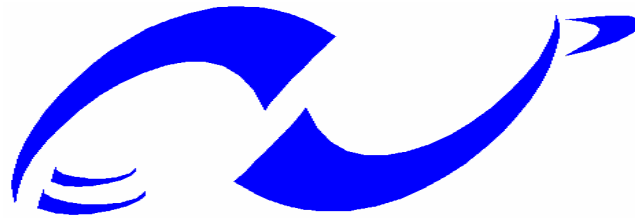


République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale supérieure Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département Génie Chimique

Projet de Fin d'Etudes
En vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur d'Etat en Génie Chimique

THÈME :

***EXTRACTION ET VALORISATION DES EXTRAITS
DE L'INULE VISQUEUSE D'ALGER***

Proposé et dirigé par :

Pr. R. DERRICHE

Présenté par:

M^{elle} L.MAHMOUDI

M^{elle} N.ROUGOU

2008/2009

Remerciement

Nous remercions DIEU tout puissant, maître des cieux et de terre, qui nous a permis de mener à bien ce travail.

Tout d'abord on tient surtout à adresser nos plus vifs remerciements au Pr. R. DERICHE notre promotrice qui nous a permis de réaliser ce travail sous sa direction. Nous ne saurons jamais oublier sa disponibilité, son assistance et ses conseils judicieux pour nous.

Nous remercions vivement le Pr CHARCHRI qui nous a fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire. Nos remerciements vont aussi à Pr. BEN YOUSSEF et M^{me} F. SOUJHI maître de conférences de l'ENSP pour avoir bien voulu examiner ce travail. Nous tenons à remercier et exprimer notre gratitude à notre Co-promotrice M^{me} Madani Leila.

A nos amis de l'Ecole nationale supérieure polytechnique et ceux du département de génie de procédés, auxquels nous nous sommes très reconnaissants.

Nous remercions vivement Madame S. AZROU-CHELLALI pour sa coopération.

Un remerciement spécial à Monsieur NEHITI, technicien à l'ENP, nous a sacrifié généreusement tant d'effort lors de la mise en place de notre installation.

Dédicaces

*Au nom de Dieu le tout puissant et le très
miséricordieux par la grâce duquel on a pu réaliser
ce travail que je dédie à:*

** Mes chers parents, ma mère et mon père, c'est
grâce à eux que je suis arrivé à ce stade. Ils n'ont
jamais cessé de m'encourager et de me motiver. Si je
dois consacrer toute ma vie pour eux je ne peux pas
rendre ce qu'ils m'ont fait.*

A tous mes frères et sœurs:

A tous mes amis (es), mes amis intimes:

** Kahina et Hilel **

** A tous ceux et toutes celles qui me connaissent et qui
m'aiment.*

lamia

DEDICACE

*Je dédie ce travail tout d'abord et avant tout à l'Éternel Dieu,
lui dont les preuves de soutien à notre égard sont toujours
indescriptibles et permanentes dans notre vie.*

Je le dédie ensuite,

*À mes très chers parents, parce que sans eux mon existence sur cette terre n'aurait même pas
d'illusion*

À mon très cher frère RACHID : À mes très chères sœurs.

À toute ma grande famille qui m'a permis de vivre dans un environnement serein et paisible.

À tous mes amis et amis en qui j'ai toujours trouvé le soutien et le réconfort.

À toute la promotion 5^{ème} année de département de génie chimique 2009.

N.ROUSSOU

Résumé :

Dans le cadre de ce travail nous nous sommes intéressés aux différents modes d'extraction de l'huile essentielle et des concrètes de l'Inule visqueuse d'Alger.

Les différents procédés d'extraction mis en jeu sont l'entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi pilote, l'hydrodistillation et l'extraction par divers solvants volatils à l'aide d'un soxhlet ; en calculant le rendement de chaque opération.

Un dosage aux polyphénols et un test d'activité antibactérienne sont faits pour bien valoriser les concrètes obtenues.

Mots clés : inule visqueuse, les concrètes, huile essentielle, entraînement à la vapeur à l'échelle semi pilote, Soxhlet, hydrodistillation, polyphénols, activité antibactérienne.

Abstract:

In the setting of this work we were interested to the different kind of extraction of the essential oil and concrete of viscous inule of Algiers.

The different proceeded of extraction put in play are: steam of water drive on the scale semi-pilot , the hydrodistillation and the extraction by various volatile solvents using soxhlet by calculating the out put of every operation.

A dosage of polyphenols and a test of antibacterial activity are made to really valorize the gotten concretes.

Key words: viscous inule, the concretes, essential oil, steam of water drive scale semi-pilot, Soxhlet, hydrodistillation, polyphénols, antibacterial activity.

الملخص

يهتم هذا العمل باستخلاص و تقييم الزيوت الأساسية و العينات المستخلصة من نبتة الماقرمان المقطوفة

من ولاية الجزائر

مختلف الطرق التي تطرقنا إليها تهتم بدراسة حركية الاستخلاص المائي و السحب ببخار الماء على المستوى

النصف الصناعي و كذلك باستعمال المذيبات العضوية داخل soxhlet .

و في الأخير قمنا بإجراء فحص لبعض العينات المستخلصة ضد البكتيريا من أجل تقييم النبتة .

الكلمات المفتاحية : الزيوت الأساسية , الماقرمان , السحب ببخار الماء, فحص ضد البكتيريا, حركية الاستخلاص المائي

SOMMAIRE

	Page
Introduction générale	01
Partie bibliographique	
CHAPITRE I : Présentation de la matière végétale	
I.1.Introduction	03
I.2.Les différentes espèces d'inules.....	03
I.2.1 Inula crithmoide (L.) (fauxcrithmum).....	03
I.2.2 Inula magnifica (L.).....	04
I.2.3 Inule britannique (L.).....	05
I.2.4 Inula helenium (L.).....	05
I.2.5 Inula conyza (DC.).....	06
I.2.6 Inule odorante (L.) (Inula graveolens).....	07
I.2.7.Inule blanche	07
I.2.8.Inula hirta (L.) (Inule hérissée)	07
I.2.9.L'Inula Cappa (DC.).....	08
I.2.10.Inula salicina (L.)	08
I.2.11. Inula viscosa (L). (Inule visqueuse).....	09
I.2.11.1. Description botanique	09
I.2.11.2. Localisation et floraison	09
I.2.11.3. Noms communs	09
I.2.11.4.Utilisation.....	10
CHAPITRE II : A propos sur les huiles essentielles et les concrètes	
II.1.Un peu d'histoire	11
II.2.1.Définition des huiles essentielles	11
II.2.2.Quelques notions sur les huiles et les extraits des plantes	11
II.2.3.Comment les huiles essentielles se forment-elles?.....	12
II.3.Les huiles essentielles.....	13
II.3.1.Composition Chimique des huiles essentielles.....	13
II.3.1.1.composés terpéniques	14
II.3.1.1.1.Localisation.....	14
II.3.1.1.2.Classification des composés terpéniques	14
II.3.2.Propriétés physiques des huiles essentielles.....	18
II.3.3.Variation de qualité d'une huile essentielle.....	18
II.3.4.Les pouvoirs des huiles	19
II.3.5.les précautions et contre-indication sur les huiles essentielles.....	21
II.3.6.Conservation des huiles essentielles.....	21
II.3.7.Méthodes d'analyse d'une huile essentielle.....	21

Chapitre III: Procèdes de récupération des huiles essentielles et des concrètes

Introduction.....	23
III.1 La distillation.....	23
III.1.1 la distillation par entraînement à la vapeur d'eau.....	23
III.1.2 l'hydrodistillation.....	24
III.1.3 L'hydrodiffusion.....	24
III.1.4. La distillation « sèche ».....	25
III .2 Extraction par les solvants volatils.....	25
III.2.1.Principe.....	25
III.2.2 Extraction dans un Soxhlet à l'échelle laboratoire.....	26
III.2.3 Extraction fractionnée par solvants au Soxhlet.....	26
III.2.4 L'extraction accélérée par solvant	27
III.3 Extraction par le dioxyde de carbone supercritique.....	27
III.4 Extraction par micro-ondes.....	28
III.5 Autre procédés d'extraction.....	29
III .5.1 Expression à froid.....	29
III.5.2 L'enfleurage.....	29

Chapitre IV : les travaux antérieurs

Introduction.....	30
-------------------	----

Partie pratique :

Chapitre I : extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

Introduction	34
I-1Extraction par l'entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi pilote.....	35
I-1.1 Présentation de l'installation	35
I-1.2 Les essais d'extraction	37
I-1.2.1 Cas du petit extracteur.....	37
I-1.2.2 Cas du grand extracteur	37
I.1.2.3 l'évolution de la porosité.	41
I-2 Extraction par l'hydrodistillation	43
I-2.1 Présentation de L'appareillage	43
I-2.2 Le mode opératoire	43
I.2.3La récupération des huiles.....	44
I.2.4 L'étude cinétique	45
I.3 Extraction par solvant.....	50
I.3.1 L'appareillage	50
I.3.1.1 Présentation de l'appareillage	50
I.3.1.2 Le mode opératoire.....	51
I.3.2 Les essais d'extraction	51
I.3.2.1 extraction dans un soxhlet avec la plante sèche	51
I.3.2.2 extraction dans un soxhlet avec la plante fraîche.....	53
I.3.3 Discussion.....	53

