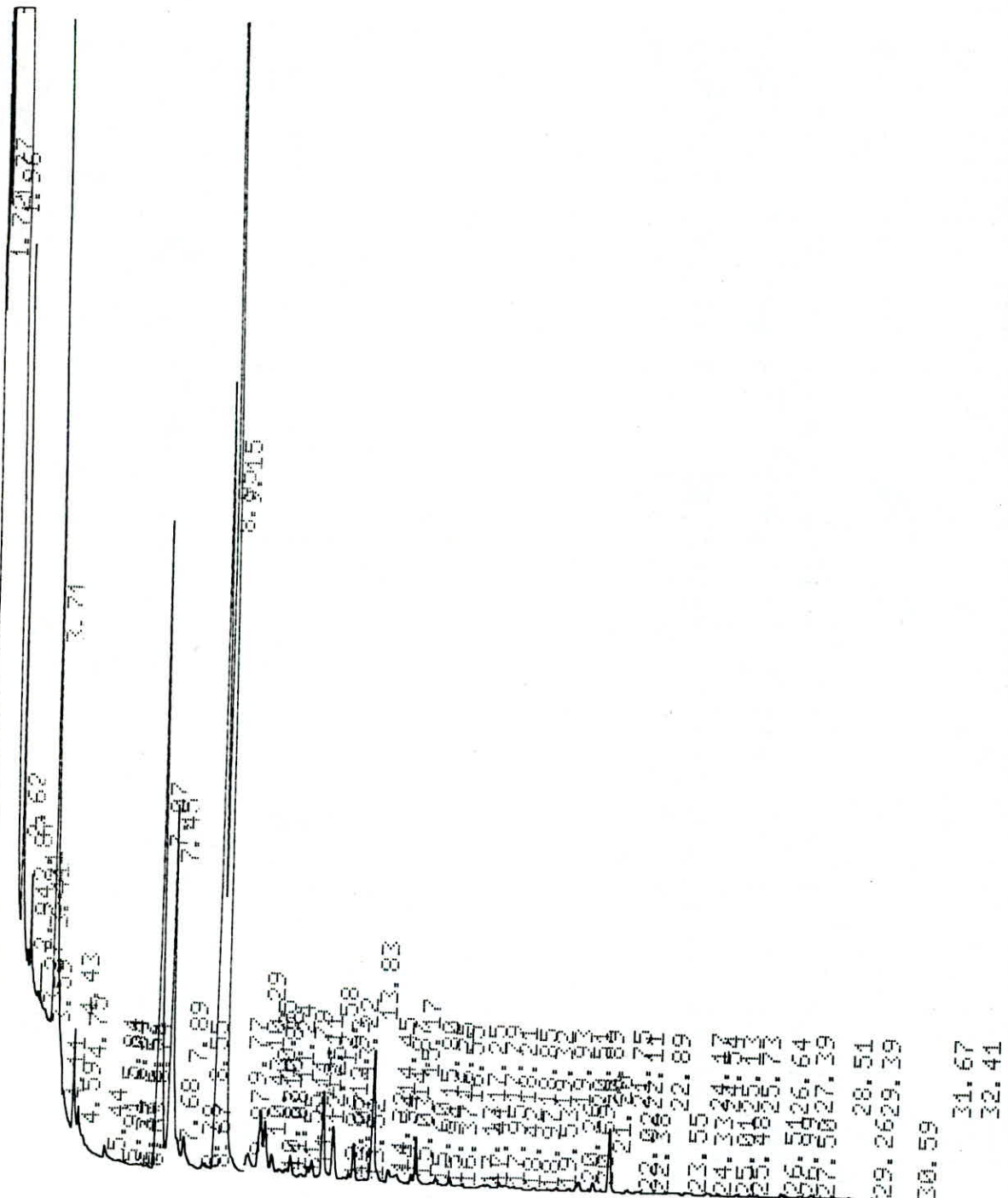
Concreto d'Arnoise blanche
 1888 octobris, 1^{er}
 extractum successive duae 1h.



Conciete d'Armoise blanche
 BBA octobre, durée
 d'extraction 3 h.

1.57	1.83
	2.19
	2.49
	2.75
	3.01
	3.27
	3.53
	3.79
	4.05
	4.31
	4.57
	4.83
	5.09
	5.35
	5.61
	5.87
	6.13
	6.39
	6.65
	6.91
	7.17
	7.43
	7.69
	7.95
	8.21
	8.47
	8.73
	8.99
	9.25
	9.51
	9.77
	10.03
	10.29
	10.55
	10.81
	11.07
	11.33
	11.59
	11.85
	12.11
	12.37
	12.63
	12.89
	13.15
	13.41
	13.67
	13.93
	14.19
	14.45
	14.71
	14.97
	15.23
	15.49
	15.75
	16.01
	16.27
	16.53
	16.79
	17.05
	17.31
	17.57
	17.83
	18.09
	18.35
	18.61
	18.87
	19.13
	19.39
	19.65
	19.91
	20.17
	20.43
	20.69
	20.95
	21.21
	21.47
	21.73
	21.99
	22.25
	22.51
	22.77
	23.03
	23.29
	23.55
	23.81
	24.07
	24.33
	24.59
	24.85
	25.11
	25.37
	25.63
	25.89
	26.15
	26.41
	26.67
	26.93
	27.19
	27.45
	27.71
	27.97
	28.23
	28.49
	28.75
	29.01
	29.27
	29.53
	29.79
	30.05
	30.31
	30.57
	30.83
	31.09

Concète d'Armoise blanche
 BBA. Octobre, durée
 d'extraction 1 h.



