

18/94

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التربية الوطنية
MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE - CHIMIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة - BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

CONTRIBUTION A L'ETUDE DU MYRTUS COMMUNIS L.

EXTRATION ET ETUDE ANALYTIQUE DE L'HUILE

ESSENTIELLE ET LA CONCRETE

Proposé par :
MELLE . C . BOUTEKEDJ IRET

Etudié par :
MR . S . B . ROBA INE

Dirigé par :
MELLE . C . BOUTEKEDJ IRET

PROMOTION : 94

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التربية الوطنية

MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE - CHIMIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة - BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

CONTRIBUTION A L'ETUDE DU MYRTUS COMMUNIS L.

EXTRATION ET ETUDE ANALYTIQUE DE L'HUILE

ESSENTIELLE ET LA CONCRETE

Proposé par :

MELLE . C. BOUTEKEDJ IRET

Etudé par :

MR . S. B. ROBAINE

Dirigé par :

MELLE . C. BOUTEKEDJ IRET

PROMOTION : 94

DEDICACES

- A ma mère
 - A la mémoire de mon père et ma soeur HOURIA
 - A toute ma famille
- et a tous ceux qui me sont très chers.

MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
DEPARTEMENT : Génie chimique
Promoteur : Melle C. BOUTEKEDJIRET
Elève ingénieur : M. S.B. ROBAINÉ

وزارة التربية الوطنية
المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
دائرة : الهندسة الكيميائية
الموجهة : الأستاذة ش. بوتفجيرات
طالب مهندس : السيد م. ب. روبينا

SUBJECT : Contribution to the study of Algerian Myrtus Communis L.
Extraction and analytical study of Myrtus Communis oil and concrète.

SUMMARY :

Two processes had been involded in the extration of the essential oil of Myrtus Communis L : steam distillation and hydrodistillation.

Factors influencing the yield of essential oil of Myrtus Communis L. are analysed : prévious drying, extraction time and the period of harvest.

The concrète of Myrtus Communis L had been obtained by solvent extrac-tion.

An Analytical study had been done by gaz chromatography in order to determine the chemical composition of the essential oil and the concrète of Myrtus Communis L.

SUJET : Contribution à l'étude du Myrtus Communis L d'Algérie.
Extraction et étude analytique de l'huile essentielle et de la con-crète.

RESUME

L'extraction de l'huile essentielle du Myrtus Communis L a été menée par deux procédés : entraînement à la vapeur d'eau et hydrodistillation.

Le rendement de l'huile essentielle de Myrtus Communis L dépend de divers facteurs analysés ici : séchage préalable, durée d'extraction et la période de végétation.

La concrète de Myrtus Communis a été obtenue par extraction par solvant.

Une étude analytique par chromatographie en phase gazeuse a été faite pour tenter d'atteindre la composition chimique de l'huile essentielle et la concrète du Myrtus Communis L.

الموضوع: المساهمة في دراسة الميرتيس كومينيس ل. الجزائر

إستخلاص ودراسة تحليلية للزيت الأساسي والزيت الكثيف

الملخص:

تم إستخلاص الزيت الأساسي للميرتيس كومينيس ل. بطريقتين:
الجذب بخار الماء و التقطير بالماء

تمت دراسة بعض العوامل المؤثرة على المردود للزيت الأساسي من
بينها: التجفيف المسبق، مدة الإستخلاص و مرحلة النمو

تم إستخلاص الزيت الكثيف للميرتيس كومينيس ل. بطريقة الإستخلاص
بالمحاليل

دراسة تحليلية بطريقة الكروماتوغرافية في المرحلة الغازية تم
إجرائها لمعرفة التركيب الكيميائي للزيت الأساسي والكثيف

للميرتيس كومينيس ل.

REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer tout particulièrement ma vive reconnaissance et mes sincères remerciements à Mademoiselle C. BOUTEKEDJIRET, de m'avoir aidé, dirigé et conseillé tout au long de mon travail.

Je voudrais remercier, Madame S. CHARCHARI, maître assistante à l'E.N.P. d'avoir bien voulu accepter de présider la commission d'examen.

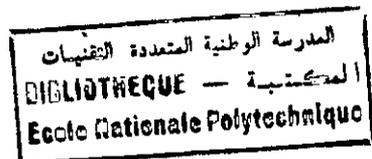
Qu'il me soit permis de remercier également Monsieur R. BELABBES, professeur à l'E.N.P., Madame R. DERRICHE chargée de cours à l'E.N.P. et E.H. BENYOUCEF, maître assistant à l'E.N.P., d'avoir accepté de faire partie du jury.

Mes remerciements vont également à Monsieur M. BOURAHLA, Monsieur Y. DJEBOUR, Mademoiselle A. BENOUALI et tout les forestiers de Ténès, pour l'aide qu'ils m'ont apporté.

Je tiens à remercier vivement mon ami et frère Fodil, pour son aide et son soutien moral tout au long de mon travail.

Que tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail, trouvent l'expression de ma profonde gratitude.

SOMMAIRE



	Page
<u>INTRODUCTION</u>	1
Description botanique	2
Utilisation du myrte	3
Travaux antérieurs	4
<u>CHAPITRE I - GENERALITES SUR LES HUILES ESSENTIELLES</u>	9
I.1. Définition	9
I.2. Activité antioxydante des extraits végétaux.....	10
I.3. Principaux constituants des huiles essentielles..	11
I.3.1. Terpènes	11
I.3.1.1. Définition	11
I.3.1.2. Classification	12
I.3.2. Monoterpènes	13
I.3.3. Sesquiterpènes	14
I.3.4. Diterpènes - tétraterpènes	17
I.3.5. Tripterpènes - Steroïdes	17
<u>CHAPITRE II - PROCEDES D'EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES</u> .	21
II.1. Entraînement à la vapeur d'eau	21
II.2. Hydrodistillation	22
II.3. Hydrodiffusion	23
II.4. L'enfleurage	23
<u>CHAPITRE III - INFLUENCE DE QUELQUES PARAMETRES SUR LE RENDEMENT ET LA COMPOSITION EN HUILE ESSENTIELLE</u>	26
III.1. Lieu de récolte	26
III.2. Période de récolte	26
III.3. Mode d'extraction	28
III.4. Durée d'extraction	28

III.5. Influence du mode et la durée de séchage	28
III.5.1. Séchage à l'abri de la lumière vive	29
III.5.2. Séchage au soleil	29
III.6. Hydrolyse	30
III.7. Effet de la température	30
CHAPITRE IV — EXTRACTION PAR SOLVANTS ORGANIQUES VOLATILS	32
IV.1. Principe	32
IV.2. Nature du solvant	32
IV.3. Durée d'extraction	33
CHAPITRE V — PARTIE EXPERIMENTALE	35
V.1. Extraction de l'HE du myrte par entraînement à la vapeur d'eau	40
V.1.1. Mode opératoire	40
V.1.2. Influence de la durée d'extraction sur le le rendement en HE	42
V.1.3. Etude de la cinétique d'extraction du myrte par entraînement à la vapeur d'eau	43
V.1.4. Influence de quelques paramètres sur le rendement en HE obtenue par entraînement à la vapeur d'eau	46
V.1.4.1. Influence du stockage sur le rendement en HE	46
V.1.1.2. Influence de la période de végétation sur le rendement en HE	47
V.2. Extraction de l'HE du myrte par hydrodistillation.....	49
V.2.1. Mode opératoire	49
V.2.2. Résultats et discussion	52

V.3. Extraction de la concrète par solvants volatils .	52
V.3.1. Extraction sur soxhlet	53
V.3.1.1. Mode opératoire	53
V.3.1.2. Résultats et discussion	56
V.3.2. Extraction par solvants volatils à froid	56
V.3.2.1. Mode opératoire	57
V.3.2.2. Influence de la nature du solvant sur le rendement en concrète	57
V.3.2.3. Influence du taux d'humidité sur le rendement en concrète.....	59
V.3.2.4. Influence de l'agitation sur le rendement en concrète	61

CHAPITRE VI - ETUDE ANALYTIQUE 66

VI.1. Chromatographie en phase gazeuse (CPG)	66
VI.1.1. Appareillage en CPG	67
VI.1.1.1. Gaz vecteur	67
VI.1.1.2. Débitmètre	67
VI.1.1.3. Chambre d'injection	68
VI.1.1.4. Colonne	68
VI.1.1.5. Détecteur	68
VI.2. Etude analytique des extraits de Myrte Communis L	69
VI.2.1 Analyse par CPG de l'HE	70
VI.2.2. Analyse par CPG des concrètes obtenues par différents solvants volatils	71

CONCLUSION 73

ANNEXE 76

BIBLIOGRAPHIE 78

LISTE DES ABREVIATIONS

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

HE : Huile essentielle

RHE : Rendement en huile essentielle

RC : Rendement en concrète

CPG : chromatographie en phase gazeuse

CG/SM : Chromatographie en phase gazeuse couplée avec la spectrométrie de masse

HC : Hydrocarbures

LISTES DES FIGURES

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

- Fig 1 - Squelette des monoterpènes
- Fig 2 - " " de l'isoprene
- Fig 3 - " " des sesquiterpènes
- Fig 4 - " " des diterpènes
- Fig 5 - " " des triterpènes
- Fig 6 - " " des tétraterpènes
- Fig 7 - Représentation sous forme de courbe totale
- Fig 8 - " " " " d'histogramme
- Fig 9 - Montage de l'entraînement à la vapeur d'eau
- Fig 10 - RHE en fonction du temps
- Fig 11 - Etude cinétique de l'entraînement à la vapeur d'eau
- Fig 12 - Montage de l'hydrodistillation
- Fig 13 - Montage de l'extraction sur soxhlet
- Fig 14 - Montage de l'étude de l'influence de la vitesse d'agitation
- Fig 15 - Principe d'un chromatographe en CPG.
- Fig 16 - Chromatographe de l'HE obtenue par entraînement à la vapeur d'eau.
- Fig 17 - Appareillage de DEAN et STARCK

LISTE DES TABLEAUX



Tableau 1 - Composition chimique approximative de l'huile de myrte selon des données publiées

Tableau 2 - Monoterpènes

Tableau 3 - Sesquiterpènes

Tableau 4 - Diterpènes et tétraterpènes

Tableau 5 - Triterpènes

Tableau 6 - Stéroïdes

Tableau 7 - Caractéristiques bioclimatiques de la station de récolte

Tableau 8 - résultats de l'entraînement à la vapeur d'eau

Tableau 9 - influence de la durée de stockage sur le rendement en HE

Tableau 10 - Influence de la période de végétation sur le rendement en HE

Tableau 11 - Influence de la nature du solvant sur le rendement en concrète

Tableau 12 - Influence du taux d'humidité sur le rendement en concrète

Tableau 13 - Influence de la vitesse d'agitation sur le rendement en concrète

المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

* INTRODUCTION *

Au cours d'une évolution qui dure depuis des centaines de millions d'années, les plantes se sont diversifiées en espèces innombrables. On en trouve partout où la vie existe. Leurs utilités et importance en industrie aromatique, sont liées étroitement aux huiles essentielles qu'elles secrètent. C'est dans ce cadre que nous avons entamé l'étude de l'huile essentielle du myrte d'Algérie, afin de valoriser son utilisation.

Nous nous sommes intéressés en premier temps au rendement en huile essentielle, obtenue par deux modes d'extraction à savoir, l'entraînement à la vapeur d'eau et l'hydrodistillation, ainsi que l'influence que peuvent avoir le séchage relativement prolongé du matériel végétal, la durée d'extraction, et la période de végétation.

Nous avons aussi entrepris une étude de la concrète ainsi que les différents paramètres influençant sur son rendement, en l'occurrence: la nature du solvant, le taux d'humidité et l'agitation.

Nous avons achevé notre travail, par une étude analytique afin d'élucider la composition de l'huile essentielle et de sa concrète.

DESCRIPTION BOTANIQUE

Myrtus Communis L. appartenant à la famille des myrtacées est un arbuste très rameux de 1 à 3 m de haut, répandu sur le pourtour du bassin méditerranéen [1,2].

Les feuilles persistantes sont ovales, opposées, coriaces, pourvues de glandes minuscules, et mesurant jusqu'à 3 cm de long.

Les fleurs odorantes de 2 à 3 cm de diamètre, généralement solitaires, possédant un grand nombre d'étamines, sont portées par des pédoncules de 3 à 4 cm de longueur naissant à l'aisselle des feuilles [3].

Le calice est à 5 dents. La corolle blanche à 5 pétales est de forme arrondie [3].

Les fruits sont de petites baies glanduleuses d'un noir bleuté comestible, au goût très résineux.

Le myrte est une plante qui a été vénérée dans toute l'antiquité : symbole de jeunesse et de beauté, d'amour et de paix, ses rameaux ornaient souvent les tiges des couronnes des jeunes mariées. Les tiges, qui dégagent en brûlant une odeur très fine, étaient utilisées comme encens dans les cérémonies religieuses [1].

De nos jours, le myrte a encore des usages religieux ou simplement honorifiques [3], il est recherché comme arbuste d'ornement et ses fleurs blanches sont vendues sur les marchés [1].

UTILISATION DU MYRTE

Myrtus Communis a été de tous temps utilisé pour ses propriétés antiseptiques et désinfectantes. Il entre dans toutes les recettes de " mélanges aux sept plantes " et est réputé contre la vermine en général. Les diverses parties de la plante sont employées [4,5]:

- baies contre les hémorragies,
- feuilles broyées contre les ulcères ou dans le traitement des cheveux, en association avec le henné,
- infusion de feuille contre les infections respiratoires.

Son huile essentielle est surtout employée contre les maladies de l'appareil respiratoire [6]. Ses propriétés sont attribuées à la présence de cinéole, mais aussi à des terpènes légers (limonène, pinènes) et à des alcools terpéniques (nérol, géraniol, linalol). Ainsi, BELAICHE [7] retient comme échantillon actif le plus riche en cinéole. De même, CHARNOT [8], testant le pouvoir insecticide de l'huile de myrte sur le cafard, constate que la fraction de distillation la plus active est celle qui correspond au cinéole.

D'autres substances (phénols et polyphénols, tanins) ont été extraites de l'huile essentielle de myrte. En particulier, un phloroglucinol [9] possède une activité comparable à celles de la pénicilline et de la streptomycine. Diverses substances phénoliques sont actives contre les bactéries GRAM (+) et le staphylocoque doré [10]. Les extraits de myrtus Communis ont aussi une activité pédiculicide et lenticide notable [11].

Cependant, c'est en parfumerie que l'huile essentielle de myrte, trouve son emploi principal.

TRAVAUX ANTERIEURS

Les travaux menés sur le myrte sont relativement peu nombreux. Toutefois son huile essentielle et sa composition ont fait l'objet d'un nombre de recherches mettant en évidence la présence de plusieurs constituants.