I.4 comparaison avec les travaux antérieurs réalisés sur la plante Algérienne	54
---	----

Chapitre II : Etude de quelques activités biologiques des concrètes

dosage des polyphénol :

II .1.Généralités sur les polyphénols.....	55
II.1.1.les acides phénols.....	55
II.1.2.les flavonoïdes.....	55
II.1.3. les tanins	55
II.2.Rappel sur les processus d'oxydation	56
II.3.Dosages des polyphénols	56
II.3.1. Mode opératoire	56
II.3.2.Les échantillons testés.....	57
II.3.3 Commentaires.....	58

Teste antibactérien :

II.4.Aromatogramme.....	59
II.4.1.La lecture de l'aromatogramme.....	59
II.5.Généralité sur les bactéries testées.....	60
II.5.1.Les critères de classification des bactéries.....	60
II.5.1.1.Les bacilles à gram négatif (BGN).....	60
II.5.1.2.Les Cocci.....	60
II.5.2.Les origines des bactéries identifiées.....	63
II.6.Les échantillons testés.....	64
II.7.Résultats d'aromatogramme	64
II.8.Interprétation de l'aromatogramme.....	65
Conclusion.....	66
Conclusion générale	68

Liste des figures :

	Page
Partie théorique	
Figure I.1: <i>Inula crithmoide</i> (L.).....	04
Figure I.2 : <i>Inula magnifica</i> (L.).....	04
Figure I. 3: <i>Inula helenium</i> (L.)	06
Figure I. 4: <i>inula conyza</i> (DC.) (Inule squarreuse).....	06
Figure I.5: Inule odorante (L.).....	07
Figure I.6: <i>Inula hirta</i> (L.) (Inule hérissée).....	08
Figure I.7: <i>Inula cappa</i>	08
Figure I.8 : <i>Inula salicina</i> (L.).....	09
Figure I.9: <i>Inula viscosa</i> (L.).....	10
Figure III.1 : Schéma d'une installation d'entraînement à la vapeur d'eau.....	24
Figure III.2 : Schéma type d'une installation de l'hydrodiffusion	25
Figure III.3 : Schéma représentant les étapes de l'extraction par solvant volatil...	26
Figure III.4 : Principe et composantes de L'extraction accélérée par solvant (ASE)	27
Figure III.5 : Schéma d'une installation d'extraction par CO ₂ supercritique.....	28
Partie expérimentale :	
Figure I.1: Schéma de l'installation d'extraction solide-fluide.....	36
Figure I.2 : Evolution au cours du temps de la masse cumulée d'HE, lors de l'extraction par l'entraînement à la vapeur d'eau « essai n°3»	39
Figure I.3 : Evolution au cours du temps de la masse cumulée d'HE, lors de l'extraction par l'entraînement à la vapeur d'eau « essai n°4».....	40
Figure I.4: l'évolution de la hauteur de la plante la colonne en fonction du temps..	41
Figure I.5: schéma du montage expérimental de l'hydrodistillation.....	43
Figure I.6 : Evolution au cours du temps de la masse d'HE récupérée, lors de l'extraction par l'hydrodistillation « essai n°5».....	47
Figure I.7 : Evolution au cours du temps de la masse d'HE récupérée, lors de L'extraction par l'hydrodistillation « essai n°6, essai n°7».....	47
Figure I.8 : Evolution au cours du temps de la masse d'HE récupérée, lors de L'extraction par l'hydrodistillation « essai n°8».....	48
Figure I.9: Extraction dans un Soxhlet.....	50
Figure. II.1: <i>Escherichia coli</i> (ATCC 25922).....	61
Figure .II.2 : <i>Pseudomonas aeruginosa</i> . (ATCC® 27853).....	61
Figure. II.3 : <i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923	62
Figure. II.4: <i>Streptococcus pneumoniae</i>	63

Liste des tableaux

Page

Partie théorique :

Tableau IV.2: Rendement des HE obtenues par l'entraînement à la vapeur d'eau... .31.	31.
Tableau IV.1: Rendement des huiles essentielles obtenues par différent procédé d'extraction.....	32

Partie expérimentale :

Tableau I.1 : Conditions opératoires des essais 1et 2.....	37
Tableau I.2: Résultats d'extraction d'HE de l'inule visqueuse par l'entraînement à la vapeur d'eau « essai n°1 ».....	37
Tableau I.3: Conditions opératoires des essais 4 et 5.....	38
Tableau I.4 : Résultats de la cinétique d'extraction d'HE de l'essai 3et 4 par l'entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi pilote.....	39
Tableau I.5: l'évolution de la hauteur de la plante la colonne en fonction du temps.....	41
Tableau I.6 : Porosité du lit de chaque essai.....	42
Tableau I.7: Conditions opératoires de l'extraction par l'hydrodistillation	44
Tableau I.8: les résultats obtenus l'ors de l'extraction par l'hydrodistillation.....	44
Tableau I.9: Résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle par l'hydrodistillation. « essai n°5 ».....	45
Tableau I.10 : Résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle par l'hydrodistillation. « essai n°6»	45
Tableau I.11 : Résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle par l'hydrodistillation. « essai n°7 ».....	46
Tableau I.12 : Résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle de par L'hydrodistillation « essai n° 8 ».....	46
Tableau I.13 : Les résultats obtenus lors de l'extraction dans un soxhlet avec la plante sèche « première série ».....	51
Tableau I.14 : Les résultats obtenus lors de l'extraction dans un soxhlet avec la plante sèche « deuxième série ».....	52
Tableau I.15 : Les résultats obtenus lors de l'extraction dans un soxhlet avec la plante fraîche.....	53
Tableau. II.1: Calcul de rendement en polyphénols.....	57
Tableau. II.2 : Les propriétés des échantillons testés.....	63
Tableau II.3 : Aromatogramme sur les BGN.....	64
Tableau II.4 : Aromatogramme sur les COCCI.....	65
Tableau. II.5 : influence de la délutions sur la sensibilité.....	67



INTRODUCTION
GENERALE

Introduction générale

Depuis l'antiquité, dans le monde entier, les hommes apprécient les vertus des plantes. Les plantes ont joué un rôle capital dans l'art de guérir. Il y a encore quelques siècles, il n'y avait que les plantes pour se soigner. La phytothérapie est née en 1769 en Amérique du Nord, des changements et des bouleversements ont marqué le cours des siècles grâce aux échanges et connaissances de Chine, de Grèce, d'Inde, d'Occident [1].

Une plante médicinale est non seulement une plante, mais peut-être aussi un arbre, un champignon, un légume ou une racine. Il existe 300 000 espèces environ dans le monde entier.

Excellents pharmaciens ; les arabes mélangeaient les plantes pour en accroître les effets et en améliorer le goût. Grâce à leur contact avec les traditions chinoises et hindoues ils ont largement développé leurs connaissances dans la phytothérapie [2].

D'après **A.F.N.O.R** Les huiles essentielles sont des produits obtenus soit à partir de matières premières naturelles par distillation à l'eau ou à la vapeur d'eau, soit à partir des fruits de citrus par des procédés mécaniques et qui sont séparées de la phase aqueuse par des procédés physiques. Elles possèdent de nombreuses propriétés, mais certaines sont plus ou moins reconnues. [3]

L'inule visqueuse fait partie de la famille des Astéracées, c'est une plante annuelle qui fleurit au début d'automne. Elle est caractérisée par ces feuilles collantes et odorantes arides.

En Kabylie-Algerie- elle est connue comme étant une plante à fort arôme poussant dans les endroits humides (imouguer aman signifie "cherche l'eau" en kabyle). On l'utilise pour nettoyer et aromatiser le "chmoukh" dans lequel on bat le lait. On l'utilise aussi en cataplasme pour calmer les douleurs dorsales ou la migraine [4].

Elle est utilisée aussi pour le traitement de diverses affections ou maladies telles que les bronchites, le diabète et les blessures. *Elle est localisée dans les lieux incultes, pierreux, de la région méditerranéenne.* Malheureusement cette plante est une plante médicinale riche qui n'a pas encore dévoilé tous ses trésors thérapeutiques.

Notre projet a comme objectif l'évaluation des différents procédés d'extraction des huiles essentielles et des concrètes des feuilles de l'inule visqueuse et d'évaluer le pouvoir anti bactériens de quelques une. Le choix du procédé à mettre en œuvre sera celui qui donne le meilleur rendement.

Le premier chapitre est consacré à la présentation de la matière végétale où on présente les différentes inules avec leurs descriptions botaniques, leurs périodes de floraisons et leurs régions de localisations.