Concète d'Armoise blanche
BBA. Decembre 2h - 1h.

161

3.43	3.54	4.08	4.22	4.36	4.50	4.64	4.78	4.92	5.06	5.20	5.34	5.48	5.62	5.76	5.90	6.04	6.18	6.32	6.46	6.60	6.74	6.88	7.02	7.16	7.30	7.44	7.58	7.72	7.86	8.00	8.14	8.28	8.42	8.56	8.70	8.84	8.98	9.12	9.26	9.40	9.54	9.68	9.82	9.96	10.10	10.24	10.38	10.52	10.66	10.80	10.94	11.08	11.22	11.36	11.50	11.64	11.78	11.92	12.06	12.20	12.34	12.48	12.62	12.76	12.90	13.04	13.18	13.32	13.46	13.60	13.74	13.88	14.02	14.16	14.30	14.44	14.58	14.72	14.86	15.00	15.14	15.28	15.42	15.56	15.70	15.84	15.98	16.12	16.26	16.40	16.54	16.68	16.82	16.96	17.10	17.24	17.38	17.52	17.66	17.80	17.94	18.08	18.22	18.36	18.50	18.64	18.78	18.92	19.06	19.20	19.34	19.48	19.62	19.76	19.90	20.04	20.18	20.32	20.46	20.60	20.74	20.88	21.02	21.16	21.30	21.44	21.58	21.72	21.86	22.00	22.14	22.28	22.42	22.56	22.70	22.84	22.98	23.12	23.26	23.40	23.54	23.68	23.82	23.96	24.10	24.24	24.38	24.52	24.66	24.80	24.94	25.08	25.22	25.36	25.50	25.64	25.78	25.92	26.06	26.20	26.34	26.48	26.62	26.76	26.90	27.04	27.18	27.32	27.46	27.60	27.74	27.88	28.02	28.16	28.30	28.44	28.58	28.72	28.86	29.00	29.14	29.28	29.42	29.56	29.70	29.84	29.98	30.12	30.26	30.40	30.54	30.68	30.82	30.96	31.10	31.24	31.38	31.52	31.66	31.80	31.94	32.08	32.22	32.36	32.50	32.64	32.78	32.92	33.06	33.20	33.34	33.48	33.62	33.76	33.90	34.04	34.18	34.32	34.46	34.60	34.74	34.88	35.02	35.16	35.30	35.44	35.58	35.72	35.86	36.00	36.14	36.28	36.42	36.56	36.70	36.84	36.98	37.12	37.26	37.40	37.54	37.68	37.82	37.96	38.10	38.24	38.38	38.52	38.66	38.80	38.94	39.08	39.22	39.36	39.50	39.64	39.78	39.92	40.06	40.20	40.34	40.48	40.62	40.76	40.90	41.04	41.18	41.32	41.46	41.60	41.74	41.88	42.02	42.16	42.30	42.44	42.58	42.72	42.86	43.00	43.14	43.28	43.42	43.56	43.70	43.84	43.98	44.12	44.26	44.40	44.54	44.68	44.82	44.96	45.10	45.24	45.38	45.52	45.66	45.80	45.94	46.08	46.22	46.36	46.50	46.64	46.78	46.92	47.06	47.20	47.34	47.48	47.62	47.76	47.90	48.04	48.18	48.32	48.46	48.60	48.74	48.88	49.02	49.16	49.30	49.44	49.58	49.72	49.86	50.00	50.14	50.28	50.42	50.56	50.70	50.84	50.98	51.12	51.26	51.40	51.54	51.68	51.82	51.96	52.10	52.24	52.38	52.52	52.66	52.80	52.94	53.08	53.22	53.36	53.50	53.64	53.78	53.92	54.06	54.20	54.34	54.48	54.62	54.76	54.90	55.04	55.18	55.32	55.46	55.60	55.74	55.88	56.02	56.16	56.30	56.44	56.58	56.72	56.86	57.00	57.14	57.28	57.42	57.56	57.70	57.84	57.98	58.12	58.26	58.40	58.54	58.68	58.82	58.96	59.10	59.24	59.38	59.52	59.66	59.80	59.94	60.08	60.22	60.36	60.50	60.64	60.78	60.92	61.06	61.20	61.34	61.48	61.62	61.76	61.90	62.04	62.18	62.32	62.46	62.60	62.74	62.88	63.02	63.16	63.30	63.44	63.58	63.72	63.86	64.00	64.14	64.28	64.42	64.56	64.70	64.84	64.98	65.12	65.26	65.40	65.54	65.68	65.82	65.96	66.10	66.24	66.38	66.52	66.66	66.80	66.94	67.08	67.22	67.36	67.50	67.64	67.78	67.92	68.06	68.20	68.34	68.48	68.62	68.76	68.90	69.04	69.18	69.32	69.46	69.60	69.74	69.88	70.02	70.16	70.30	70.44	70.58	70.72	70.86	71.00	71.14	71.28	71.42	71.56	71.70	71.84	71.98	72.12	72.26	72.40	72.54	72.68	72.82	72.96	73.10	73.24	73.38	73.52	73.66	73.80	73.94	74.08	74.22	74.36	74.50	74.64	74.78	74.92	75.06	75.20	75.34	75.48	75.62	75.76	75.90	76.04	76.18	76.32	76.46	76.60	76.74	76.88	77.02	77.16	77.30	77.44	77.58	77.72	77.86	78.00	78.14	78.28	78.42	78.56	78.70	78.84	78.98	79.12	79.26	79.40	79.54	79.68	79.82	79.96	80.10	80.24	80.38	80.52	80.66	80.80	80.94	81.08	81.22	81.36	81.50	81.64	81.78	81.92	82.06	82.20	82.34	82.48	82.62	82.76	82.90	83.04	83.18	83.32	83.46	83.60	83.74	83.88	84.02	84.16	84.30	84.44	84.58	84.72	84.86	85.00	85.14	85.28	85.42	85.56	85.70	85.84	85.98	86.12	86.26	86.40	86.54	86.68	86.82	86.96	87.10	87.24	87.38	87.52	87.66	87.80	87.94	88.08	88.22	88.36	88.50	88.64	88.78	88.92	89.06	89.20	89.34	89.48	89.62	89.76	89.90	90.04	90.18	90.32	90.46	90.60	90.74	90.88	91.02	91.16	91.30	91.44	91.58	91.72	91.86	92.00	92.14	92.28	92.42	92.56	92.70	92.84	92.98	93.12	93.26	93.40	93.54	93.68	93.82	93.96	94.10	94.24	94.38	94.52	94.66	94.80	94.94	95.08	95.22	95.36	95.50	95.64	95.78	95.92	96.06	96.20	96.34	96.48	96.62	96.76	96.90	97.04	97.18	97.32	97.46	97.60	97.74	97.88	98.02	98.16	98.30	98.44	98.58	98.72	98.86	99.00	99.14	99.28	99.42	99.56	99.70	99.84	100.00
------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	--------