En effectuant une distillation fractionnée de HE LAWRENCE et COLL [12] obtiennent 27 fractions. L'analyse par CPG de ces fractions permet de détecter 86 composés dont des HC terpéniques et des composés oxygénés non terpénoïdes.

En 1978, SHIKHIEV et COLL [13] montrent que l'huile essentielle des feuilles de Myrtus Communis provenant de Russie contient du limonène (23,4 %), du linalol (20,2 %) du alpha - pinène (14,5 %), du 1,8 - cinéole (11,6 %) du p - cymène (1,8 %), du camphène (0,5 %), du bêta-pinène (0,3 %) et des traces de delta-3-carène. Cette composition diffère de celle trouvée par LAWRENCE [12] où le 1,8 - cinéole a été identifié comme composé majoritaire.

Au début des années 80, MAZZA [14] entreprit une étude dans le but d'avoir une image plus détaillée sur les composés volatiles des fruits du myrte, cette information n'ayant fait l'objet d'aucune recherche auparavant. Les travaux portaient sur les fruits de myrte provenant de Sardaigne en Italie.

L'analyse par CPG et par CG/SM de l'huile essentielle obtenue a permis l'identification de 11 HC terpéniques et a montré que le alpha-pinène, le limonène et le 1,8 -cinéole représentaient 72 % de la fraction volatile. D'autre part les alcools représentaient 11,1 % de la fraction volatile, avec une grande proportion (57% de la fraction alcool) de linalol et de l'alpha-terpinéol.

L'analyse a également permis l'identification de faibles teneurs de terpinen. 4 - ol, de trans-pinocarvéol, de Cis-pipéritol de trans-carvéol et de p-cymen - 8-ol, absents dans l'huile essentielle des feuilles et des fleurs de myrte.

Une différence dans la composition de la fraction aromatique de l'huile essentielle des fruits et de celles des feuilles et des fleurs de myrte a été mise en évidence, la première étant moins riche en myrténol et en acétate de myrtényl. Quant aux esters terpéniques, ils constituaient 5,5% de la fraction volatile.

En septembre 1989, une étude sur le myrte espagnol [15] fut présentée au 20^{ème} SYMPOSIUM International des huiles essentielles à Wurzburg en Allemagne. Cette étude portait sur la composition chimique des huiles essentielles de Myrtus Communis L, sauvage et cultivé obtenues par hydrodistillation.

L'analyse par CG/SM a permis de détecter plus de 1000 composants dont 50 ont pu être identifiés.

Une étude comparative de la composition de l'huile essentielle du myrte d'origine différente a été également présentée.

Les résultats sont représentés sur le tableau suivant :

tableau 1 :Composition chimique approximative de l'huile de Myrte selon des données publiées.

Composants	Feuilles du Portugal 16	Feuilles du Maroc 12	feuilles de Russie 17	Feuilles d'Italie 18	Feuilles d'Italie 14
Hydrocarbures monoterpènes	+	~25,0%	~40,0%	~60,0%	~50,0%
1,8-cinéol	36%	44,5	11,6	+	30,9
Linalol	-	+	20,2	+	2,7
Acetate linalylique	-	2,2	-	+	0,9
Myrténol	12	+	-	+	0,05
Acétate myrtenylique	25	~20,0	-	+	-
Autres Monoterpènes oxygènes	-	+	-	+	9,2
Hydrocarbures sesquiterpènes	-	~4,0	-	+	1,1
Carvacrol	-	0,1	-	-	-
Methyleugénol	-	0,5	-	-	1,0
Autres composés benzenoïques	-	-	-	-	4,1
+ = présence du composant - = absence du composant, ou non déterminé					

En 1988, R.GAUTHIER et COLL [2] publient leurs travaux sur la variation de la composition de l'HE de myrtus communis du Maroc le long d'un cycle végétatif. De plus ils mettent en évidence l'influence du mode de séchage, du mode d'extraction et de sa durée sur le rendement en huile essentielle.

A ce jour et à notre connaissance, le myrte d'Algérie n'a fait l'objet d'aucune recherche. Nos travaux rentrent dans le cadre d'une recherche entreprise dans le but d'une meilleure connaissance de cette plante pour une éventuelle valorisation.

*
* CHAPITRE I *
*

GENERALITES SUR LES HUILES ESSENTIELLES

I.1. DEFINITION

Le terme de " huile essentielle " est défini comme étant la fraction volatile obtenue par des procédés physiques, à partir du matériel végétal [19].

Les huiles essentielles appelées également essences, peuvent être distillées ou bien obtenues par expression à froid. Expression à froid applicable aux huiles essentielles d'agrumes (hespéridés) tels que : citron, orange douce et amère etc..., se fait à l'aide d'une force mécanique [20, 21].

La distillation s'effectue en utilisant :

- de l'eau (hydrodistillation)
- de la vapeur d'eau (entraînement à la vapeur d'eau)
- les deux [19]

Les huiles essentielles sont des liquides d'un caractère odorant lié à leur volatilité, produites et emmagasinées dans les différents organes de certaines plantes (fleurs, fruits, feuilles, tiges.)

Leur densité est généralement inférieure à 1, par contre leur indice de réfraction est élevé [21,22].

Les principaux constituants des huiles essentielles, sont les hydrocarbures terpéniques en particulier les monoterpènes qui ont des odeurs agréables [20].

Dans la pratique plusieurs facteurs sont susceptibles de modifier le rendement et la composition de l'huile essentielle extraite d'un végétal [2].

Depuis de nombreuses années, les huiles essentielles font l'objet d'études systématiques pour tester leurs effets insecticides, bactéricide, fongicide ..., et rationaliser leur utilisation, souvent très ancienne, en phytothérapie [4,6].

I.2. L'ACTIVITE ANTIOXYDANTE DES EXTRAITS VEGETAUX [29]

La préservation des lipides contre les phénomènes de dégradation occasionnés par l'oxygène de l'air, rend nécessaire l'utilisation d'antioxydants, aussi bien dans le domaine agro-alimentaire que dans celui de la cosmétique ou de la chimie fine.

En alimentation humaine les antioxydants d'origine naturelle se révèlent préférables, mais à côté des tocophérols, le marché n'offre à ce jour qu'un faible choix d'antioxydants liposolubles non synthétiques.

Pour remédier à cette situation la recherche de nouveaux antioxydants naturels lipophiles devient une nécessité.

La principale source d'antioxydants est le règne végétal, en particulier les plantes supérieures. De nombreux composés présentant une certaine activité antioxydante, ont été isolés et caractérisés chez les végétaux.

Préalablement à l'isolement de composés purs, l'évaluation rapide et globale de l'activité antioxydante d'une plante ou de ses extraits apporte de précieux renseignements.

I.3. PRINCIPAUX CONSTITUANTS DES HUILES ESSENTIELLES

I.3.1. Terpènes

I.3.1.1. Définition

Les terpènes constituent une importante famille de composés naturels, dont l'extension n'a cessé de croître.

Le nom des terpènes a été initialement réservé aux hydrocarbures d'origine végétale dont la formule brute, $C_{10}H_{16}$, et le squelette carboné, (fig.1), indiquaient qu'ils pouvaient être considérés comme des dimères de l'isoprène, (fig.2). Certains de ces hydrocarbures étaient extraits de l'essence de térébentine, d'où le nom de terpène [20].

I.3.1.2. Classification

On classe les terpènes en différentes catégories, selon le nombre de "maillons isopréniques" C_5H_8 que contient leur squelette.

1°) - Les monoterpènes contiennent deux maillons isopréniques enchainés tête à queue et par conséquent dix atomes de carbone; leur squelette correspond en principe à la (fig.1).

2°) - Les sesquiterpènes contiennent trois maillons isopréniques, enchainés tête à queue, donc quinze atomes de carbone; leur squelette correspond en principe à la (fig.3).

3°) - Les diterpènes contiennent quatre maillons isopréniques enchainés tête à queue, donc vingt atomes de carbones, leur squelette correspond en principe à la (fig.4).

4°) - Les triterpènes résultent de l'enchaînement tête à tête de deux chaînes sesquiterpéniques. Leur squelette correspond donc en principe à la (fig.5).

5°) - Les tétraterpènes résultent de l'enchaînement tête à tête de deux chaînes diterpéniques. leur squelette correspond donc en principe à la (fig.6).

I.3.2. Monoterpènes

Les monoterpènes ont en général un squelette en C_{10} qui peut être linéaire, monocyclique ou bicyclique (Tableau 2).

La plupart des monoterpènes que l'on rencontre dans la nature ont des odeurs agréables et sont des constituants des huiles essentielles que l'on tire des plantes et qui sont utilisés en parfumerie.

I.3.3. Sesquiterpènes

Les sesquiterpènes ont en général un squelette en C_{15} dérivant de la (fig.3); il peut être linéaire, monocyclique ou polycyclique (Tableau 3). La variété des squelettes cycliques est beaucoup plus grande que chez les monoterpènes, ce qui explique que leurs structures n'aient commencé à être connues que vers 1925.

Certains sesquiterpènes ont un emploi en pharmacie, comme la santonine, utilisée comme antihelminthique, ou en cosmétique, comme les guaiazulène et chamazulène. La plupart d'entre eux sont, comme les monoterpènes, les constituants d'huiles essentielles et ils sont surtout employés en parfumerie.



Fig 1 : Squelette des monoterpenes



Fig 2 : Squelette de l'isoprene

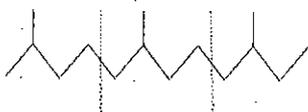


Fig 3 : Squelette des sesquiterpenes

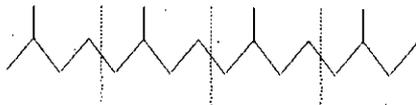


Fig 4 : Squelette des diterpenes

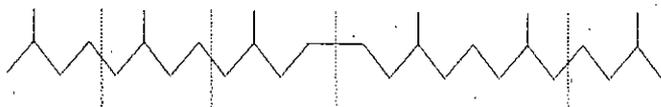


Fig 5 : Squelette des ditetraterpenes

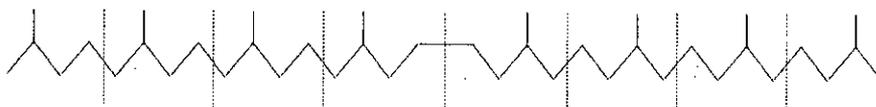
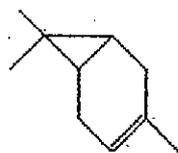


Fig 6 : Squelette des tetraterpenes

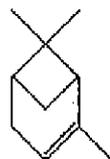
TABLEAU : 2

MONOTERPENES

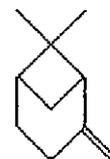
Monoterpènes bicycliques



Δ -3 Carène



α - Pinène

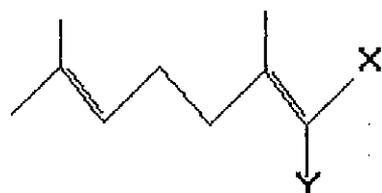


β - Pinène

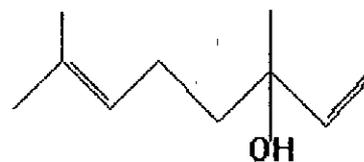
Monoterpènes lineaires



Myrcene

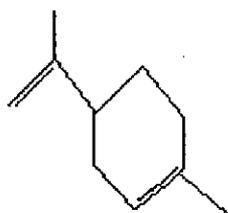


Geraniol: X=CH₂, OH; Y=H
Nérol : X=H; Y=CH₂, OH

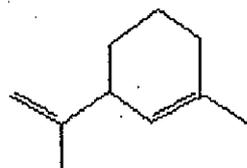


Linalool

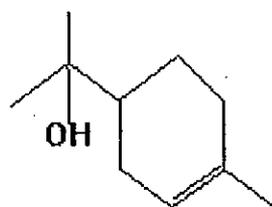
Monoterpènes monocycliques



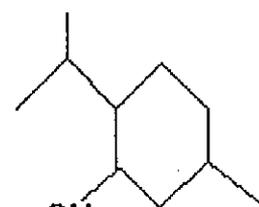
Limonene



Sylvestrene



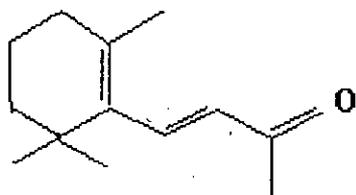
α - Terpeneol



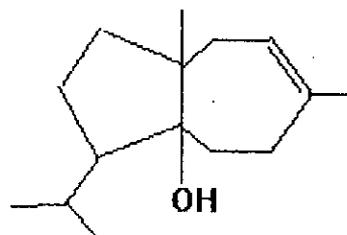
OH
Menthol

TABLEAU : 3

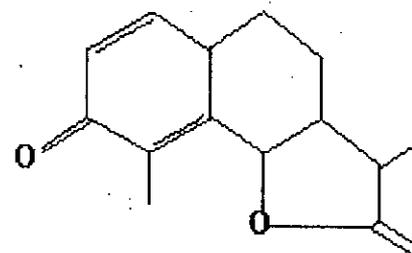
SESQUITERPENES



β -Lonone



Carotol



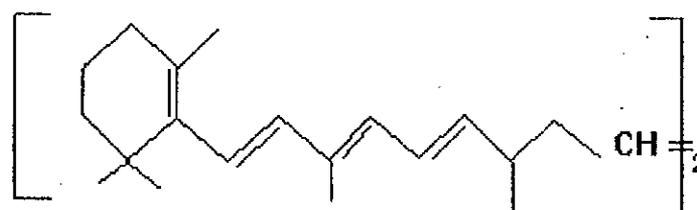
Santonine

TABLEAU : 4

DITERPENES ET TETRATERPENES



Phytol



β -Carotene

I.3.4. Diterpènes - tétraterpènes

Les diterpènes ont en général un squelette en C_{20} , dérivant de (fig.2), qui peut être linéaire ou cyclique (Tableau 4). Les plus importants sont le phytol, qui intervient sous forme d'ester dans le chlorophylle et sous forme de composé de condensation avec un diphénol dans la vitamine E.

Certains diterpènes assez volatils sont utilisés en parfumerie comme constituant d'huile essentielle.

Les produits de dimérisation tête à tête des diterpènes sont les tétraterpènes. Ils ont des squelettes en C_{40} , dérivant de (fig.5), qui peuvent être linéaires ou cyclique. Ils constituent pour la plupart la famille des caroténoïdes, colorants naturels dont la teinte varie du jaune au rouge et qui sont des constituants à peu près universels des êtres vivants.