Le deuxième chapitre est accentué sur une bibliographie sur les huiles essentielles : leurs compositions chimiques, les méthodes d'analyses, leurs activités biologiques, les

Introduction générale

domaines d'application sans oublier les précautions et les contres indications lors de leur application.

Après avoir passé une revue générale sur les huiles essentielle **le troisième chapitre** sera concerné à l'étude des différents procédés d'extraction des huiles essentielles et des concrètes.

-Tel que pour les huiles essentielles les procédés mis en jeu sont l'entraînement à la vapeur et l'hydrodistillation.

-Alors que pour les concrètes le procédé mis en jeu est l'extraction par solvant volatil soit polaire ou apolaire à l'aide d'un Soxhlet.

Le quatrième chapitre présente les nombreux travaux qui ont été effectués sur l'inule visqueuse et son huile essentielle. D'autres travaux similaires s'intéressent à l'application de cette plante comme insecticide dans la lutte biologique contre les mouches d'oliviers

La partie expérimentale sera basée sur l'élaboration des différents procédés de récupération de l'huile essentielle et de concrètes de l'inule visqueuse à partir de ses feuilles soient séchées ou fraîches accompagné de calcul de rendement pour chaque essai.

- Pour les huiles essentielles les procédés réalisés sont :
 - L'entraînement à la vapeur à l'échelle semi pilote en utilisant la petite et la grande colonne d'une installation localisée au hall du département de génie de procédé.
 - L'hydrodistillation à l'échelle laboratoire avec des conditions opératoires bien précises.


- Pour les concrètes :

Le procédé effectué est l'extraction dans un Soxhlet à l'aide des solvants volatils soient polaires ou apolaires

La dernière partie de ce travail est consacrée à l'étude des extraits récupérés et l'efficacité des procédés utilisés :

- Pour les concrètes : quelques extraits sont dosés pour calculer leurs teneurs en polyphénols tel que l'extrait de méthanol ; l'éthanol et l'acétate d'éthyle.

D'autres extraits sont testés à l'aide d'un antibiogramme pour qu'on puisse déterminer leur activité antibactérienne.



**PARTIE
BIBLIOGRAPHIQUE**

CHAPITRE I

***PRESENTATION DE
LA MATIERE
VEGETALE***

Chapitre I: présentation de la matière végétale

I.1.Introduction :

Depuis le début des temps, l'être humain utilise des plantes médicinales pour soigner des maux et des blessures. Ce sont elles qui constituèrent les médicaments du passé.

Certes l'utilisation des plantes médicinales, de la phytothérapie s'avère extrêmement salvatrice pour l'homme. Parfois une mauvaise utilisation des plantes médicinales peut entraîner d'autres problèmes de santé ou les accentuer.

Il est temps de **redécouvrir** ces végétaux trop longtemps oubliés, dont nous pouvons mettre à profit les multiples vertus dans notre vie quotidienne [5].

L'inule est un produit aujourd'hui peu connu qui nécessite beaucoup de précaution confidentielle dans l'aromathérapie. Son utilisation tend à se développer de plus en plus. Elle dérive du grec « inaien » qui signifie purifié car certaines inules ont des propriétés diurétiques.

Le genre *Inula* comprend environ 90 espèces. Les inules sont des plantes de la famille des Astéracées . Classiquement pour cette famille, ce qu'on croit être une fleur est en fait un capitule formé de nombreux fleurons entourés d'un involucre de bractées.

Dans cette vaste famille, les inules se rapprochent des marguerites, avec deux types de fleurons : à la périphérie des fleurons ligulés, au centre (disque) des fleurons tubulés.

Les fleurons périphériques du genre *Inula* sont femelles, tandis que les fleurons du disque sont hermaphrodites (mâle et femelle) [6].

Ce sont des plantes à fleurs généralement jaunes, exceptionnellement violacées. Le fruit est surmonté d'une aigrette de soies disposées sur un seul rang, il est étranglé puis élargi au sommet. Les feuilles sont alternes. Chez les plantes du genre *Dittrichia* [7].

La multiplication naturelle se fait essentiellement par propagation des graines par le vent. Les inules peuvent aussi se diviser ou se bouturer en fin d'été.

Les inules sont présentes à l'état sauvage dans toute l'Asie et l'Europe tempérée. Ces plantes sont vivaces et refleuriront tous les ans.

Elles ne demandent aucun soin particulier mis à part un sol sec, Elles se propagent là où la terre ne reste pas trop mouillée. Le calcaire est souvent présent dans les lieux où elle pousse

I.2.Les différentes espèces d'inules :

I.2.1.*Inula crithmoide* (L.) [6]: (faux crithmum):

C'est une espèce des régions méditerranéennes plus exactement du bord de mer. Elle se caractérise par ses feuilles allongées et charnues qui ressemblent à celles de la criste marine (*crithmum maritimum*) qui pousse aussi près de la mer mais dont les fleurs forment une ombelle.

Chapitre I: présentation de la matière végétale

Cette similarité explique le terme ou en forme de crithmum (crithmoides) attribué à cette espèce. Ses fleurs forment des capitules jaunes

- ✚ Taille : 50 - 120 cm.
- ✚ Floraison : Juillet - Octobre.
- ✚ Milieu : Dunes.



Figure I.1 : *Inula crithmoide* (L.) [8].

I.2.2. *Inula magnifica* (L.) [7]:

Plante vivace d'un vert sombre, plus ou moins pubescente, à poils tuberculeux à leur base, tige de **30-80 cm.**, dressée, simple, feuilles molles, irrégulièrement inégales, obscurément dentées, assez étroitement lancéolées, longues et aiguës, parfois glabrescentes.

Les inférieures atténuées en pétiole, à aigrette blanche ; capitules en corymbe ; fleurs jaunes à ligules glanduleuses mais non poilues.

- ✚ **Sol:** Sol meuble, bien drainé et frais
- ✚ **Nom commun:** Aunée magnifique ; Grande aunée.



Figure I.2 : *Inula magnifica* (L.) [8].

Chapitre I: présentation de la matière végétale

I.2.3. *Inule britannique* (L.) [6]:

Sa racine est vivace ; ses tiges hautes de trois pieds sont dressées, rameuses supérieurement, cylindriques, hérissées de longs poils mous.

Les feuilles sont alternes, sessiles, étalées, cordiformes à la base, entières, ou légèrement denticulées sur les bords de leur partie inférieure, garnies sur les deux faces de longs poils mous. Les calathides, larges d'un pouce et demi, et composées de fleurs jaunes, sont disposées en panicule au sommet des tiges

🚩 **Localisation** : Cette plante est commune aux environs de Paris, sur les bords de la Seine et du Marne. Elle est localisée aussi dans les îles britanniques où les anciens l'ont nommée *britannica*

🚩 **Floraison** : elle fleurit en Juillet et Août.

Noms communs : *Inule britannique*, *Inule d'Angleterre*, *Inule de Grande-Bretagne*, *Inule des fleuves*

I.2.4. *Inula helenium* (L.):

Fait partie de la famille des Asteraceae. Elle trouve son origine en Asie mais l'aunée a été bien vite adoptée par l'Europe. C'est une plante vivace et herbacée dont la hauteur varie de **80 à 150 cm** mais peut atteindre parfois **250 cm**. Bien ancrée au dessous d'une tige dressée, sa racine, le rhizome est de couleur gris brun avec de nombreuses rides.

La feuille épousant la forme du lancéolé est dentée avec une des faces un peu velues. La fleur, d'une couleur jaune est entourée de capitule d'un diamètre variant de **6 à 8 cm**. L'huile essentielle d'aunée est extraite de sa racine [6].

Elle se compose essentiellement d'éléments dont les formules chimiques ont comme radical la lactone. Sa racine, amère et aromatique, est employée en médecine [7].

🚩 **Noms communs** : Elle est aussi appelée *camphre d'aunée* ou *hélénine*.

L'aunée est aussi connue sous le nom de *Lionne*, *Œil de cheval*. *Tfaunée* ou *A'enula Campana*.

L'appellation *Inula helenium* sera un hommage à *Hélène* qui tenait une branche d'aunée au moment où elle fut enlevée

🚩 **Habitat** : Prés humides, toute la France, sauf la région méditerranéenne.

Chapitre I: présentation de la matière végétale



Figure I. 3. *Inula helenium* (L.) [8].

I.2.5. *Inula conyza* (DC.) :

C'est une plante vivace couverte de poils doux qui pousse dans les lieux secs rocheux ou non. Elle appartient à la famille des composées ou Astéracées.

C'est une grande plante érigée qui peut dépasser **1,50 m** avec une tige solide et pourprée, ramifiée vers l'extrémité.

Les feuilles alternes sont ovales, finement dentées et pointues, leur surface plus ou moins gaufrée est grisâtre au revers [6].