Concise d'Armoire blanche
 BBA, Octobre, extraction
 durée 4h.

1.89	1.96	2.15
2.22		
3.27	4.01	
4.74		
5.36		
6.22		
6.66		
7.94	7.54	7.91
8.45		
9.34		
9.93	9.69	9.46
10.77		
11.84		
12.17		
13.00		
13.91		
14.14		
14.75		
15.41		
16.17		
17.00		
18.00		
19.10		
20.21		
21.21		
22.15		
22.67		
23.04		
23.53		
24.17		
24.49		
25.17		
25.78		
26.06		
27.01		
29.87		
29.09		
31.23		

—Chromatogrammes
de Type 2—

Concète d'Armoise blanche
B.B.A. Janvier en Continu.

118

2.00

1.81

1.81	2.00
3.62	4.00
5.43	6.00
7.24	8.00
9.05	10.00
10.86	12.00
12.67	14.00
14.48	16.00
16.29	18.00
18.10	20.00
19.91	21.36

Concetti d'Armoise blanche
 B.B.A. Decembre, experience
 en continu.

164

1.94	2.43
2.24	2.83
3.66	3.22
4.72	4.50
5.77	6.17
7.39	7.52
7.82	8.29
8.28	9.47
10.35	10.61
11.60	
13.05	12.72
14.31	14.23
	14.84
18.30	
	21.77
	26.96
	30.09
	29.82

concrete d'Armoise blanche
BBA octobre, usée,
échantillon en continu.

691

2:58 2:15

21.34

4

93.00

21.34

3

3.64

2

3.64

1

14.93

5.40

5.40

81

6.71

6.71

7.20

7.20

7.55

7.55

8.32

8.32

9.51

9.51

10.38

10.38

10.65

10.65

11.62

11.62

12.50

12.50

12.76

12.76

13.45

13.45

13.82

13.82

14.26

14.26

14.87

14.87

18.34

21.01
21.81

27.01
27.99

30.12
29.87

Concrete d'Armoise blanche
 BBA. Octobre, 2^{eme}
 échelation successive, durée 1h.

990