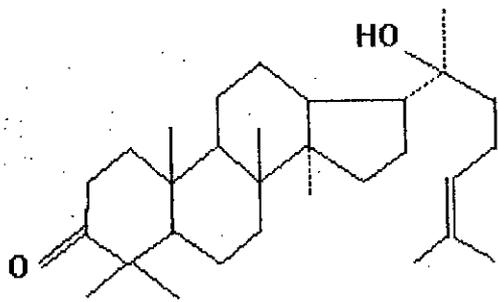
I.3.5. Triterpènes - stéroïdes

Les triterpènes ont en principe un squelette en C_{30} , dérivant de (fig.6), qui peut être linéaire ou cyclique (Tableau 5).

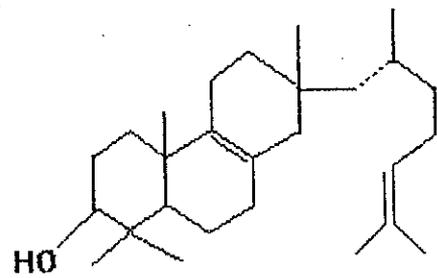
Ils constituent la famille des terpènes la plus grande, sinon la plus importante, car elle comprend le groupe des stéroïdes, qui dérivent directement de certains triterpènes par dégradation oxydante dans les organismes vivants. Les stéroïdes, universellement répandus dans le monde vivant, y jouent souvent un rôle physiologique capital (Tableau 6), mais leur importance chimique et biochimique ne cède en rien à leur importance médicale et pharmaceutique, en raison du rôle fondamentale qu'ils ont joué dans le développement de la chimie et de la biochimie depuis le début du XX^{ème} siècle [20].

TABLEAU: 5

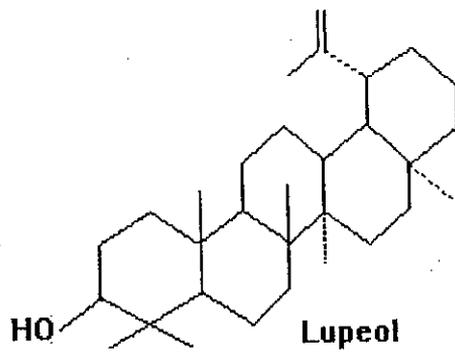
TRITERPENES



Dipterocarpol



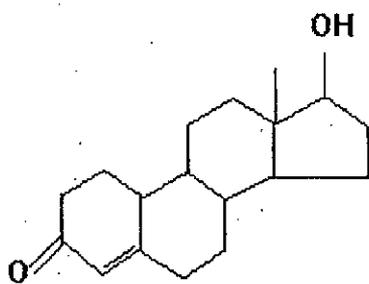
Euphol



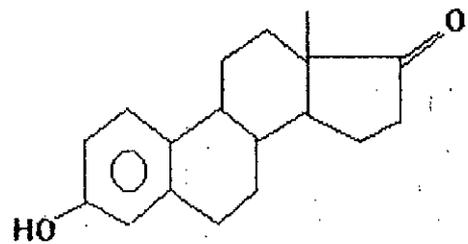
Lupeol

TABLEAU:6

STEROIDES



Testosterone



Estrone

*
* CHAPITRE II *
*

PROCEDES D'EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES

Le choix d'un procédé d'extraction dépend en tout premier lieu du matériel végétal à traiter (feuilles, tiges, fleurs, ...), la richesse et la qualité de l'huile essentielle recherchée. C'est pourquoi on compte aujourd'hui plusieurs modes d'extraction. La technique d'extraction permet d'obtenir soit des huiles essentielles, des concrètes, des absolus, des pommades, des résinoïdes ou des infusions [24].

II.1. ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU

Ce procédé consiste à faire circuler de la vapeur d'eau à travers du matériel végétal se trouvant dans une colonne, de bas en haut, de sorte que l'huile essentielle n'est constituée que de produits entraînés à l'état gazeux [2].

Il y a un contact direct entre l'huile essentielle et la vapeur d'eau. La quantité de la vapeur d'eau utilisée pour l'entraînement de l'huile essentielle appelée " vapeur utile " dépend :

- du type de matériel végétal et de son état (frais, sec, fané)
- de la quantité et la composition de l'huile essentielle que contient la plante [22].

Son principe est basé sur le fait que la plupart des composés odorants volatiles sont susceptibles d'être entraînés par des aérosols de vapeur d'eau du fait de leur point d'ébullition relativement bas et de leur caractère hydrophobe.

Selon la théorie de l'entraînement à la vapeur d'eau des huiles essentielles, formulée par VON RECHENBERG, la diffusion de l'huile en milieu aqueux est la première phase du processus et l'étape limitante régissant la cinétique de l'entraînement [25].

L'entraînement à la vapeur d'eau est le procédé d'usage le plus courant pour l'extraction des huiles essentielles des végétaux et peut être réalisé en discontinu ou en continu. Il est préféré aux autres procédés pour l'extraction des matières végétales riches en huile et lorsque les constituants de celle-ci sont stables à une température élevée.

Parmi ses avantages, on peut citer :

- La mise en oeuvre simple
- L'utilisation de la vapeur d'eau, disponible et à bas prix.

Cependant on ne peut pas l'appliquer dans tout les cas à cause de l'intervention de la chaleur et de la vapeur d'eau dans la production de certains constituants des huiles essentielles qui conduisent à la formation d'artefacts [26].

II.2. HYDRODISTILLATION

Cette méthode consiste à placer de la matière végétale dans l'eau, chauffée et portée ensuite à ébullition par apport de chaleur extérieur.

Les extraits (huile + eau) sont récupérés après condensation des vapeurs.

L'hydrodistillation est un procédé particulièrement brutal puisque la plante aromatique plongée dans l'eau est maintenue à 100°C durant un certain temps. Les sévères conditions expérimentales d'une hydrodistillation engendrent tout particulièrement des réactions chimiques de décomposition de certains composés terpéniques (hydrolyse, élimination, cyclisation, réarrangement) qui dépendent de l'acidité de l'eau dans laquelle est immergé le végétal, le PH de la solution est donc un paramètre important de l'hydrodistillation [27].

II.3. HYDRODIFFUSION

Ce procédé consiste à un entrainement à la vapeur d'eau mais qui se fait de haut en bas, c'est pourquoi certains produits, extraits du matériel végétal mais non entrainable à l'état gazeux, se retrouvent dans l'huile essentielle obtenue de cette façon.

Selon une étude faite, il s'est avéré que l'hydrodiffusion fournit trois fois plus d'huile nettement différente de celle obtenue par un classique entrainement à la vapeur d'eau. En particulier, les produits extraits lentement du matériel végétal se retrouvent en plus grande quantité dans l'huile essentielle obtenue par hydrodiffusion.

Il faut souligner que l'hydrodiffusion est tout à fait indiquée pour la fabrication des huiles essentielles destinées à parfumerie [2].

II.4. L'ENFLEURAGE

Cette technique est réservée aux organes végétaux particulièrement fragiles que sont les fleurs [22].

L'huile essentielle est obtenue en laissant le pétale de fleur en contact, à température ordinaire, avec une graisse solide déposée sur une plaque de verre et maintenue par un châssis en bois : cette technique donne de bons rendements et se prête particulièrement à l'extraction de composés délicats (cas du jasmin dont le principal composé odorant, la cis-jasmone, n'est d'ailleurs pas un terpène) [20].

*
* CHAPITRE III *
*

INFLUENCE DE QUELQUES PARAMETRES SUR LE RENDEMENT ET LA COMPOSITION DE HUILE ESSENTIELLE

Dans la pratique plusieurs facteurs sont susceptibles de modifier le rendement et la composition de l'huile essentielle extraite d'un végétal.

Dans ce chapitre, nous essayerons de définir quelques uns de ces facteurs, pour mieux connaître leur influence.

III.1. LIEU DE RECOLTE

Le lieu de récolte d'une plante, est l'un des premiers paramètres à en prendre compte, car son influence est liée étroitement au rendement en huile essentielle.

Une étude effectuée au Maroc [2], concluait que les rendements en huile de myrte sont plus élevés en zone subhumide où les plantes sont de grande taille, et en période de fructification (jusqu'à 3600 mg/KG).

Pour le cas de notre étude, les récoltes ont été effectuées dans la région de Ténès dont les caractéristiques bioclimatiques sont représentées dans le tableau 7 dans la partie expérimentale.

III.2. PERIODE DE RECOLTE

Au cours du cycle végétatif, la composition de l'huile du myrte subit de fortes variations, une étude antérieure [2] a pu caractériser ce cycle végétatif annuel du myrte par six états d'avancement :

Stade vernal

- jeunes pousses (JP). mars-avril :
apparition de jeunes pousses vert tendre
aux extrémités des rameaux ou au pied de
la plante; les feuilles sont souples.

- jeunes rameaux (JR). avril-mai : les
jeunes rameaux pousses ont atteint 20 à
30 cm; les feuilles sont plus foncées,
les tiges plus rigides.

Floraison

- floraison (FL). mai-juin : présence de
boutons et/ou de fleurs.

Fructification

- fruits verts (FV). juillet-octobre :
après la chute des fleurs, présence de
fruits verts uniquement.

- fruits murs (FM). novembre-décembre :
fruits noirâtres.

fin de
végétation

- feuilles adultes (FA). janvier-février
les fruits sont tombés, les feuilles sont
sclérifiées et coriaces.

III.3. MODE D'EXTRACTION

Le rendement en huile essentielle dépend fortement de ce facteur cela revient à dire, que le choix du procédé d'extraction, doit être judicieux et mis au profit de l'étude exigée.

L'utilisation d'un mode d'extraction est aussi fonction de la qualité de l'huile recherchée.

III.4. DUREE D'EXTRACTION

L'influence de la durée d'extraction, est d'une grande importance, pour la détermination du rendement en HE.

La durée d'extraction dépend principalement de la localisation des glandes sécrétives de l'HE dans la plante. GUENTHER a mentionné que 7 à 9,5 heures sont nécessaires pour l'entraînement à la vapeur de l'huile du myrte espagnol, à la différence de l'huile du myrte marocain qui elle ne requiert que 2 à 2,5 heures [15].

Les plantes à glandes endogènes, nécessitent un temps d'extraction long afin de récupérer toute l'huile essentielle, par contre l'extraction de HE des plantes ayant des glandes exogènes est de courte durée.

III.5. INFLUENCE DU MODE ET LA DUREE DE SECHAGE DE LA PLANTE

La qualité de l'HE extraite dépend fortement de ce facteur. Une plante qui doit être conservée en tas, ne tarde pas à entrer en fermentation et l'huile essentielle est de mauvaise

qualité, c'est pourquoi, il existe des plantes qui ne peuvent pas être conservées par conséquent elles doivent être traitées à l'état frais.

A vrai dire, il n'y a pas de règle générale pour le mode de conservation des plantes aromatiques : il faut connaître le caractère de chacune et la traiter en conséquence [28, 29].

Une étude antérieure [2] a défini deux modes de séchage :

1 - séchage à l'abri de la lumière vive

2 - séchage au soleil

III.5.1. Séchage à l'abri de la lumière vive

Il y a évaporation uniquement de l'eau et pas des produits volatils. C'est pourquoi la composition et le rendement en huile essentielle ne sont pas influencées [2].

III.5.2 Séchage au soleil

Les feuilles du myrte exposées au soleil durant le séchage, prennent peu à peu une coloration rouge. Une étude antérieure a révélé, que le rendement en huile essentielle du myrte baisse de 15 % en 30 jours [2], ce qui indique la perte en produits volatils en plus de l'eau.

Le séchage au soleil, conduit aussi à une modification de la composition de l'huile essentielle du myrte [2].

Il faut noter aussi, que la durée de séchage est un des paramètres importants influençant sur le rendement en huile essentielle [2].

III.6. HYDROLYSE

Lors des extractions et quelle que soit la méthode utilisée, il y a toujours un contact prolongé à chaud entre l'huile extraite et l'eau. Les conditions sont susceptibles de modifier la proportion des produits extraits, notamment des esters, qui peuvent être partiellement hydrolysés, et les terpènes qui subissent facilement des isomérisations et hydratations en milieu aqueux acide [2].

III.7. EFFET DE LA TEMPERATURE

Au début d'une distillation, la température est faible, par conséquent la vapeur ne peut entraîner que les constituants très volatils.

Ensuite, elle augmente graduellement et les constituants dont le point d'ébullition est élevée, sont vaporisés. Ces derniers deviennent prédominants dans la vapeur et la composition de l'huile diffère de celle obtenue au début.

Pratiquement tous les constituants des huiles essentielles sont instables à haute température, par conséquent il est nécessaire de maintenir cette dernière, la plus basse possible pendant la distillation pour obtenir une meilleure qualité d'huile [26].

*
* CHAPITRE IV *
*

EXTRACTION PAR SOLVANTS ORGANIQUES VOLATILS

Le procédé d'extraction par solvants organiques a été utilisé pour la première fois par ROBIQUET en 1835. Il est l'un des procédés les plus simples et très utilisé pour l'extraction des concrètes, résinoïdes et absolus.

L'utilisation de l'extraction par solvant organique est parfois préférée à l'entraînement à la vapeur d'eau, afin d'éviter la décomposition des constituants des huiles essentielles, se dégradant à température élevée [30].

IV.1. PRINCIPE

Il consiste en l'immersion de la matière végétale dans le solvant. Le plus souvent l'opération est réalisée à température ambiante pour éviter une éventuelle modification ou altération dans les structures moléculaires de l'extrait.

Le solvant chargé appelé miscella est récupéré et filtré. Le produit obtenu après évaporation du solvant est appelé concrète [22].

Dans la pratique, plusieurs paramètres influent sur le rendement en concrète parmi lesquels : la nature du solvant et la durée d'extraction.

IV.2. NATURE DU SOLVANT [31,32]

La pénétration cellulaire et la sélectivité sont parmi les qualités les plus exigées pour le choix du solvant.

D'autre part, il est souhaitable que le solvant doit être :

- chimiquement inerte à l'égard de la concrète
- ininflammable
- avoir un point d'ébullition assez bas pour le distiller
- peu coûteux

IV.3. DUREE D'EXTRACTION

Le temps laissé au solvant, pour extraire la totalité des substances odorantes, est un compromis entre le rendement et la qualité de la concrète [30].

*
* CHAPITRE V *
*

PARTIE EXPERIMENTALE

Les travaux menés jusqu'à présent sur le *Myrtus Communis* L concernent la plante du Maroc et d'Espagne [2,15].

La plante d'Algérie n'ayant fait jusqu'à maintenant l'objet d'aucune recherche, nous nous sommes proposées de faire son étude en extrayant son huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau et par hydrodistillation et sa concrète par solvants volatils.