Des corymbes de capitules se développent et s'épanouissent au sommet de la plante. Chaque capitule est allongé, de petite taille et son involucre est muni de bractées recourbées en écailles (squarreuses). Les fleurs du capitule sont généralement dépourvues de ligules, leur couleur est jaune plus ou moins teinté de pourpre. [7]

✚ **Floraison** : De Juillet à Septembre.

✚ **Habitat** : Lieux secs, incultes ; toute la France ; Corse. Presque toute l'Europe,

✚ **Noms communs** : L'*Inula conyza*, inule squarreuse, herbe aux mouches, Chasse-puces, Herbe aux punaises ; Ploughman's Spikenard.



Figure I. 4 .L'*Inula conyza* (DC.) (inule squarreuse) [8].

Chapitre I: présentation de la matière végétale

I.2.6. Inule odorante (L.) (*Inula graveolens*) [6] :

Plante herbacée, annuelle, pubescente, un peu visqueuse, douée d'une odeur forte et désagréable. Sa tige, haute de deux à trois, pieds. Elle est dressée, cylindrique, très-rameuse, garnie de feuilles alternes, à peine dentées, ayant leur partie inférieure étreécie; les supérieures graduellement plus petites. Les calathides, hautes et larges de trois lignes, et composées de fleurs jaunes, sont très - nombreuses, dressées, disposées en panicules pyramidales autour de la tige et de ses branches.

Elles sont très-courtement radiées ; leur disque est multiflore ; leur couronne est unisériée

✚ **Floraison** : Août et Septembre

✚ **Habitat** : les départements méridionaux de la France, où on la trouve dans les Champs.

✚ **Propriétés** : Mucolytique, antitussive. Régulatrice cardiaque. Antibactérienne, anti Infectieuse, fongicide .



Figure I.5. Inule odorante (L.) [9]

I.2.7. Inule blanche :

Cette espèce remarquable, a une souche ligneuse, rameuse, épaisse, raboteuse, divisée au sommet en plusieurs branches courtes, terminées chacune par un assemblage de feuilles rapprochées en rosette, blanchâtres, épaisses ; leur pétiole est long d'un pouce et demi, demi-cylindrique; leur limbe est long de deux pouces et demi. Les tiges naissant de l'aisselle des feuilles susdites, sont herbacées, étalées, flexueuses, grêles, simples, cylindriques.

✚ **Habitat** : l'île de Candie

Chapitre I: présentation de la matière végétale

I.2.8. *Inula hirta* (L.) (Inule hérissée) [6] :

Cette inule est velue sur toute sa surface : sa tige s'élève à 3 dm. Et se réunifie un peu au sommet; elle est droite, cylindrique, garnie de feuilles éparses, rétrécies en pétiole dans le bas de la plante; les fleurs sont ordinairement au nombre de cinq à six, disposées en corymbe terminal.



Figure I.6. *Inula hirta* (L.) (Inule hérissée) [8]

I.2.9. *Inula Cappa* (DC.) [7]:

Espèces végétales se trouve dans l'Asie « Himalaya Pradesh Himachel de sud » ouest de la Chine



Figure I.7. *Inula cappa* [8].

I.2.10. *Inula salicina* (L.) [7]:

C'est une plante vivace souvent calcicole poussant en touffes denses de **20 à 60 cm** de hauteur, a tiges dressées, glabres et rarement un peu poilues, simples ou rameuses au sommet.

Elle Pousse dans les lieux ensoleillée de plaine et de basse montagne calcaire assez secs, dans les clairières.

Les capitules de jolies fleurs jaunes de **1 à 3 cm** de diamètre, rayonnantes, sans Poil, fleurissant de Juin à Août. Les feuilles inférieures sont moins longues que les feuilles moyennes. Les feuilles moyennes et supérieures sont larges à leur base et engainante à la tige faiblement denticulées et ciliées.

Chapitre I: présentation de la matière végétale



Figure I.8 *Inula salicina* (L.) [9]

I.2.11. *Inula viscosa* (L). (Inule visqueuse) [6 ,7]:

I.2.11.1. Description botanique :

L'Inule visqueuse est l'un des rares représentants du genre *Dittrichia*, c'est une plante **vivace**; toute visqueuse à odeur agréable (selon certains, désagréable pour d'autres), ligneuse à sa base avec une forte racine pivotante lignifiée pouvant atteindre **30 cm** de long.

La feuille est glanduleuse, crénelée, embrassante (formant deux petites oreillettes à sa base). Lors de sa floraison, la moitié inférieure de sa tige se lignifie. **Les graines** sont pairs, couronnées d'une aigrette rousse.

Elle mesure entre **50 cm** et **1 m** de hauteur. Sa tige, dressée et très feuillée, est frutescente à la base. Ses capitules font environ 1 cm de diamètre. Ils sont disposés en longue grappe pyramidale

L'Inule visqueuse et l'Inule fétide (*Dittrichia graveolens*) peuvent être confondues à l'état végétatif mais l'Inule fétide aux feuilles non-dentées.

L'*Inula viscosa* est réputée être un "**insecticide végétal**" qui combat la Mouche de l'Olive. On la trouvait fréquemment dans les oliveraies avant qu'elle ne soit arrachée comme "**mauvaise herbe**" envahissante et encombrante.

Chapitre I: présentation de la matière végétale



Figure I.9. *Inula viscosa* (L.) [8]

I.2.11.2. Localisation et floraison :

Elle est fréquente en région méditerranéenne au bord des chemins et dans les oliveraies avant qu'elle ne soit arrachée comme "mauvaise herbe" envahissante et encombrante.

En Algérie l'espèce est localisée en générale dans les régions de moyenne altitude du tell .

Elle fleurit à la fin de l'été et au début de l'automne (Août –octobre).

I.2.11.3. Noms communs :

Italie : *Inula cepittoni*, Prucara, Pruteca

Autre appellation : *Dittrichia viscosa* Greuter (G.), *Cupularia viscosa* G.

I.2.11.4. Utilisation [10]:

- Les poils des feuilles, peuvent être appliqués directement sur une plaie. Ils permettent la cicatrisation en rapprochant les chairs tout en ayant une action coagulante.
- La lutte biologique contre la mouche d'olive.
- Pour obtenir des médicaments antimigraineux

CHAPITRE II

*A PROPOS DES HUILES
ESSENTIELLES*

Chapitre II : A propos des huiles essentielles

II.1. Un peu d'histoire :

Les traces d'utilisation de l'aromathérapie remontent à plus de 7000 ans (les premières traces chez les aborigènes d'Australie avec la fumigation). On trouve des inscriptions datant de 4000 ans en Mésopotamie et des écrits égyptiens datant de 3500 ans. Les Égyptiens obtenaient des huiles essentielles en pressant des plantes.

Les Romains utilisaient également les huiles essentielles. Mais la grande épopée des huiles essentielles débute au 15^{ème} siècle jusqu'en **1935**, date à laquelle elle fut reléguée en arrière-plan avec la découverte de la pénicilline....

En 1937, le chimiste français René-Maurice Gatte fossé publia ses découvertes dans son livre intitulé "Aromathérapie". Il est considéré comme le père de l'aromathérapie moderne.

Durant la guerre de **1939-1945**, le Dr. Jean Valnet guérissait les blessures de guerre en utilisant des huiles essentielles. Les notions curatives des huiles essentielles furent vulgarisées par son premier livre: "**L'aromathérapie, traitement des maladies par les essences des plantes**" publié en **1964**.

De nos jours, l'aromathérapie retrouve ses lettres de noblesse grâce entre autres aux formations qui sont proposées aux médecins [12].

II.2.1. Définition des huiles essentielles :

La Commission de la Pharmacopée Européenne donne la définition suivante d'une huile essentielle : «Produit odorant, généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par distillation sèche, soit par un procédé mécanique approprié sans chauffage... » [13].

II.2.2. Quelques notions sur les huiles et les extraits des plantes :

✚ **Une huile** : est une substance, insoluble dans l'eau, d'origine végétale, animale ou minérale, grasse, elle est liquide à la température ordinaire.

✚ **L'essence** : (du latin *essentia*, de *esse* : être) est une substance aromatique naturelle secrétée par la plante. Pour les agrumes, on extrait principalement l'essence par expression du zeste. On devrait dire essence de citron et non huiles essentielles de citron.

Lors de sa transformation par distillation l'essence subit une modification biochimique et devient une huile essentielle. Donc L'huile essentielle est l'essence de la plante distillée.

Les essences ne sont pas des corps purs, presque toutes constituent des mélanges, on le reconnaît à l'inconstance de leur point d'ébullition. Sous le rapport de la composition, on les rangeait autrefois en trois classes, les essences hydrocarbonées, les essences oxygénées et les

Chapitre II : A propos des huiles essentielles

essences sulfurées. Ainsi beaucoup d'essences sont un mélange d'hydrocarbures et de substances oxygénées, et quant à celles-ci, aucun lien ne les rattache, car dans les essences oxygénées on trouve les fonctions chimiques les plus différentes : des aldéhydes, essence de cumin, de cannelle, etc. ; des acétones, essence de rue, etc. ; des phénols, essence de girofle ; des éthers, essence de gaultheria, etc [14].

✚ **Une huile essentielle** : Le terme d'huile essentielle s'applique uniquement à des essences **100%** pures et naturelles. Elles ne subissent aucune transformation, aucune dénaturation, reconstitution ou coupage à l'aide d'autres substances synthétiques ou naturelles.

✚ **Eau aromatique (hydrolat)** : Distillat aqueux qui subsiste après l'entraînement à la vapeur d'eau, après la séparation de l'huile essentielle

Les hydrolats contiennent les molécules chimiques des huiles essentielles, mais de façon dissoute (généralement moins de 5 %). Cette particularité permet certaines utilisations notamment chez les enfants et sur certaines parties du corps comme le visage sans risque dermocaustique ou irritatif [15].

✚ **Absolute** : Produit ayant une odeur caractéristique, obtenu à partir d'une concrète, d'une pommade florale ou d'un résinoïde) par extraction à l'éthanol à température ambiante. Note : la solution éthanolique est généralement refroidie et filtrée dans le but d'éliminer les *cires*. L'éthanol est ensuite éliminé par distillation.

✚ **Concrète** : Extrait à odeur caractéristique obtenu à partir d'une matière première fraîche d'origine végétale, par extraction au moyen d'un solvant non aqueux.

✚ **Résinoïde** : Extrait à odeur caractéristique obtenu à partir d'une matière sèche d'origine végétale, par extraction au moyen d'un solvant non aqueux [15].

II.2.3. Comment les huiles essentielles se forment-elles ?

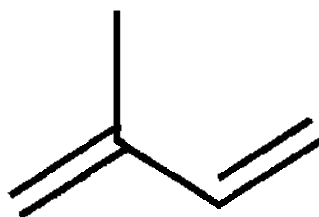
Dans une perspective hippocratique, l'univers est, notamment, composé de quatre éléments fondamentaux : l'air, le feu, l'eau et la terre. A partir de ces quatre éléments, les plantes, à la façon de véritables usines miniatures, fabriquent les milliards de tonnes de matière végétale. L'énergie est fournie par le rayonnement solaire.

Au printemps, les êtres végétaux (plantes et arbres), de terre et de lumière, stimulés par l'énergie solaire, enclenchent le processus de la synthèse chlorophyllienne pour fabriquer une grande variété de substances, des gommes, des corps gras, des acides et des sels de toutes sortes, des vitamines et, ... des huiles essentielles.

Le végétal absorbe le gaz carbonique de l'air dont il en conserve le carbone et en rejette l'oxygène. Il absorbe l'eau de la terre, dont il en conserve l'hydrogène et en rejette l'oxygène. Il opère la synthèse du carbone et de l'hydrogène retenus pour fabriquer la molécule aromatique

Chapitre II : A propos des huiles essentielles

de base qui est l'isoprène (C_5H_8). C'est par multiplication de cette molécule que naîtra la chaîne des terpènes et, par oxydation croissante, celle des molécules aromatiques extrêmement complexes et variées [16].



Isoprene

II.3. Les huiles essentielles :

Le terme 'huiles essentielles' est une dénomination collective pour toutes les substances odorantes, qui peuvent être isolées des végétaux. Une huile essentielle est une essence extraite des liquides aromatiques non huileux qui se trouvent naturellement dans diverses parties des plantes, des herbes, des fleurs, des fruits, des bois et des épices.

La quantité d'HE contenue dans les plantes est toujours faible, parfois très faible, voire infime. Il faut parfois plusieurs tonnes voire plusieurs dizaines de tonnes pour obtenir un litre d'huile essentielle. Pour rester précis sur l'obtention des HE, il existe différents procédés d'extraction mais, pour l'aromathérapie, ils n'assurent pas la qualité véritable des HE.

La composition d'une huile est très complexe et donc la reproduction en laboratoire ne peut être qu'en apparence identique et ne possèdera pas les propriétés que le végétal nous offre. En effet, les soins apportés pendant toutes les opérations partant de la culture à l'extraction, sont importants et déterminent la qualité d'une huile.

II.3.1. Composition Chimique des huiles essentielles:

Les huiles essentielles sont des mélanges, leur composition est complexe et variable. Elles sont constituées de différents composants terpènes, esters, cétones, phénols, et d'autres éléments. Leur composition chimique peut varier considérablement :

- Dans une même plante selon les organes (feuille, fleur, fruit, bois),
- Dans l'année selon la saison pour une même plante,
- Selon les conditions de culture pour une même souche végétale (ensoleillement, humidité, longueur du jour, fertilité du sol),
- Selon les races chimiques pour une même espèce (l'exemple classique est le thym avec 7 races chimiques. .

Chapitre II : A propos des huiles essentielles

II.3.1.1.composés terpéniques

II.3.1.1.1.Localisation :

Les terpènes sont trouvés dans tous les organes végétaux : fleurs, feuilles, rhizomes, écorces et fruits ou graines. Le nom a origine historique car les premiers membres du groupe ont été isolés de la térébenthine (terpentin). Ils sont formés par la polymérisation des unités à 5 atomes de carbone. Ils sont appelés aussi Isoprénoïdes car leur dégradation thermique libère le gaz isoprène.

Dans le cas des huiles essentielles, seuls seront rencontrés les terpènes les plus volatils, c'est à dire, ceux dont la masse moléculaire n'est pas trop élevée : monoterpènes et sesquiterpènes [17].

II.3.1.1.2.Classification des composés terpéniques:

La classification des terpénoïdes repose sur le nombre d'unités terpéniques C_5 [18].

- ✚ Hémiterpènes (une unité isoprène).
 - ✚ C10 : monoterpènes (deux unités isoprène).
 - ✚ C15 : sesquiterpènes (trois unités isoprène).
 - ✚ C20 : diterpènes (quatre unités isoprène).
 - ✚ C30 : triterpènes.
 - ✚ C40 : tetraterpènes (caroténoïdes).
 - ✚ C45 et C50 : queues terpéniques des molécules d'ubiquinone et de plastoquinones
- Au-delà : polyterpènes (caoutchouc).

❖ Monoterpènes:

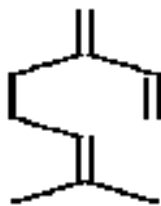
Se sont des composés à 10 carbones, souvent volatils, aromatiques et biologiquement actifs (bactériostatiques, signalisation plantes-insectes). Ils sont largement présents dans les résines et les huiles essentielles (exemples du pinène constituant majeur de l'essence de térébenthine et du menthol) [17].

On distingue trois classes de monoterpène : linéaires, monocycliques et bicycliques.

Terpènes acycliques [17] :

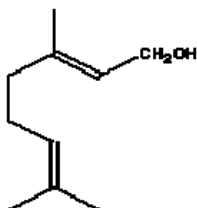
❖ **Hydrocarbures** : Ils ont tendance à se cycliser. A ces terpènes se rattachent à un certain nombre de produits naturels à fonctions chimiques spéciales surtout les alcools et les aldéhydes

Chapitre II : A propos des huiles essentielles



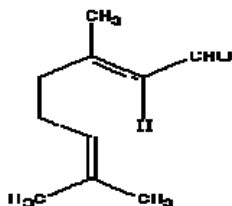
Myrcène

- ❖ **Alcools** : Le géraniol se rencontre dans les essences de rose, de Citronnelle et de Géranium rosat.



Géraniol

- ❖ **Aldéhydes** : Le citral, correspondant au géraniol se trouve dans les essences de Citron et de la verveine odorante.



Citral

Terpènes monocycliques [17] :

On distingue :

- ❖ Les dérivés des hydrocarbures en C₁₀H₁₆ contenant deux doubles liaisons.
Ils sont tous liquides.
- ❖ Les dérivés des hydrocarbures en C₁₀H₁₈ contenant une double liaison comme les terpinéols, très répandus à l'état libre et estérifié dans les huiles essentielles.
- ❖ les dérivés des hydrocarbures en C₁₀H₂₀ comme les menthanes, hydrocarbures saturés, n'existent pas à l'état naturel, mais on trouve les dérivés correspondants : Le menthol (le menthol naturel est le l-menthol) et la menthone (cétone) dans les essences de Menthe.