La matière végétale utilisée pour cela, a été récoltée dans la région de Ténès, dont les caractéristiques bioclimatiques (nature du sol, pluviomètre, ...) sont représentées dans le tableau 7.

Quelques définitions sont bien utiles, avant d'examiner cette partie expérimentale.

TABLEAU 7

CARACTERISTIQUES BIOCLIMATIQUES DE LA STATION DE RECOLTE

R E G I O N D E T E N E S	
STATION	TIRERAR
Localisation	4 km à l'Est de Ténès sur la route d'Alger
Altitude (m)	25
Environnement	Pins maritimes
Nature du sol	silicieux
Pluviométrie annuelle (mm)	442.1
Température moyenne	
* M °c	21.8
** m °c	13.2
Humidité (%) moy. annuelle	54
Etage climatique	Sub-humide

Source : station météorologique Ténès

* M : moy. des mois chauds

** m : moy. des mois froids

* Rendement en HE

Il est défini comme étant le rapport entre la masse d'HE obtenue et la masse de matière végétale traitée.

$$R_{HE} (\%) = \frac{g}{G} \times 100$$

avec g : masse de l'HE (g)

G : masse de la matière végétale traitée (g).

* Courbes de distillation [22,33]

Deux types de courbes sont généralement utilisées, pour caractériser la cinétique de l'huile essentielle:

- la courbe totale représente la variation de la quantité de l'huile essentielle recueillie en fonction de la durée d'extraction. Elle est constituée (figure 7) de deux parties correspondant chacune à une phase distincte du processus.

* la partie I ascendante correspond à la distillation de l'HE située à la surface de la matière végétale, s'effectuant à une vitesse importante et constante jusqu'à épuisement de l'huile essentielle.

* la partie II presque parallèle à l'axe des abscisses illustre la phase suivante, au de laquelle l'hydrodiffusion et (ou) la résorption de l'HE absorbée lors de la première phase deviennent prédominantes. Du fait que ces deux phénomènes sont lentes, la courbe atteint un palier.

- Les histogrammes (figure 8) traduisent la variation de la masse de l'HE récupérée à des intervalles réguliers du temps, ils fournissent des informations concernant non seulement la cinétique du processus, mais encore la composition de l'HE.

Un maximum situé au début de l'histogramme indique la présence dans l'HE d'HC terpénique en grande proportion. Dans le cas où le maximum n'est pas très élevé et apparaît vers le milieu de la courbe; l'huile essentielle est riche en dérivés oxygénés.

De plus, l'histogramme permet de déterminer la fin du processus, qui coïncide avec le point (temps) pour lequel la courbe tend asymptotiquement vers l'axe des abscisses.

FIGURE 7 ET 8 : Representation sous forme de courbe totale et d'histogramme

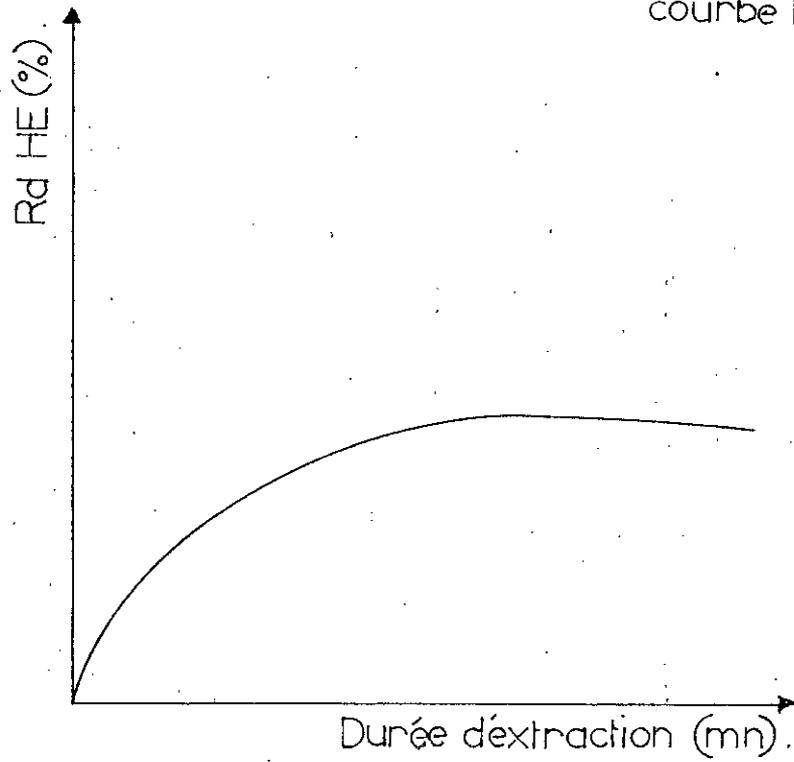


Fig 7.

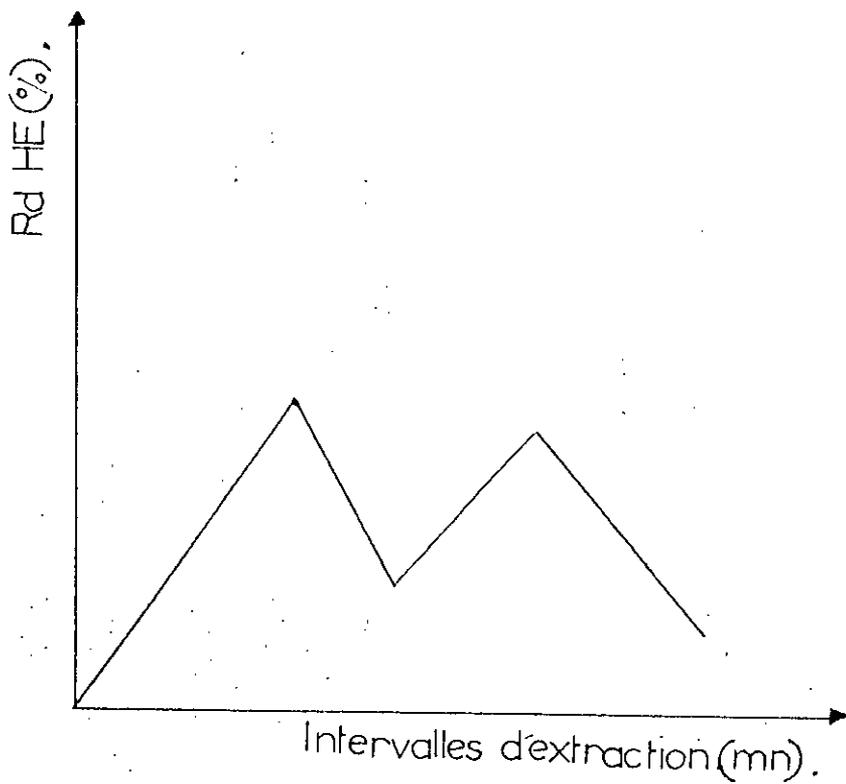


Fig 8.

V.1. EXTRACTION DE L'HE DU MYRTE PAR ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU

Des feuilles de *Myrtus Communis* L. ont été soumises à une extraction par entraînement à la vapeur d'eau afin de récupérer l'huile essentielle.

V.1.1. Mode opératoire

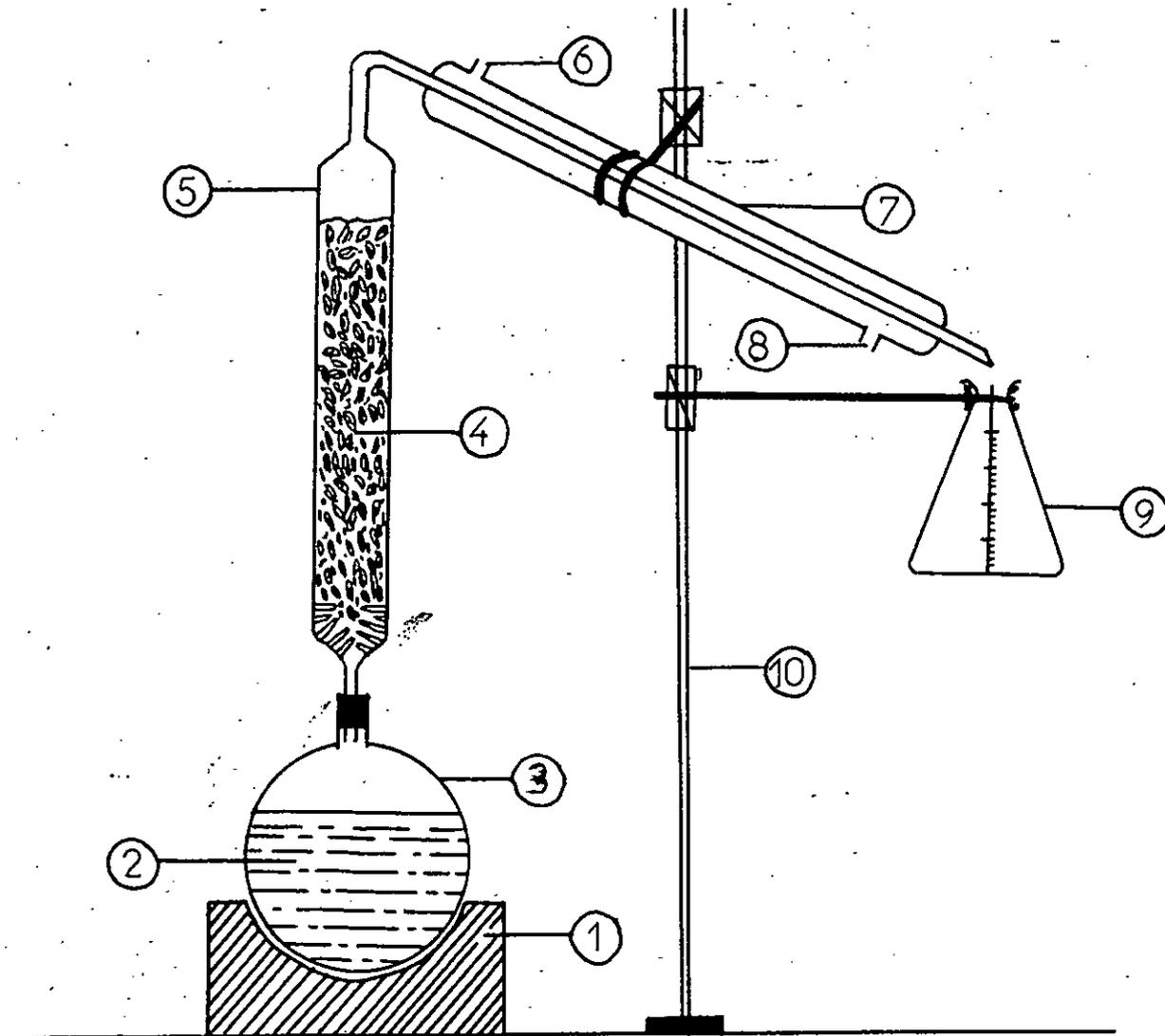
Le mode opératoire adopté pour un entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle laboratoire est le suivant :

La matière végétale est introduite dans la colonne (figure 9) surmontant le ballon, que nous l'avons rempli par de l'eau.

Nous portons l'ensemble à l'ébullition en branchant le chauffe ballon. La vapeur envoyée dans la colonne, traverse la matière végétale. Chargée d'HE, elle passe dans le réfrigérant où elle est condensée.

Le distillat est ensuite recueilli par fractions séparées à différentes intervalles de temps jusqu'à la fin du temps d'extraction.

L'huile essentielle est séparée de l'eau par simple décantation à l'aide de l'éther diéthylique, et récupérée dans des tubes à essai.



- ① - Chauffe.
- ② - Solvant (eau).
- ③ - Ballon.
- ④ - Matière végétale.
- ⑤ - Colonne.
- ⑥ - Sortie d'eau.
- ⑦ - Réfrigérant.
- ⑧ - Entrée d'eau.
- ⑨ - Erlenmeyer.
- ⑩ - Statif.

FIG 9: MONTAGE D'ENTRAÎNEMENT A LA VAPEUR D'EAU.

V.1.2. Influence de la durée d'extraction sur le rendement en HE

Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau 8.

L'huile obtenue est incolore et d'odeur agréable.

A titre indicatif, les rendements obtenus par la plante du Maroc [2] (0,2% - 0,3%) et d'Espagne [15] (0,4% - 0,5%); le myrte utilisé donne un meilleur rendement (0,67%).

La courbe donnant la variation du rendement en fonction du temps (figure 10), peut être divisée en ^{très} deux parties, une partie ascendante allant de 0 à 45 mn et une seconde partie pratiquement parallèle à l'axe des temps de 45 mn jusqu'à la fin du processus.

et de la seconde

Lors de la première étape nous observons une rapide augmentation du rendement en HE, plus de 95,8% de l'huile est extraite, ceci pourrait s'expliquer par le fait que les glandes contenant l'huile se situent à la surface de la matière végétale, ce sont donc des glandes exogènes facilement accessibles par la vapeur d'eau.

troisième

La ~~deuxième~~ étape est caractérisée par une très faible variation du rendement, la quasi-totalité de l'huile ayant été extraite pendant la première étape *et de la seconde*.

En se basant sur les résultats de cette expérience, la durée d'extraction a été fixée à 2 h pour les essais suivants.

V.1.3. Etude de la cinétique d'extraction de HE du myrte
par entraînement à la vapeur d'eau

Afin de mieux mettre en évidence les ^{trois} ~~deux~~ étapes du processus d'entraînement à la vapeur d'eau, nous avons tracé les variations du $\log \left(1 - \frac{x}{x_{\infty}}(t) \right)$ en fonction de la durée d'extraction et déterminer les constantes de vitesse.

La courbe $\log \left(1 - \frac{x}{x_{\infty}}(t) \right) = f(t)$, (figure 11) confirme bien que l'entraînement à la vapeur d'eau des feuilles du myrte se fait en ~~deux~~ ^{trois} étapes :

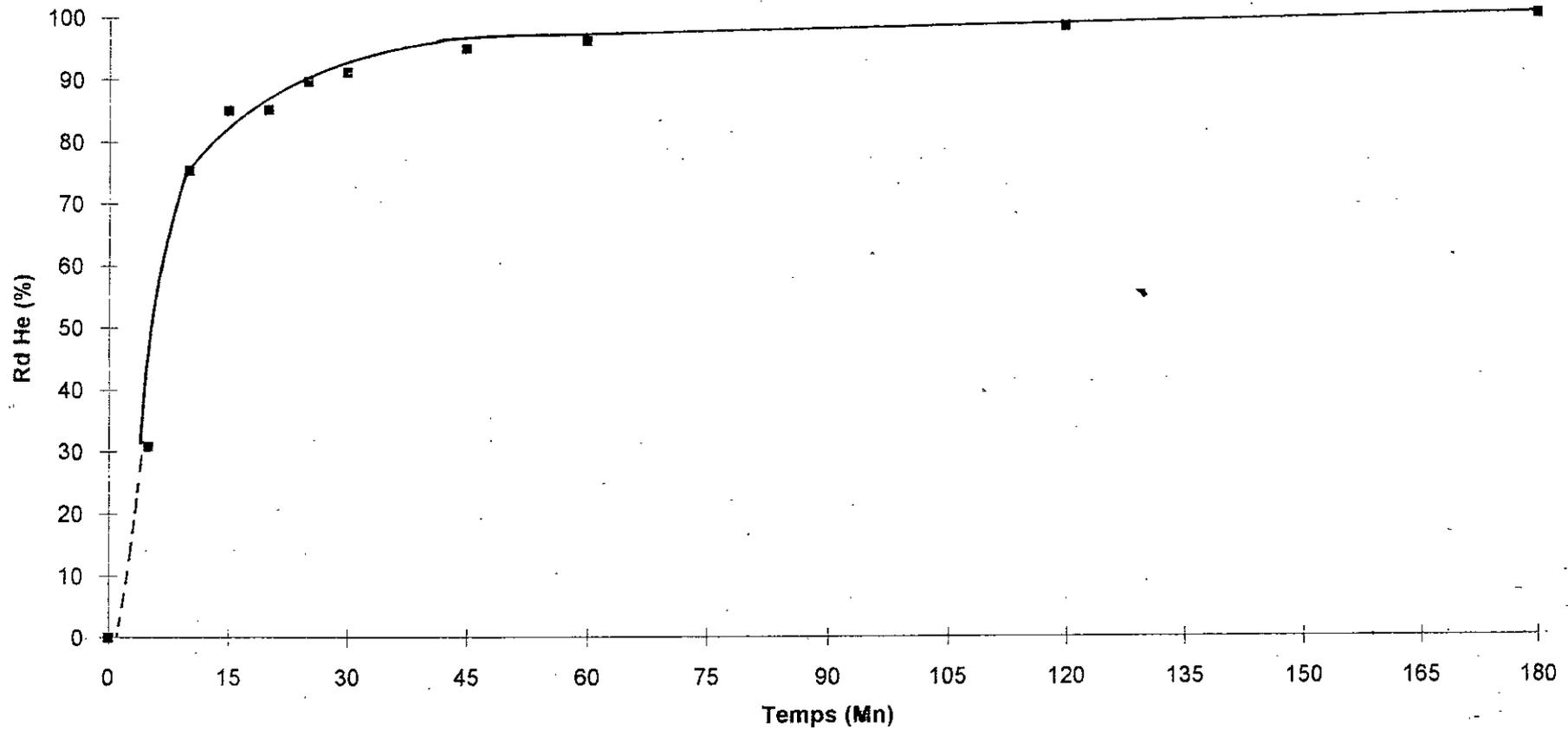
une première étape avec une constante de vitesse égale à $k_1 = 0,036 \text{ min}^{-1}$,
une seconde avec une constante de vitesse $k_2 = 0,011 \text{ min}^{-1}$
et une 3^e étape avec une constante de vitesse $k_3 = 0,01 \text{ min}^{-1}$

En conclusion, nous pouvons dire que l'entraînement à la vapeur d'eau des feuilles de Myrtus Communis L peut être assimilé à un modèle cinétique du premier ordre.

Tableau 8 : Résultats de l'entraînement à la vapeur d'eau.

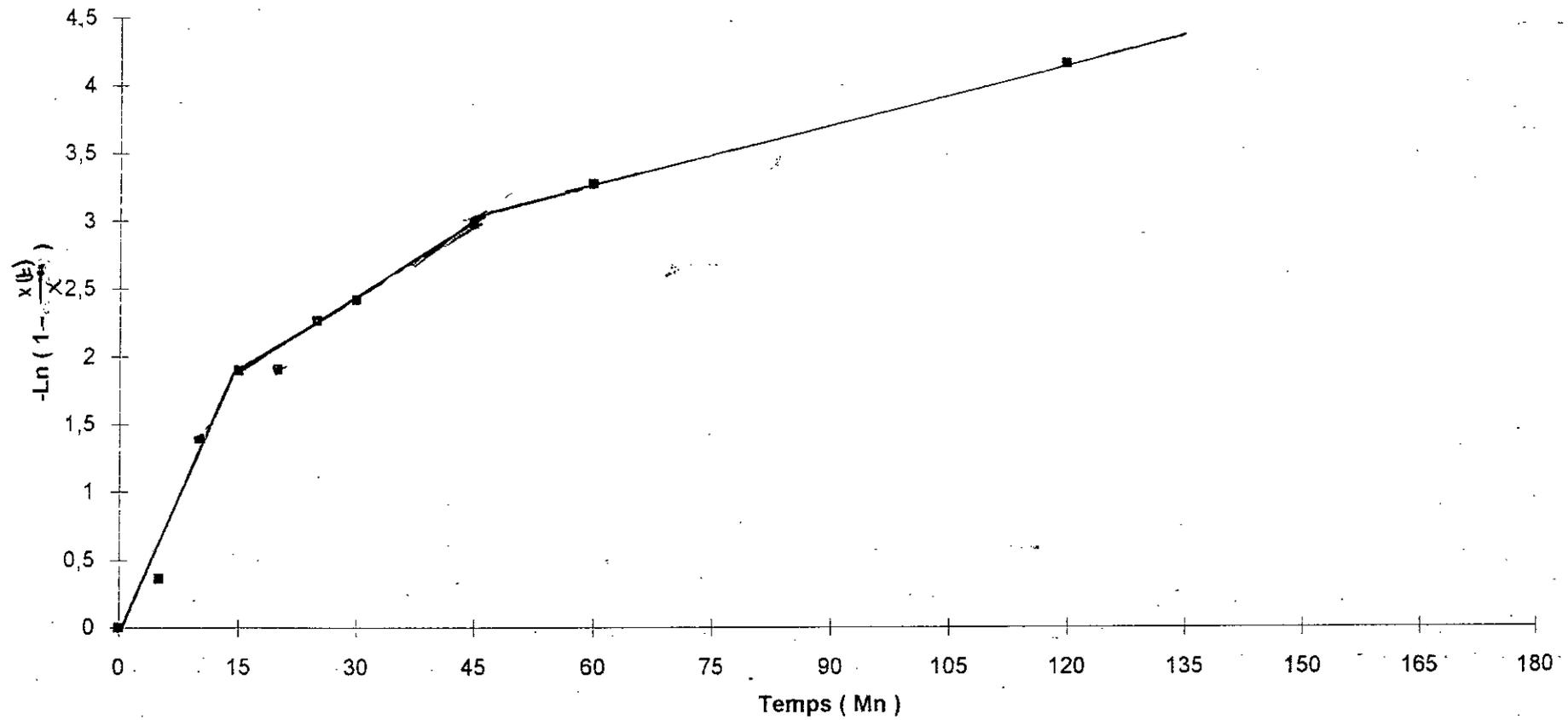
temps (mn)	5.0	10.0	15.0	20.0	25.0	30.0	45.0	60.0	120.0	180.0
HE(%) extraite.	30,78	59,78	85,87	92,34	94,14	94,77	95,84	97,15	98,43	100,00

Fig 10: Rendement de He Vs Temps d'extraction



ETUDE CINETIQUE de l'entraînement à la vapeur d'eau.

Fig 17 : $-\ln \left(1 - \frac{x(t)}{x} \right)$ Vs Temps



V.1.4. Influence de quelques paramètres sur le rendement en HE obtenue par entraînement à la vapeur d'eau

Des études menées sur différentes plantes aromatiques et médicinales (l'armoise [30], myrte [2], le thym et basilic [34]) ont montré que le rendement en HE obtenu par entraînement à la vapeur d'eau est affecté par plusieurs paramètres tels que : le débit de vapeur, la quantité de matière végétale utilisée, la période de végétation, la durée de stockage, etc...

Dans cette étude nous nous sommes intéressés à l'influence de certains paramètres sur le rendement en HE obtenu par entraînement à la vapeur d'eau.

V.1.4.1. Influence du stockage sur le rendement en HE

Afin de mettre en évidence l'influence du stockage sur le rendement en HE, des feuilles de myrte fraîches et conservées à l'air libre et à l'abri du soleil pendant une semaine ont été soumises à un entraînement à la vapeur d'eau pendant 2 h.

Les résultats sont donnés dans le tableau 9

Durée de stockage	Plante fraîche	1 semaine de stockage
RHE (%)	0,67	0,15

Tableau 9 : influence de la durée de stockage sur le rendement en HE.

Nous remarquons que le stockage de la plante pendant une semaine entraîne une diminution du rendement en huile de 77,6%. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que les glandes contenant l'huile étant exogènes, l'huile a tendance à s'évaporer en même temps que la plante se dessèche ce qui entraîne une diminution de la qualité de l'huile extraite.

Il est à noter qu'une étude analogue faite sur l'Artémisia, herba-alba [22], a abouti à des résultats similaires.

En conclusion, nous pouvons dire, que cet étude met en évidence l'effet négatif du stockage sur le rendement en HE. Donc la plante devra être utilisée fraîche afin d'obtenir de bons rendements.

V.1.2.4.2. Influence de la période de végétation sur le rendement en HE

Des travaux menés sur Myrtus Communis L du Maroc [2], ont montré que le rendement en huile essentielle est affecté par le stade de développement végétatif de la plante.

Afin de mettre en évidence l'influence de ce paramètre sur le rendement en huile de notre plante, des échantillons de feuilles de Myrtus Communis provenant de la région de Ténès cueillis à trois période différentes du végétatif ont été soumis à un entraînement à la vapeur d'eau pendant 2 h.

Période de végétation	Mars	Avril	Mai
Masse de matière végétale	82	80	80
débit de vapeur ml/mn	4,5	4,0	4,4
RDHE (%)	0,67	traces	traces

Tableau 10 : influence de la période de végétation sur le rendement en HE.

* Résultats et discussion

Les résultats obtenus montrent une importante variation du RHE d'une période à une autre.

Les conditions opératoires étant pratiquement identiques, nous pensons que ces variations sont liées à la matière végétale. En effet, nous avons remarqué que la taille des feuilles n'était pas la même pour les trois échantillons utilisés. Le premier lot (mars 94) constitué de grandes feuilles donc à un stade avancé de végétation alors que les deux derniers lots étaient constitués de petites feuilles donc en début de végétation.

Ces résultats n'étant pas suffisant pour conclure, il est nécessaire d'approfondir ces recherches afin de bien mettre en évidence l'influence du cycle végétatif sur le rendement en HE et de déterminer la meilleure période cueillette de la plante pour une éventuelle exploitation.

V.2. EXTRACTION DE L'HE DU MYRTE PAR HYDRODISTILLATION

Des feuilles de *Myrtus Communis* L ont été soumises à une extraction par hydrodistillation afin de récupérer l'huile essentielle.

Pour la réalisation de ce procédé à l'échelle laboratoire nous avons utilisé le montage représenté par la (figure 12).

* Les conditions opératoires ainsi choisies sont les suivantes :

- masse de la matière végétale : 80 g
- temps d'extraction : 3 h
- Débit de vapeur d'eau : 2.78 ml/mn

V.2.1. Mode opératoire

Le mode opératoire adopté pour l'hydrodistillation est le suivant :

La matière végétale est introduite dans un ballon rempli d'eau.

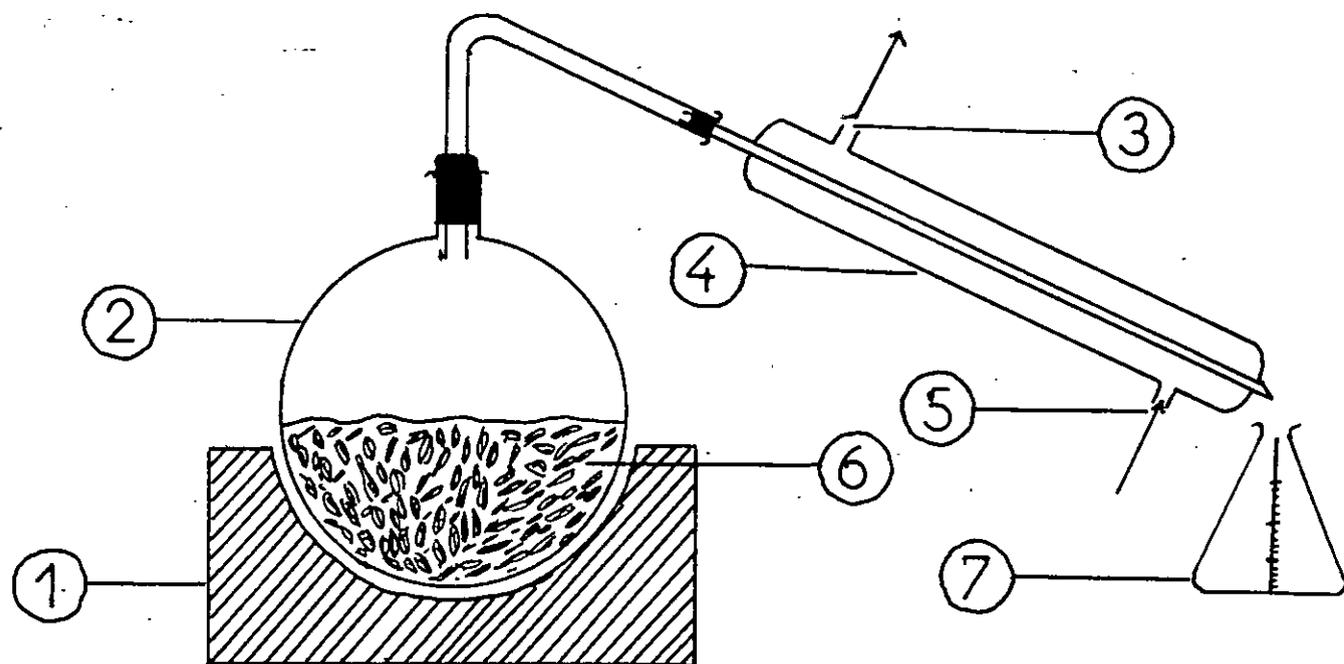
La matière végétale doit baigner bien dans l'eau.

Nous portons l'ensemble à l'ébullition en branchant le chauffe ballon.

La vapeur chargée d'HE traverse le coude et sera condensée dans le réfrigérant.

Le distillat est ensuite recueilli par fraction séparées à différents intervalles de temps jusqu'à la fin du procédé.

L'HE est séparé de l'eau par simple décantation à l'aide de l'ether diéthylique, et récupérée dans des tubes à essai.