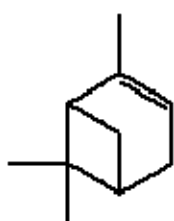
Chapitre II : A propos des huiles essentielles



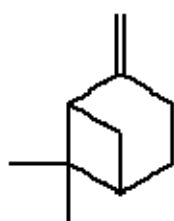
Menthol

Terpènes bicycliques [17]:

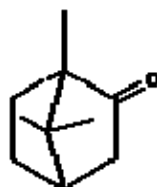
Les hydrocarbures ont une double liaison et un pont, le deuxième cycle ayant 2,3 ou 4 atomes de carbones communs avec le premier :



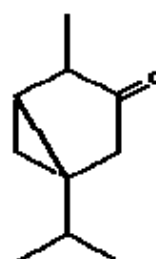
α -pinène



β -pinène



Camphre



thuyone

❖ Sesquiterpènes [19] :

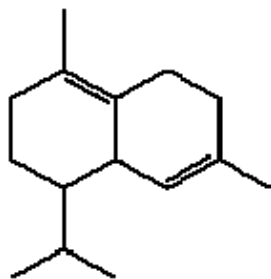
Ce sont des hydrocarbures de formule $C_{15}H_{24}$ ($n=3$), soit une fois et demie (sesqui) la molécule des terpènes vrais ($C_{10}H_{16}$). On distingue :

- **Composés acycliques** : On peut citer le farnésène et le farnésol qui un sesquiterpène linéaire de nombreuses huiles essentielles, abondamment utilisé en parfumerie.
- **Composés bicycliques** : Le cadinène (du goudron de Cade) .
- **Composés tricycliques** : Les santalènes (du Santa) et les santalols qui l'alcools correspondants des santalènes.

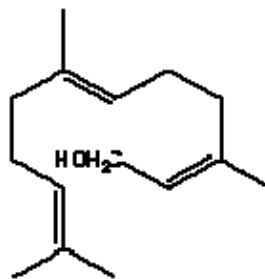
On peut rattacher aux sesquiterpènes, en raison de leur structure, des lactones comme la santonine, l'hélénine, substances non volatiles mais sublimables.

Un groupe particulier de sesquiterpènes est représenté par les azulènes, composés instables dont le nom vient de leur coloration bleue et qui sont importants en pharmacognosie en raison de leurs propriétés anti-inflammatoires [19].

Chapitre II : A propos des huiles essentielles



cadinène



farnésol

❖ **Gibbérellines (Di-terpènes) :**

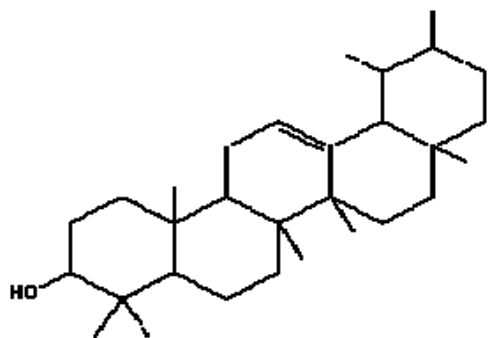
Composés terpénique à 20 atomes carbones. On retrouve parmi les dérivés de diterpènes la queue phytol des chlorophylles α et β , les résidus terpéniques du tocophérol (vitamine E) et de la phylloquinone (vitamine K_1).

Ces composés ont un point d'ébullition élevé, ils se rencontrent surtout dans les résines. [17,19]:

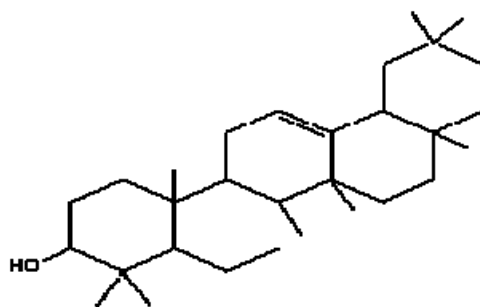
❖ **Triterpènes :**

Ces composés en C_{30} ($n=6$) sont très répandus, notamment dans les résines, à l'état libre, estérifié, ou sous forme hétérosidique.

- **Composés aliphatiques** : Le squalène, surtout rencontré dans le règne animal, se trouve également dans l'insaponifiable d'huiles végétales (Olive, Lin, Arachide). C'est un intermédiaire dans la biogenèse des triterpènes cycliques et des stéroïdes.
- **Composés tétracycliques.**
- **Composés pentacycliques** : Ils sont très fréquents chez les plantes. On les classe entrais groupes ; suivant les alcools en $C_{30}H_{50}$ dont ils dérivent.
 - α -Amyrine : On trouve dans ce groupe : l'acide ursolique, très répandu surtout chez les Ericacées et les Labiées.
 - β -Amyrine c'est le constituant principal de la résine d'Elémi de Manille
 - L'acide oléanolique (Olivier, Aubépine). [19]



α -amyrine



β -amyrine

Chapitre II : A propos des huiles essentielles

- **Polyterpènes :**

Ce sont des macromolécules, composées d'un grand nombre d'unités d'isoprène ; dans le règne végétal ; on trouve : Le caoutchouc de poids moléculaire 150 000 environ et la gutta, de poids moléculaire 100 000 environ [19].

II.3.2. Propriétés physiques des huiles essentielles :

Les huiles essentielles sont :

- Liquides à température ambiante.
- De consistance huileuse mais non grasse.
- Volatiles telle que leur volatilité augmente avec la chaleur.
- Insolubles dans l'eau (presque toujours plus légère que l'eau).
- Souvent odorantes et colorées.
- Les huiles essentielles s'enflamment facilement.
- solubles dans les huiles végétales et dans l'alcool jusqu'à un certain pourcentage.

II.3.3. Variation de qualité d'une huile essentielle:

La qualité d'une huile essentielle dépend de plusieurs facteurs :

➤ **L'espèce et l'origine botanique** : Il existe par exemple plusieurs espèces de Lavande (vera, spica, stoechas,...) et même dans chacune de ces espèces plusieurs variétés cultivées ou sauvages, source d'huiles essentielles au pouvoir thérapeutique plus ou moins marqué.

Les huiles essentielles de thym peuvent provenir de *thymus vulgaris* ou de *thymus serpyllum* ou d'autre genre de *thymus* de là la nécessité de bien préciser ses variétés.

L'origine botanique de l'huile essentielle est souvent omise (non identifiée) ou fautive. Une erreur classique se retrouve aussi avec l'huile essentielle de Cèdre (*cedrus atlantica* L.) qui ne pousse que dans les massifs montagneux du Maghreb. Or, l'origine géographique mentionnée généralement est USA où l'on ne trouve que le *Juni- Perus Virginia* qui produit une huile essentielle semblable et meilleur marché [20] .

➤ **Le chimiotype** : Suivant la nature des sols et des climats locaux, une même espèce botanique se subdivise en variétés de composition bio- chimique différente qui donneront des huiles essentielles aux propriétés variables.

Dans le cas Romarin, il existe plusieurs variétés : celle de Provence et du Languedoc donne une huile essentielle riche en camphre toxique, pour le foie alors que celle de Corse et d'Espagne contient un ester et une cétone qui régularisent les fonctions hépatobiliaires.

Chapitre II : A propos des huiles essentielles

➤ **Le cycle végétatif** : Les constituants et le rendement d'une huile essentielle peuvent varier suivant le moment où celle-ci est récoltée. En début de floraison, les menthes ne fournissent pas une huile essentielle riche en menthol comme à la fin de leur maturation.

L'huile essentielle de Sarriette des montagnes n'est riche en phénol qui conditionne son effet thérapeutique qu'à la fin de l'été.

➤ **Les facteurs d'environnement** : Par exemple une plante aromatique de culture trop irriguée ou encore une plante sauvage récoltée en période pluvieuse ne produira que peu d'huile essentielle et de moindre qualité.

II.3.4. Les pouvoirs des huiles [21] :

II.3.4.1. Pouvoir antibactérien : Les molécules aromatiques possédant le coefficient antibactérien le plus élevé sont les phénols : carvacrol, thymol, eugénol.

Les monoterpénols « des alcools à 10 carbones » se situent juste après : géraniol, linalol, citronnellol, thujanol, terpinéol, menthol. Par ailleurs, les monoterpénols stimulent les défenses naturelles.

Les aldéhydes manifestent une certaine puissance antibactérienne : néral, géraniale, citronnellal, cuminal.

Les cétones présentent un intérêt dans le traitement des états infectieux : verbénone, thuyone, cryptone, menthone, D. carvone, bornéone, fenchone .

II.3.4.2. Antifongique : Les infections fongiques sont d'une actualité criante car les antibiotiques prescrits de manière abusive favorisent leur extension. Les alcools sesquiterpéniques et les lactones sesquiterpéniques. Par ailleurs, les mycoses (candida) ne se développent pas sur un terrain acide. Ainsi, il faut chercher à alcaliniser le terrain.

Parmi les HE antifongiques : Cannelle, Eucalyptus citronné, Niaouli, Palmarosa, Ravensare, Tagète, Romarin cinéole, Calophyllum (huile végétale)

II.3.4.3. Antiseptique : Les aldéhydes et les terpènes sont réputés pour leurs propriétés désinfectantes et antiseptiques et s'opposent à la prolifération des germes pathogènes. Alors que les hôpitaux sont confrontés à des problèmes insurmontables.

Les HE sont efficaces. La désinfection des locaux, des salles de réanimation et des chambres de malades peut faire appel à la diffusion d'HE riches en alcools et oxydes terpéniques.