- ① — Chauffe ballon.
- ② — Ballon.
- ③ — Sortie d'eau.
- ④ — Réfrigérant.
- ⑤ — Entrée d'eau.
- ⑥ — Matière végétale.
- ⑦ — Erlenmeyer.

FIG12: MONTAGE DE L'HYDRODISTILLATION.

V.2.2. Résultats et discussion

L'huile présente à l'état de traces dans le distillat n'a pu être récupérée, le rendement n'a donc pu être déterminé.

Nous pensons que ce résultat est dû au fait que le débit de la vapeur était faible (2.78 ml/mn) et insuffisant pour entraîner l'huile contenue dans la plante.

Nous proposons d'approfondir cette étude en utilisant des débits importants afin de confirmer ou d'infirmier notre hypothèse.

V.2. EXTRACTION DE LA CONCRETE PAR SOLVANTS VOLATILS

La concrète de Myrtus Communis L n'ayant fait l'objet d'aucun travail auparavant, nous avons essayé d'entreprendre cette étude afin d'avoir une meilleure connaissance de cette concrète.

Nous avons envisagé deux méthodes d'extraction par solvants volatils :

- Extraction ^{statique} par solvants volatils à froid
- Extraction sur soxhlet.

Par ailleurs, nous avons aussi étudié l'influence que peuvent avoir quelques facteurs sur le rendement en concrète.

V.3.1. Extraction sur soxhlet

Nous avons réalisé ce procédé en utilisant le montage représenté par la figure 13.

* Les caractéristiques générales sont :

- Récolte du 27.02.94
- Essai réalisé le : 22.03.94
- Matériel végétal utilisé : feuilles
- Solvant : n-hexane

* Les conditions opératoires ainsi choisies sont les suivantes :

- Masse du matériel végétal : 8.0g
- Volume du solvant : 500ml
- Temps d'extraction : Infini (*épuisement complet de la plante*)

V.3.1.1. Mode opératoire

Le mode opératoire adopté pour l'extraction sur soxhlet est le suivant :

La matière végétale pesée est introduite dans le récipient du soxhlet (la cartouche).

Après avoir rempli le ballon avec du solvant (n-hexane : point d'ébullition 69°C), et assemblé le montage (figure 13), nous portons l'ensemble à ébullition en branchant le chauffe ballon.

V.3.1. Extraction sur soxhlet

Nous avons réalisé ce procédé en utilisant le montage représenté par la figure 13.

* Les caractéristiques générales sont :

- Récolté du 27.02.94
- Essai réalisé le : 22.03.94
- Matériel végétal utilisé : feuilles
- Solvant : n-hexane

* Les conditions opératoires ainsi choisies sont les suivantes :

- Masse du matériel végétal : 8.0g
- Volume du solvant : 500ml
- Temps d'extraction : Infini (*épuisement complet de la plante*)

V.3.1.1. Mode opératoire

Le mode opératoire adopté pour l'extraction sur soxhlet est le suivant :

La matière végétale pesée est introduite dans le récipient du soxhlet (la cartouche).

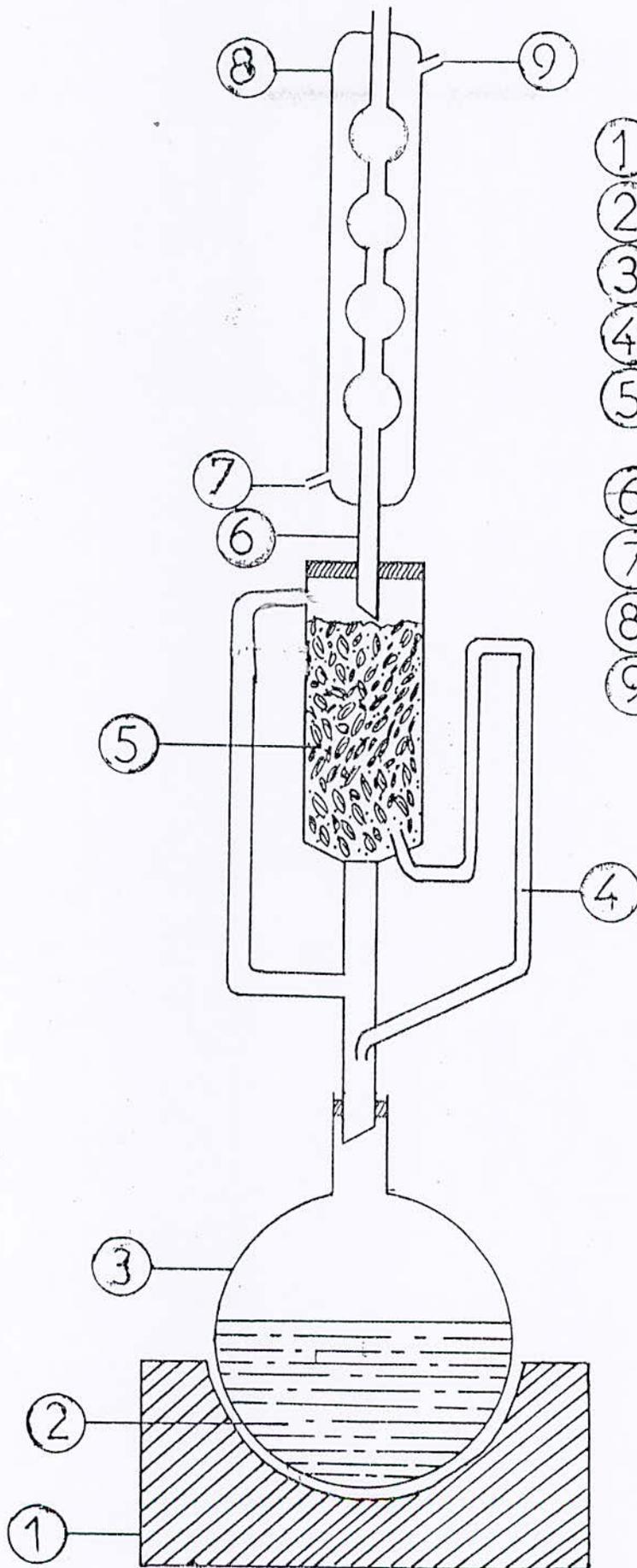
Après avoir rempli le ballon avec du solvant (n-hexane : point d'ébullition 69°C), et assemblé le montage (figure 13), nous portons l'ensemble à ébullition en branchant le chauffe ballon.

La condensation des vapeurs de solvant dans le réfrigérant, fait apparaître des gouttelettes, qui s'écoulent dans le récipient du soxhlet, et entre en contact avec le matériel végétal.

Quand le solvant condensé atteint son plus haut niveau, il retourne par un trop-plein ou par siphonnage dans le ballon, et le cycle évaporation-condensation se poursuit jusqu'à épuisement complet de la matière végétale.

Le miscella (extrait + solvant) est recueilli dans le ballon.

La concrète est récupérée, après la distillation atmosphérique du solvant.



- ① Chauffe ballon.
- ② Solvant+mat extraite.
- ③ Ballon.
- ④ Siphon.
- ⑤ Matière végétale.
- ⑥
- ⑦ Entrée d'eau.
- ⑧ Réfrigérant.
- ⑨ Sortie d'eau.

FIG13: MONTAGE DE L'EXTRACTION
SUR SOXHLET.

V.3.1.2. Résultats et discussion

L'extraction sur soxhlet donne un rendement de 1.31% en concrète par rapport au matériel végétal ~~frais~~ *humide*.

Le taux d'humidité, n'a pu être mesuré pour des raisons pratiques.

L'extraction sur soxhlet, est une technique qui se fait à chaud, cela veut dire qu'il y a influence de la température.

L'élévation de la température, régulée par la puissance de chauffe, permet généralement l'accroissement de la solubilité et de la diffusivité du soluté (concrète) dans le solvant, ainsi que la diminution de la viscosité de la solution. Ceci pouvait expliquer le rendement, en concrète élevé, obtenu.

Toutefois, il faut souligner, que la température opératoire est limitée par les risques de dégradation thermique du soluté.

La concrète obtenue a été analysée par CPG et par CG/SM.

V.3.2. ^{statique} EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS A FROID

Nous avons procédé à l'extraction de la concrète par solvants volatils à froid, en utilisant du matériel végétal ~~frais~~ *humide*.

Nous avons étudié également, l'influence de quelques paramètres sur le rendement en concrète.

V.3.2.1. Mode opératoire

Le mode opératoire adopté pour l'extraction de la concrète par solvants volatils est le suivant :

Introduire de la matière végétale pesée, dans un Erlen.
Remplir l'Erlen par un volume de solvant, ce dernier doit couvrir tout le matériel végétal. L'Erlen est ensuite isolé hermétiquement par un bouchon en liège.

Après écoulement du temps d'extraction fixé par l'étude, nous recueillons le miscella dans un ballon.

La concrète est récupérée, après la distillation atmosphérique du solvant.

Pour l'étude de l'influence de l'agitation, nous avons utilisé une plaque agitatrice (Figure 15).

V.3.2.2. Influence de la nature du solvant sur le rendement en concrète

Nous avons procédé à cette étude, en suivant le mode opératoire décrit auparavant.

* Les caractéristiques générales sont :

- Récolte du 16.04.94
- Essai réalisé le : 26.04.94
- Matériel végétal : feuilles
- Solvants : cinq solvants différents ont été utilisés n-hexane, dechloromethane, Ether de pétrole, ethanol et acétone.

* Les conditions opératoires, ainsi choisies sont les suivantes :

- Masse du matériel végétal : 20 g
- Volume du solvant : 200 ml
- Temps d'extraction : 24 h
- Taux d'humidité : H = 25.91%
- Vitesse d'agitation : $V = 0$ tr/min.

* Résultats et discussion

Les résultats de l'influence de la nature du solvant sur le rendement en concrète, sont illustrés dans le tableau 11.

TABLEAU 11

Influence de la nature du solvant
sur le rendement en concrète

Solvant	Ether de pétrole 40° - 60°	n- hexane	dichlorométhane	Ethanol
Rc (%)	0.21	0.26	1.11	11.61

Nous constatons, que l'Ethanol donne un rendement élevé en concrète de 11.61 % par apport aux autres solvants, ceci explique sa non sélectivité et sa grande capacité de dissolution.

Nous remarquons que l'ether de pétrole (40° - 60°) et le n-hexane donnent des rendements en concrète voisins, moins importants que ceux obtenus par les autres solvants. Nous pensons que ces différences sont dûes à la différence de polarité, ce qui influe sur leur sélectivité et donc sur la nature des produits extraits.

Notons que l'Acétone donne un rendement de 14.88 % que nous ne pouvons pas comparer avec les autres essais qui ont été réalisés dans des conditions opératoires différentes.

Il reste que le choix du solvant repose en premier lieu sur l'usage auquel est destinée la concrète

V.3.2.3. Influence du taux d'humidité sur le rendement en concrète

Les taux d'humidité ont été mesurés, en utilisant l'appareil de DEAN et STARCK (Figure 17 en annexe).

* Les caractéristiques générales de l'étude de ce phénomène sont les suivantes :

- Récolte du 16.04.94
- Solvant : n-hexane
- Matériel végétal : feuilles.

* Les conditions opératoires choisies, sont les suivantes :

- Masse du matériel végétal : 15 g
- Volume du solvant : 200 ml
- Temps d'extraction : 24 h
- Vitesse d'agitation : $V: 0 \text{ tr/mn}$.

* Résultats et discussion

Les résultats de l'influence du taux d'humidité sur le rendement en concrète, sont regroupés dans le tableau 12.

TABLEAU 12

Influence du taux d'humidité
sur le rendement en concrète

H (%)	15.84	26.10	35.88
Rc (%)	1.06	0.83	0.28

Ils ont été obtenus dans les mêmes conditions opératoires citées auparavant.

Nous remarquons, que le rendement en concrète augmente quand le taux d'humidité diminue. En effet, pour une diminution de 20% de H, le Rc augmente de 70%. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que l'eau contenu dans le tissu végétale, de par son immiscibilité empêche la diffusion du solvant au sein de la planète.

D'une autre manière, un matériel végétal sec donne un rendement en concrète meilleur que celui obtenu à partir d'un matériel végétal frais.

Ceci explique que la diffusivité est inversement proportionnel à la teneur en eau du solide.

Des résultats analogues ont été observés lors de travaux menés sur deux espèces d'Armoise [35].

V.3.2.4. Influence de l'agitation sur le rendement en concrète

Nous avons réalisé cette étude en utilisant le montage représenté par la figure 14.

* Les caractéristiques générales de l'étude de ce paramètre sont les suivantes :

- Récolte du 16.04.94
- Solvant : n-hexane
- Matériel végétal : feuilles

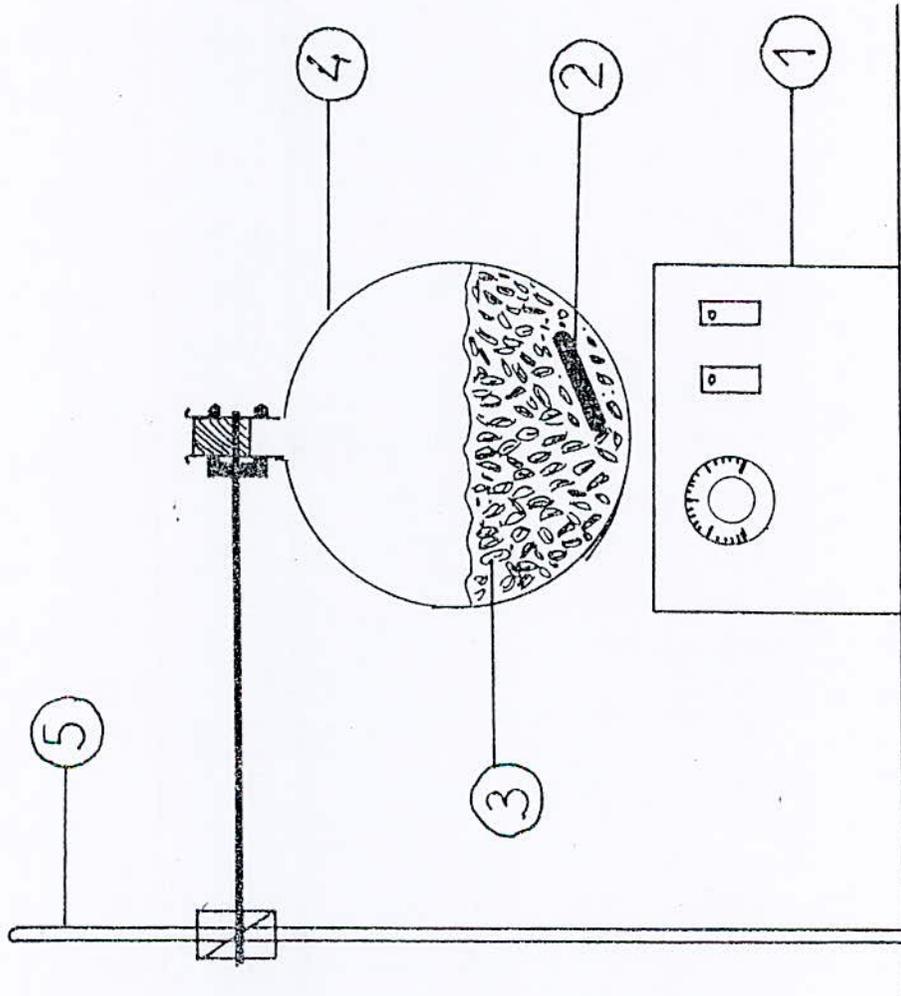
* Les conditions opératoires ainsi choisies, sont les suivantes :

- Masse matériel végétal : 15 g
- Volume du solvant : 200 ml
- Taux d'humidité : 26.1%
- Les vitesses choisies :
 1. 0 tr/mn
 2. 250 tr/mn
 3. > 250 tr/mn

TABLEAU 13

Influence de la vitesse d'agitation
sur le rendement en concrète

Vitesse d'agitation (tr/mn)	0	250	250 <math><v>500</math>
Rc (%)	0.16	0.31	0.33



- ① — Plaque agitatrice.
- ② — Barreau magnétique.
- ③ — Matière végétale + solvant.
- ④ — Ballon.
- ⑤ — Statif.

FIG14 : MONTAGE DE L'ÉTUDE DE L'INFLUENCE DE L'AGITATION.

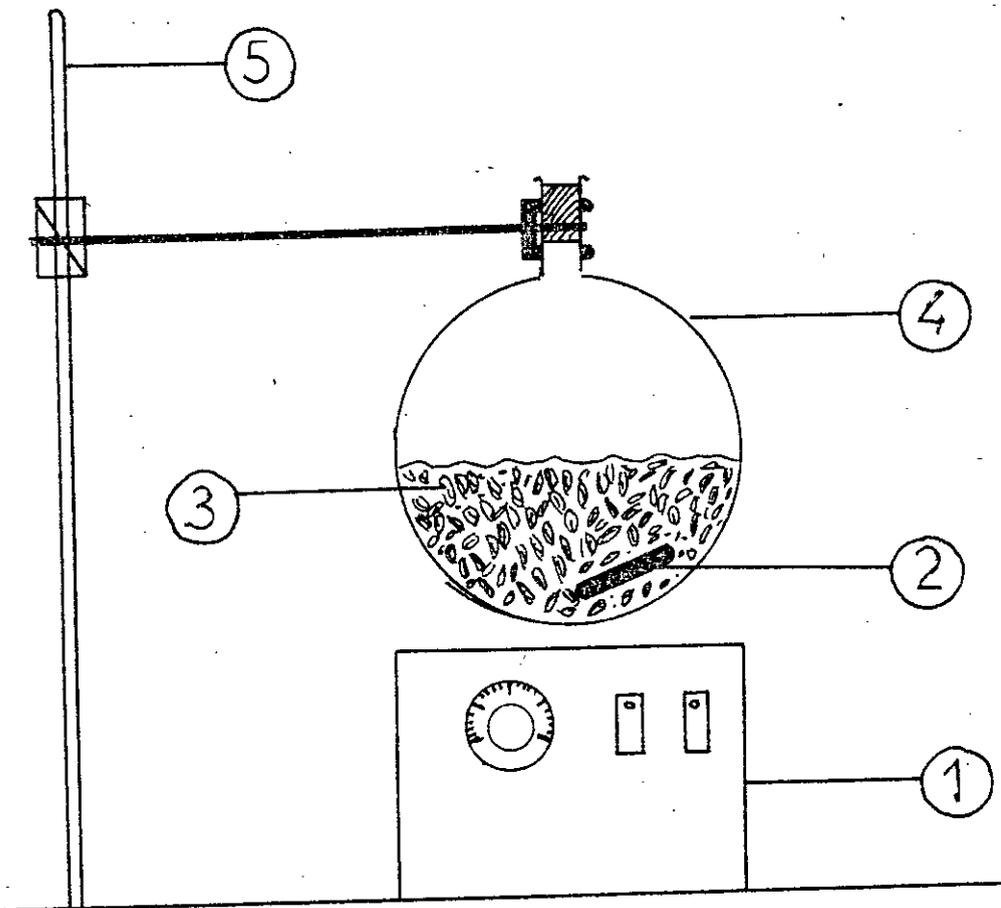
* Résultats et discussion

Les résultats de l'influence de l'agitation, sont présentés dans le tableau 13. Ces résultats ont été obtenus dans les mêmes conditions opératoires.

L'examen de ces résultats, nous fait remarquer, que le rendement en concrète augmente en fonction de la vitesse l'agitation.

En effet, pour une vitesse nulle, nous avons un rendement de 0.15%, ce dernier augmente de deux fois (0.31%) en atteignant une vitesse d'agitation de 250 tr/mn. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que l'agitation permet un meilleur contact entre le solvant et la matière végétale entraînant une augmentation de la diffusivité au sein de la plante.

Nous n'avons pas atteint la vitesse de 500 tr/mn, car cela entraînerait de mauvaises conditions de réalisation de l'essai (une partie de la matière végétale ne baignerait plus dans le solvant et serait collée aux parois du ballon).



- ① — Plaque agitatrice.
- ② — Barreau magnétique.
- ③ — Matière végétale + solvant.
- ④ — Ballon.
- ⑤ — Statif.

FIG14 : MONTAGE DE L'ETUDE DE L'INFLUENCE DE L'AGITATION.

* Résultats et discussion

Les résultats de l'influence de l'agitation, sont présentés dans le tableau 13. Ces résultats ont été obtenus dans les mêmes conditions opératoires.

L'examen de ces résultats, nous fait remarquer, que le rendement en concrète augmente en fonction de la vitesse l'agitation.

En effet, pour une vitesse nulle, nous avons un rendement de 0.15%, ce dernier augmente de deux fois (0.31%) en atteignant une vitesse d'agitation de 250 tr/mn. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que l'agitation permet un meilleur contact entre le solvant et la matière végétale entraînant une augmentation de la diffusivité au sein de la plante.

Nous n'avons pas atteint la vitesse de 500 tr/mn, car cela entraînerait de mauvaises conditions de réalisation de l'essai (une partie de la matière végétale ne baignerait plus dans le solvant et serait collée aux parois du ballon).

*
* CHAPITRE VI *
*

VI.1. CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE [36,37]

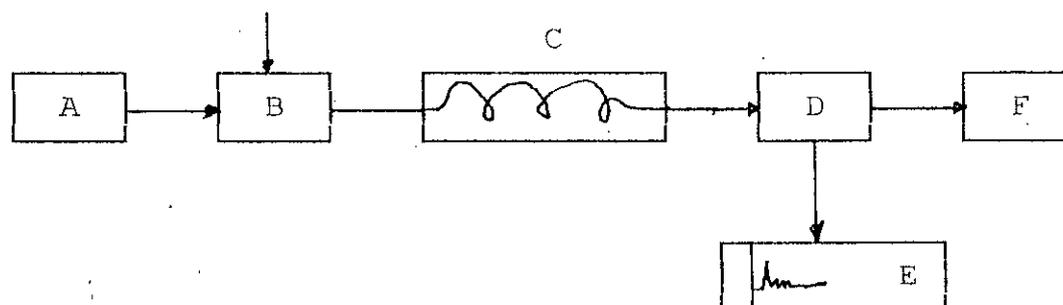
Elle est une application de deux principes :

Chromatographie d'absorption et la chromatographie de partage.

La CPG est destinée à séparer les composés gazeux.

Les améliorations apportées peu à peu aux caractéristiques des colonnes, et à la sensibilité des détecteurs, ont permis à la CPG de prendre une place de choix dans les laboratoires de recherches et de contrôle pour l'étude des composés gazeux ou gazeifiables.

La figure 15 représente le principe d'un chromatographe en CPG



- A. Réserve de gaz vecteur
- B. Introduction de l'échantillon
- C. Colonne
- D. Détecteur
- E. Enregistreur
- F. Débitmètre

VI.1.1. APPAREILLAGE EN CPG

La figure 14 montre un chromatographe qui est composé principalement d'une chambre d'injection, d'une colonne de séparation et un système de détection.

La réserve de gaz vecteur est une bouteille de gaz sous pression avec un dispositif de régulation du débit gazeux.

VI.1.1.1. Gaz vecteur

C'est un gaz pur ou un mélange de gaz, il doit être inerte c'est à dire qu'il ne réagit pas chimiquement, comme exemples : l'hélium, hydrogène, gaz carbonique, azote et argon, comme mélange gazeux on utilise l'hélium-azote et hydrogène-azote.

Il faut toujours choisir un gaz vecteur dont une propriété physique au moins qui est très différente de celle du soluté à analyser. En effet, la détection de ce soluté sera possible grâce à cette différence de propriété physique.

VI.1.1.2. Débitmètre

Il doit mesurer des débits relativement faibles (de l'ordre de quelques millilitres par minute) avec une précision correcte.

Les types de débitmètres les plus employés sont les suivants :

débitmètre à flotteur, débitmètre à pression différentielle et débitmètre à film de savon.

Pour maintenir constant le débit du gaz vecteur, on utilise généralement à la sortie de la bouteille un manodétendeur à trois étages de détentes.

VI.1.1.3. Chambre d'injection

La colonne est précédée d'une chambre d'injection à température plus élevée, pour faciliter l'évaporation des échantillons.

L'introduction des échantillons dans cette chambre, se fait de manières différentes suivant leur nature (gaz, solides à forte tension de vapeur, solides à tension de vapeur faible).

VI.1.1.4. Colonne

Elle constitue la partie la plus importante où se produit la séparation des constituants.

Elle est alimentée en gaz vecteur par la réserve de gaz, l'introduction du mélange à séparer se fait en tête de colonne. A la sortie de la colonne sont placés les éléments nécessaires à l'analyse : détecteur, débitmètre et l'enregistreur. Il existe deux types de colonnes : colonnes classiques à remplissage et les colonnes capillaires.

VI.1.1.5. Détecteur

Un détecteur est un appareil destiné à déterminer la répartition des constituants à la sortie de la colonne.

Si la séparation est mauvaise, le meilleur détecteur ne l'améliorera pas. Cependant, un détecteur doit posséder un certain nombre de qualités pour être utilisé : stabilité, reproductibilité des résultats et la sensibilité.

VI.2. ETUDE ANALYTIQUE DES EXTRAITS DE MYRTE COMMUNIS L.

Afin d'atteindre la composition chimique des extraits par entraînement à la vapeur d'eau et par solvants volatils de *Myrtus Communis L.*, des échantillons d'HE et de concrètes ont été analysés par CPG.

Ces analyses ont été réalisées sur un chromatographe Pye-Unican série 304 phillips équipé d'un détecteur à ionisation de flamme (FID) et d'un enregistreur-intégrateur.

La colonne utilisée est une colonne capillaire (L=25m; diamètre int = 0,33mm; épaisseur du film = 0,5 u) OV101.

Conditions opératoires

- débits des gaz (ml/mm):

* gaz vecteur : azote : 0,2

* air : 333

* hydrogène : 33

- Températures:

* colonne : 50°C $\xrightarrow{3^\circ/\text{mn}}$ 200°C

* détecteur : 300°C

* injecteur : 200°C

- Atténuation : 4

- Vitesse du papier : 0,5 cm/mn

- Volume injectée : 0,4 ul

VI.2.1. Analyse par CPG de l'HE

Le chromatogramme obtenue est donné par la figure 16. Nous remarquons que le nombre de pic détectés n'est pas très important. Nous pensons que ceci est dû au fait que l'échantillon était trop dilué dans le solvant.

Nous avons tenté d'identifier quelques uns de ces pics par comparaison de leur temps de rétention à ceux de constituants donnés dans la littérature.

Ainsi nous avons pu identifier: le alpha-pinède, le camphène, le p-cymène, le 1,8-cinéole, le linalol et le alpha-terpinéol.

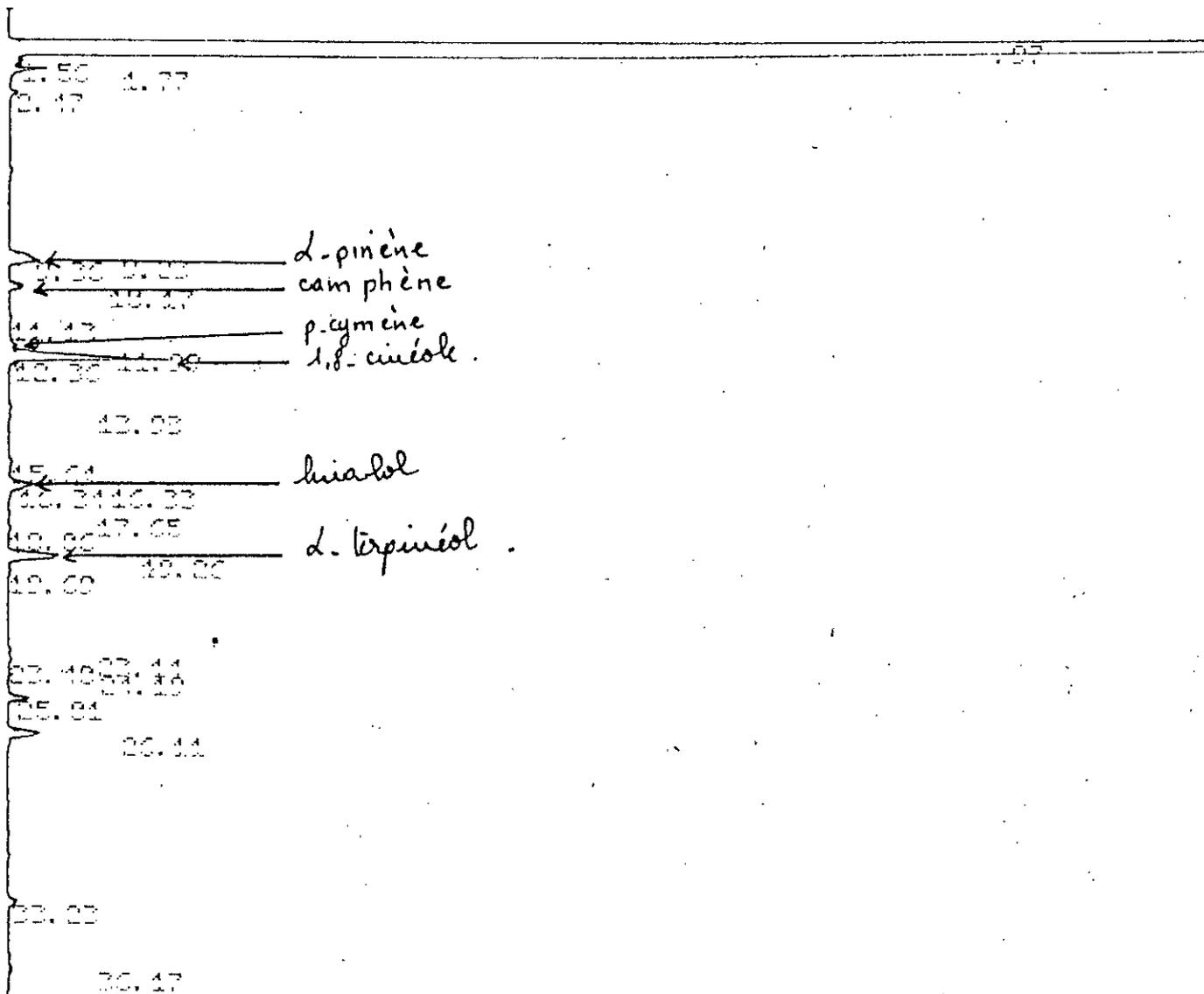
Le composé majoritaire semble être le 1,8-cinéole avec une teneur relative de 35,4 %.