Eucalyptus radiata est très intéressant en période hivernale pour l'assainissement de l'air des habitations. C'est l'HE la plus agréable à respirer, son odeur est fine et aérienne

II.3.4.4. Anti-arythmique : Certains esters (acétate de bornyle de l'Ylang-ylang) sont de bons régulateurs cardiaques.

Chapitre II : A propos des huiles essentielles

II.3.4.5. Antiparasitaire : Le groupe des phénols possède une action puissante contre les parasites. Les alcools mono terpéniques et les oxydes ont une action proche des précédentes.

De même les cétones et les lactones (présentent une certaine toxicité).

Citons : Cannelle, Clous de girofle , Ravensare.

II.3.4.6. Les HE sont calmantes et facilitent le sommeil :

De nombreuses molécules présentent un grand intérêt pour favoriser la détente et le sommeil.

Les aldéhydes terpéniques ; les éthers et esters de Lavande, les alcaloïdes terpéniques, et le terpinéol du Ravensare facilitent grandement l'induction du sommeil.

II.3.4.7. Antivirale (antivirus) :

Les virus donnent lieu à des pathologies très variées dont certaines posent des problèmes non résolubles aujourd'hui. Les réponses classiques à ces infections étant très limitées.

Les huiles essentielles constituent une aubaine pour traiter ces fléaux infectieux. Plus d'une dizaine d'huiles essentielles ont des propriétés antivirales.

Les virus sont très sensibles aux molécules aromatiques et certaines pathologies virales graves se trouvent très nettement améliorées grâce à elles. De plus, les cellules saines des patients utilisant des HE, acquièrent une résistance toute particulière vis-à-vis de la pénétration virale.

II.3.4.8. Anti –oxydants :

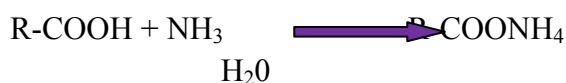
De nombreux composés responsables du pouvoir antioxydant ont été identifiés. Ce sont surtout des phénols et polyphénols.

II.3.4.9. Eliminations des odeurs indésirables des gaz [22] :

Les réactions chimiques entre les gaz odorants et les huiles essentielles occupent une place importante dans l'élimination des odeurs et sur ce point, elles se distinguent des systèmes traditionnels dans la lutte contre les mauvaises odeurs. En cas de réaction chimique, les odeurs sont non seulement couvertes, mais activement éliminées. Ces réactions donnent naissance à des produits, qui sont inodores ou qui présentent des senteurs différentes.

Les huiles essentielles sont particulièrement efficaces dans l'élimination de l'acide sulfhydrique, l'ammoniaque, les amines, les mercaptans et le dioxyde de sulfure.

Une réaction entre l'acide carboxylique et l'ammoniaque illustre une réaction de condensation possible, les réactions de condensation sont des processus efficaces dans la neutralisation des odeurs.



Sachant que :

R-COOH : huile essentielle avec fonction d'acide carboxylique.

Chapitre II : A propos des huiles essentielles

NH₃ : ammoniacque (en forme gazeuse).

R-COONH₄ = sel solide récupéré après évaporation de l'eau.

Cette méthode a fait ses preuves depuis longtemps. Cependant, le fait que des composants d'huiles essentielles sont impliqués activement dans l'élimination des odeurs, est une découverte relativement récente

II.3.5.les précautions et contre-indication sur les huiles essentielles:

A titre indicatif, voici quelques huiles essentielles à éviter si vous présentez une de ces affections:

- ✚ Hypertension : ne pas utiliser d'huile essentielle de romarin.
- ✚ Epilepsie : ne pas utiliser d'huile essentielle d'aneth odorant, de camphre, d'hysope officinale, ni de thuya.
- ✚ Maladie rénale : genévrier.
- ✚ Terrain allergique : menthe poivrée, mélisse, cannelle de Ceylan.

Les huiles essentielles sont des produits puissants, et demandent pour certaines des précautions d'emploi. Elles sont aussi fragiles, et nécessitent d'être protégées de l'air et de la lumière. Les changements brutaux de température et le mélange à l'alcool les altèrent également [23].

II.3.6.Conservation des huiles essentielles :

La conservation des huiles essentielles est délicate. Trois facteurs interviennent dans l'altération des huiles essentielles:

- La température : obligation de stockage à basse température (entre 8°C et 25°C), surtout pour les essences.
- La lumière : stocker dans l'obscurité et dans un récipient opaque, marron de préférence.
- L'oxygène de l'air : bien reboucher le flacon.

La durée de conservation admise est de 2 ans à 5 ans pour les huiles essentielles et 1 an à 2 ans pour une essence.

II.3.7.Méthodes d'analyse d'une huile essentielle :

- **Le chromatographe en phase gazeuse (CPG) :**

Le rôle du chromatographe est de séparer les constituants d'un mélange. La chromatographie en phase gazeuse est réservée à l'analyse de composés relativement volatils et thermiquement stables. Le chromatographe en phase gazeuse est constitué de trois modules : un injecteur, une colonne capillaire dans un four et un détecteur [24].

Chapitre II : A propos des huiles essentielles

- **Chromatographie liquide-liquide (HPLC):**

C'est la chromatographie liquide à la haute performance HPLC. Elle convient parfaitement à la séparation des molécules mal séparées par chromatographie d'adsorption. Le phénomène mis en jeu est un phénomène de partage entre deux liquides non miscibles. Beaucoup de composés terpéniques ont été séparés par ce procédé [25].

- **La chromatographie sur couche mince (CCM) :**

On dépose une goutte de la substance à analyser sur un support appelé phase fixe (souvent une plaque recouverte de silice) dont la base trempe dans un liquide appelé "éluant" qui migre le long de la phase fixe par capillarité.

Les constituants de la substance analysée sont entraînés par l'éluant et migrent à des vitesses différentes selon leur nature [26].

- **Spectrométrie de masse (SM) :**

C'est une technique de détection extrêmement sensible qui permet de déterminer des structures moléculaires. Elle permet de déterminer la masse moléculaire, de corrélérer le spectre d'un composé avec sa structure, d'expliquer des mécanismes de ruptures de liaisons. Par spectrométrie de masse, on peut réaliser des analyses qualitatives et quantitatives.

la Meilleure technique d'analyse des huiles essentielles reste toujours celle de la Chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectre de masse ; qui permet d'avoir la composition qualitative et quantitative [24].

- **Chromatographie en phase gazeuse couplée au spectromètre de masse :**

Le spectromètre de masse est souvent couplé avec un système de chromatographie en phase gazeuse, et cette association, d'une méthode séparative et d'une méthode d'identification, permet d'étudier des mélanges complexes à l'état de traces (quelques nanogrammes de mélange).

CHAPITRE III

**PROCEDES DE RECUPERATION
DES HUILES ESSENTIELLES ET
DES CONCRETES**

Chapitre III: Procédés de récupération des huiles essentielles et des concrètes

Introduction :

L'origine de l'extraction de principes actifs végétaux se perd dans la nuit des temps. L'homme a en effet découvert très tôt les bienfaits des végétaux et les premières techniques pour en retirer ce que l'on appelle aujourd'hui un "extrait". Ces premiers extraits étaient obtenus par extraction aqueuse essentiellement ou fermentation alcoolique et selon des procédés tels que l'infusion, la macération, la décoction ou l'hydrodistillation. La simplicité de ces procédés, les outils, les matériaux ou encore les modes de chauffe d'alors faisaient que l'extracteur était un homme d'art plutôt que de science. [27]

III.1 La distillation :

Ce procédé ancien fut importé en Europe par les Arabes entre le VIII^e et le X^e siècle l'invention de l'alambic mais le principe était déjà connu des Grecs et des Egyptiens dès le IV^e ou le III^e siècle avant Jésus Christ. Elle a pour but d'entraîner avec la vapeur d'eau les constituants volatils des produits bruts, elle est très efficace pour la lavande, les racines d'iris, le vétiver, le bois de santal, les feuilles de géranium. [28-29].

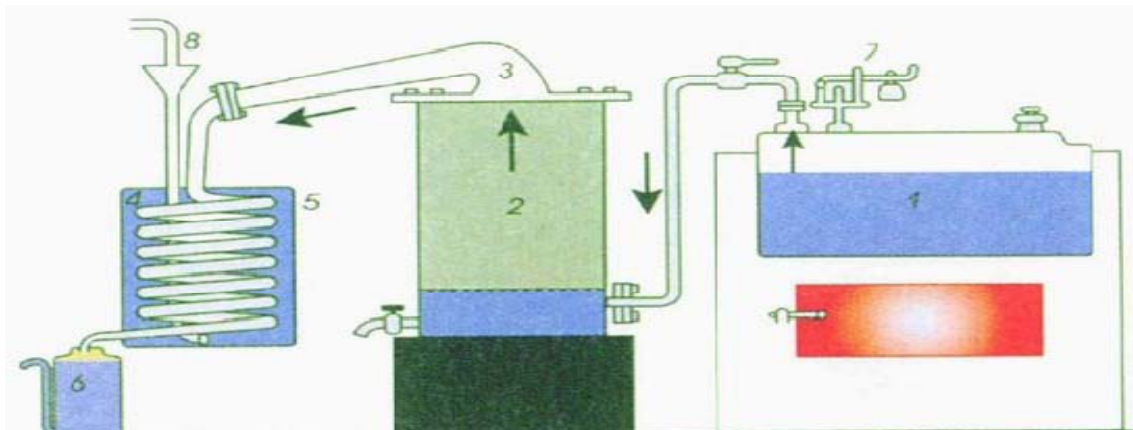
Cette technique d'extraction des huiles essentielles est basée sur l'existence d'un azéotrope de température d'ébullition inférieure aux points d'ébullition des deux composés, l'huile essentielle et l'eau, pris séparément. Ainsi, les composés volatils et l'eau distillent simultanément à une température inférieure à 100 °C sous pression atmosphérique. [29]

Il existe précisément trois différents procédés utilisant ce principe: l'entraînement à la vapeur d'eau, l'hydrodistillation et l'hydrodiffusion.