Cette analyse n'étant pas suffisante pour affirmer la présence de ces constituants, nous recommandons de réaliser d'une part d'autres analyses sur une colonne de polarité différente telle qu'une colonne PEG 20 M et d'autre part de soumettre l'HE à des analyses par CG/SM et ceci dans un but de confirmer notre tentative d'identification et d'identifier d'autres composés.

VI.2.2. Analyse par CPG des concrètes obtenues par différents solvant volatils

Vu le nombre insuffisant d'analyses réalisées, seul le 1,8-cinéole a pu être identifié dans les différentes concrètes. Cette étude devrait être approfondie pour une meilleure connaissance de la composition chimique de ces concrètes.

FIGURE 16



Chromatogramme de l'HE obtenue par entraînement à la vapeur d'eau.

*
* CONCLUSION *
*

* Au cours de ce travail nous avons tenté d'obtenir des extraits de *Myrtus Communis* L, de la région de Ténès (à 208 km à l'ouest d'Alger) par entraînement à la vapeur d'eau, hydrodistillation et extraction par solvants volatils.

* L'étude de la cinétique d'entraînement à la vapeur d'eau, nous a permis de constater que la majorité de l'huile essentielle est obtenue pendant les 45 premières minutes du processus, ce qui nous permet de supposer que les glandes contenant l'huile sont exogènes.

* L'influence de certains paramètres sur le rendement en HE a été abordée.

* Ainsi, nous avons pu mettre en évidence l'effet négatif du stockage de la plante à l'air libre et à l'abri du soleil. Nous recommandons dans le cas d'une éventuelle exploitation de la plante, l'utilisation de la plante fraîche afin d'obtenir de bons rendements en huile.

* D'autre part, l'étude de l'influence de la période de végétation sur le rendement en huile, nous a permis de constater une variation de la quantité d'huile extraite apparemment liée au degré de maturation des feuilles utilisées.

* Cette étude devrait être menée sur un cycle végétatif complet pour aboutir à des résultats plus concluants.

* L'étude du procédé d'extraction par hydrodistillation n'a pu être menée à bien, du fait des faibles débits de vapeur dont nous disposions. Il serait souhaitable de développer ce procédé pour une éventuelle comparaison avec le procédé d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau.

* L'extraction par solvants volatils de polarité différentes, nous a permis de constater que les meilleurs rendements en concrète sont obtenus par les solvants oxygénés polaires qui semblent être moins sélectifs que les solvants hydrocarbonés. Ce pendant le choix du solvant est conditionné par l'usage auquel est destiné la concrète.

* Enfin, une tentative d'identification a été réalisée suite à l'analyse par les CPG de l'huile essentielle. Six (6) composés ont été mis en évidence dont le 1,8 - cinéole semble être le majoritaire avec plus de 30%.

* L'analyse par CPG des concrètes n'a abouti qu'à l'identification du 1,8-cinéole dans chacune d'elle.

* Nous recommandons d'approfondir l'étude analytique de ces extraits (HE et concrètes) afin d'en élucider la composition chimique.

* Ce travail n'est qu'une contribution à la connaissance du *Myrtus Communis* L d'Algérie et mérite d'être approfondi afin de permettre une éventuelle valorisation de cette plante dans notre pays.

* ANNEXE *

DETERMINATION DU TAUX D'HUMIDITE
DE LA MATIERE VEGETALE

Pour ce faire, il faut se munir de l'appareil de DEAN et STARK (figure 17), le réactif utilisé est le xylène.

Nous procédons de la manière suivante:

Dans un ballon de 500 ml, nous introduisons 5g de matière végétale. Nous versons ensuite 200 ml de xylène dans le ballon, que nous surmontons d'un réfrigérant muni d'un récipient gardué.

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 lipide, 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.

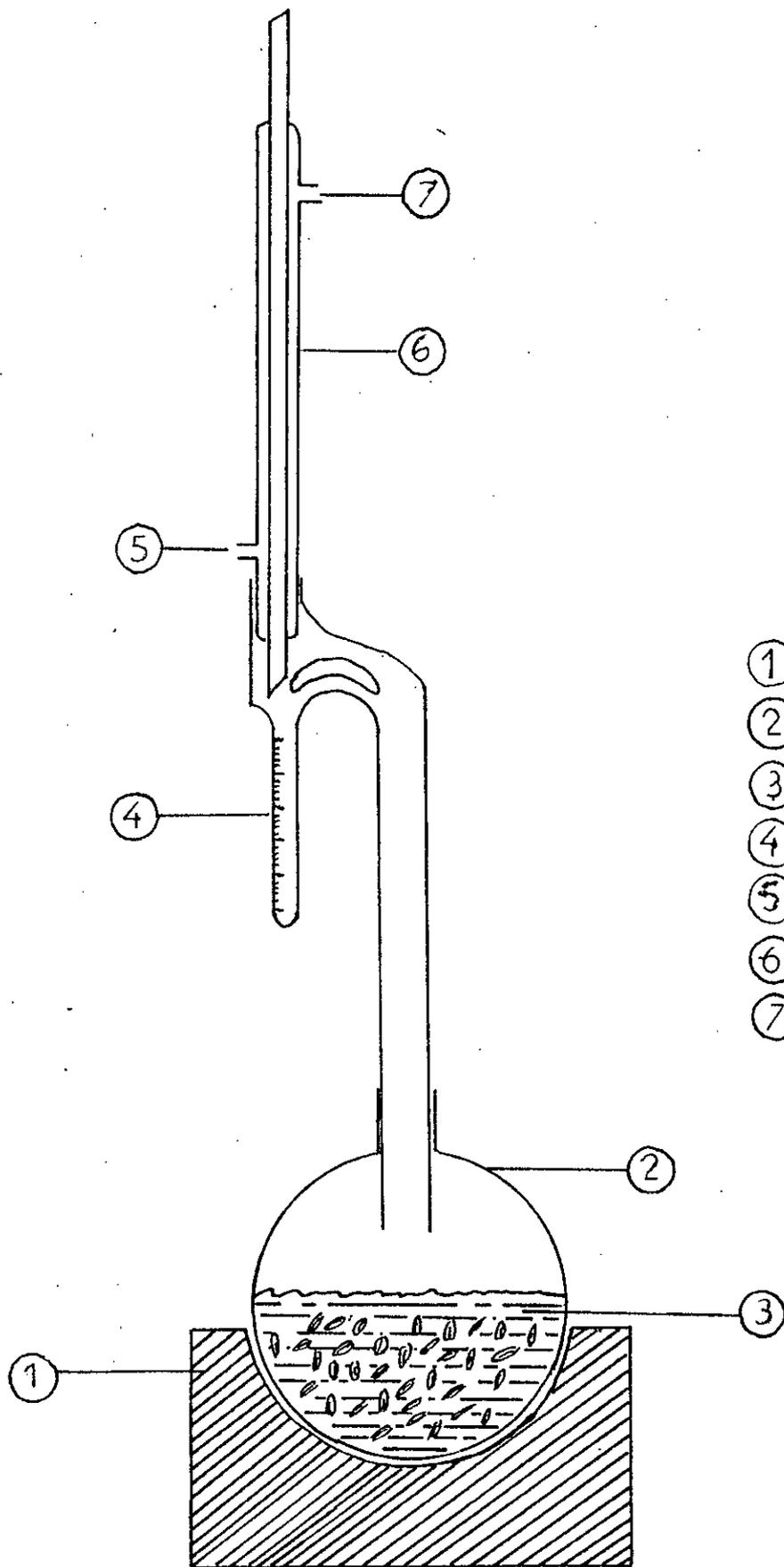
La teneur en eau dans la matière végétale est calculée par la formule :

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

où

V : volume d'eau (ml)

G : masse de la matière végétale



- ① — Chauffe-ballon.
- ② — Ballon.
- ③ — Matière vglé + solvant.
- ④ — Tube de recette gradué.
- ⑤ — Entrée d'eau.
- ⑥ — Refrigerant.
- ⑦ — Sortie d'eau.

FIG17: APPAREIL DE DEAN ET STARCK.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] - J. DEJEAN - Arrecgras - Petit guide panoramique de la flore Méditerranéenne - Ed. DELACHAUX et NIESTLE - Paris.
- [2] - R. GAUTHIER, M. GOURAI et J. BELLKHADAR AL BIRUNIYA, 1988, 4, 97-116 et 1988, 4, 117-132.
- [3] - NT et WS BENISTON - Fleurs d'Algérie Ed. Entreprise Nationale DU LIVRE Alger 1984.
- [4] - P. FOURNIER - " catalogue des plantes médicinales et vénéneuses de France " Vol II, LECHEVALIER, Paris, 1948.
- [5] - J. BELLAKHADR . - Médecine traditionnelle et toxicologie Ouest-Saharienne - condition à l'étude de la pharmacopée marocaine Ed. Technique Africaine, Rabat, 1975.
- [6] - a) G. GATTI et R. CAYOLA. - Piv.ital - Essenze parfumi, 4, 77-82, 1922 - Chimie et industrie, 9, 327, 1923.
- b) BEZANGER - L.BEAUQUESNE, M. PINKAS et M. TORCH " les plantes dans la thérapeutique moderne ", Maloine, 1975, 328-329.
- [7] - P. BELAICHE - " traité de phytothérapie et d'aromathérapie ". Tome I, " L'aromatogramme ", Maloine, 1979.
- [8] - A. CHARNOT - " la toxicologie au Maroc ", 1945, 452.
- [9] - Y. KASHMAN, A. ROTSTEIN et A. LIFSHITZ. - Antimicrob. agents chemiother, 1974, 6 (5), 539 - 542; Tetrahedron, 1974, 30(8), 991-997.

- [10] - (A.P) DEGTHAREVA - Tr. GAS - NIKITSK. BOTA SADA, 1962,36, 173 - 186.
- [11] - R. GAUTHIER, A. AGOUMI et M. GOURAI, Plantes médicinales et phytothérapie 1989, tome XIII,°2,p.95-108.
- [12] - B.M. LAWRENCE, S.J. TERHUNE et J.W. HOGG, Amer.Perfum.Cosmet., 1970, 85, 53-55
- [13] - B.M. LAWRENCE , Parfum - Flavor,1979,4,54.
- [14] - G. MAZZA, J. OZ chromatography, 1983, 264, 304 -11.
- [15] - H. MANS. BOELENS AUD RAFAEL JIMENEZ, J. Ess - Oil Res, 3,173-177, (May/jeune) 1991 Aud 4, 34- (Jull/Aug) 1991.
- [16] - A.F. COSTA and J. CARDOSO DO VALE, essential oil of myrtus Communis, Notie farmac (Port) 18, 194 - 200 (1952); C.A - 47, 10811 (1953).
- [17] - A.SH.SHIKHIER, R.M.ABBASOV and Z.A. MAMEDOVA, composition of Myrtus Communis, essential oil,Khim. Pri. Soedin, (4), 529 - 530, 1978; C.A.89 - 176379 g (1078).
- [18] - F.TATEO and V.PICCI,GC/MS characterization of the essential oil of Myrtus Communis. Planta Med, 39, 164 - 167 (1970);
- [19] -E. ROBERT, ERICKSON,the industrial importance Of monoterpènes and essential oils,jan-feb,1976.
- [20] - LEVISALLES et M. JOZEFOWICZ, chimie organique Tome 3, composés organiques complexes, Ed. Flammarion sciences, Paris 1974.

- [21] - M. PARIS, M. HURABIELLE, abrégé de matière médicale, pharmacognosie, tome I MASSON, 1981.
- [22] - C. BOUTEKDJIRET, thèse de majister, ENP, Alger, 1990.
- [23] S. CHEVOLLEAU, A. DERBAL et UCCIAMIE, détermination de l'activité antioxydante d'extraits végétaux - Revue française des corps gras, 39ème année n°1/2 janvier - février 1992.
- [24] - J. BLAKEWAY, M. SEEN SALERNO, La mousse de chêne, une base de la parfumerie, pour la science, Mai 1987.
- [25] - C-V. RECHENBERG, théorie der gewinnung und trennung der Atherschen Öle durch distillation, Miltitz beileipzig, selbsverlag von schimmel co, 1910, 261 -317.
- [26] - E. GUENTHER, the essential oils, vol I, Ed. R.E.KRIEGER 1976-82.
- [27] - PH. MORIN, C. GUNTHER, L. PEYRON and H. RICHAD, BULL. Soc chim.Fr, 1985, 921 - 930, 5.
- [28] - E. GUEORGIEV, technologie de la production des huiles essentielles, Ed. Institut supérieur PLOUDIV, 1988.
- [29] - J.P. DURVELLE, fabrication des essences et des parfums chimie des parfums, Ed. Paris 1930.
- [30] - O. MERAD, projet de fin d'étude, ENP, Alger 1989.
- [31] - Y.R. NAVES les parfums naturels, MASSON et Cie, P.1-43, Paris 1974.

- [32] - J.A. GAUTHIER, P. MALANGEAU, chimie analytique-organique - pharmaceutiqué et bromatologie. 1 ère série 1964.
- [33] - S. HAMADI, projet de fin d'étude, ENP, Alger 1990.
- [34] - A.DJERRARI, thèse de doctorat d'état, USTL; Montpellier; France 1986.
- [35] - S. CHARCHARI, thèse de Doctorat d'Etat , ENP, Alger 1994.
- [36] - J.TRANCHANT, manuel de chromatographie en phase gazeuse, Ed. MASSON 3ème, 1982.
- [37] - A. BERTHILLIET, la chromatographie et son application Paris: Dunod 1972.