III.1.1 la distillation par entraînement à la vapeur d'eau:

Dans ce type de distillation, la vapeur d'eau libérée par la chaudière traverse la matière végétale, placée sur une grille dans l'alambic (**figure III.1**), ces vapeurs détruisent la structure des cellules végétales, libèrent les molécules contenues et entraînent les plus volatiles en les séparant du substrat cellulosique. Chargée de l'essence, elle se condense dans le serpentin du condenseur, est récupérée dans un essencier avant d'être séparée en une phase aqueuse et une phase organique : l'huile essentielle [29].

Chapitre III: Procédés de récupération des huiles essentielles et des concrètes



1 - Générateur de vapeur 2 - Alambic 3 – Chapiteau 4 - Serpentin 5 - Condenseur
6 - Décanteur 7 – Soupape de sécurité 8 - Alimentation en eau froide

Figure III.1: Schéma d'une installation d'entraînement à la vapeur d'eau [28].

L'essence ainsi obtenue n'est pas toujours identique à celle contenue dans la plante: certains constituants sont plus ou moins soustraits à l'essence par dissolution dans l'eau, et certains esters ont pu être partiellement hydrolysés [30].

III.1.2 l'hydrodistillation:

Dans cette méthode Le matériel végétal est immergé directement dans un alambic rempli d'eau placé sur une source de chaleur. Le tout est ensuite porté à ébullition. Les vapeurs hétérogènes sont condensées dans un réfrigérant et S'huile essentielle se sépare de l'hydrolat par simple différence de densité [29].

III.1.3 L'hydrodiffusion :

Cette technique relativement récente est particulière. Elle consiste à faire passer, du haut vers le bas et à pression réduite, la vapeur d'eau au travers de la matrice végétale. Le principe de cette méthode réside dans l'utilisation de la pesanteur pour dégager et condenser le mélange « vapeur d'eau – huile essentielle » dispersé dans la matière végétale [30].

Chapitre III: Procédés de récupération des huiles essentielles et des concrètes

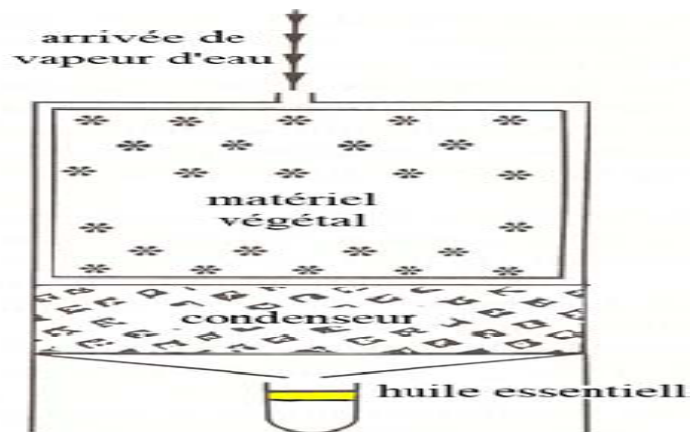


Figure III.2: Schéma type d'une installation de l'hydrodiffusion [30].

L'avantage de cette méthode est d'être plus rapide donc moins dommageable pour les composés volatils. Cependant, l'huile essentielle obtenue avec ce procédé contient des composés non volatils ce qui lui vaut une appellation spéciale: « essence de percolation » [30].

III.1.4. La distillation « sèche » :

Il s'agit d'une méthode d'extraction des huiles essentielles caractéristique des végétaux fragiles tels que les pétales de rose. Le principe est le même avec l'entraînement à la vapeur sauf que la chauffe est effectuée une température modérée.

Cette technique présente un avantage certain au niveau de la qualité d'huile essentielle récupérée puisque l'extraction se déroule à une température inférieure à 100°C, ce qui évite la dénaturation de certaines molécules thermosensibles, mais elle aboutit cependant à des rendements extrêmement faibles en huile essentielle [30-31].

III .2 Extraction par les solvants volatils :

III.2.1.Principe :

À la fin du XIX siècle on met au point une nouvelle méthode d'extraction, c'est l'extraction par les solvants volatils. Cette façon de procéder permet de s'occuper de fleurs qui ne donnent pas de bons rendements avec la distillation [32].

Les solvants mis en œuvre sont le cyclohexane, qui a remplacé le benzène, des carbures aliphatiques tels que le butane, le pentane et surtout l'hexane [33]. Ces solvants ont un pouvoir d'extraction plus élevé que l'eau si bien que les extraits ne contiennent pas uniquement des composés volatils mais également bon nombre de composés non volatils tels que des cires, des pigments, des acides gras et bien d'autres. Dans le cas des extraits à l'aide de corps gras, un lavage à l'éthanol permet l'élimination de ces composés non désirables. La

Chapitre III: Procédés de récupération des huiles essentielles et des concrètes

solution alcoolique ainsi récoltée est refroidie jusqu'à -10 °C pour en séparer les cires végétales qui se solidifient. Après distillation de l'alcool, le produit obtenu est appelé "absolu" et sa composition se rapproche de celle d'une huile essentielle (figure III.3) [34].

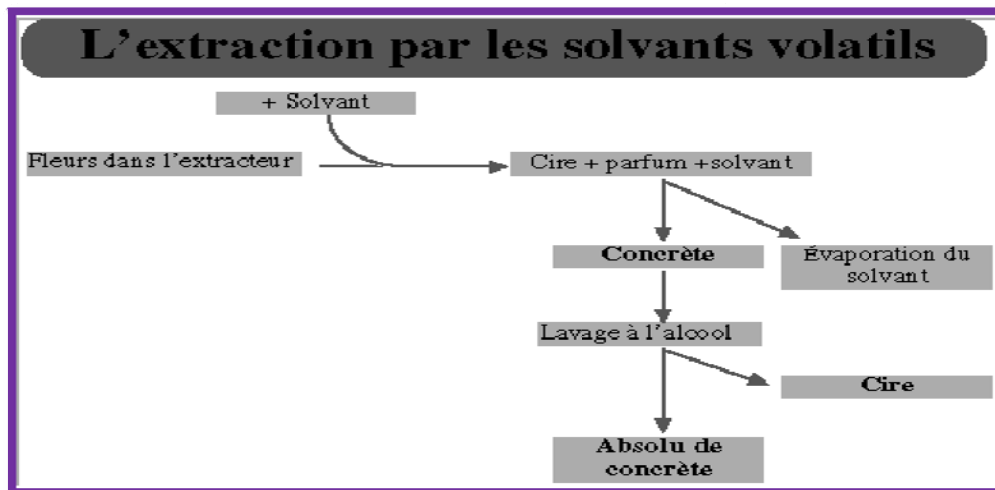


Figure III.3 : schéma représentant les étapes de l'extraction par solvant volatil [32].

Cependant, depuis quelques décennies, l'extraction par solvant à l'échelle laboratoire a connu d'intéressantes améliorations l'extraction dans un Soxhlet, l'hydrodistillation-extraction simultanée, et l'extraction accélérée par solvant (ASE) (se fait à l'échelle industrielle) [35].

III.2.2 Extraction dans un Soxhlet:

L'extraction dans un soxhlet est réalisée en enceinte fermée. Le principe est de passer à travers la matière à traiter contenue dans une cartouche de cellulose, un flux descendant de solvant toujours neuf puisque distillé à chaque cycle. Cette technique permet de renouveler le solvant sans intervenir sur le dispositif. Malgré cette méthode est efficace et économique en solvant mais elle présente des inconvénients tels que : La dégradation de certaines substances chimiques a cause de chauffage, La taille de la cartouche limitée (quantité de matière à extraire limitée), ainsi que la durée d'extraction qu'est longue (8h- 12h) [35,36].

III.2.3Extraction fractionnée par solvants au Soxhlet :

Les divers composés présents dans la matrice végétale ont une affinité propre envers différents solvants (de polarité différente). Ainsi, il est possible de fractionner grossièrement ces composés en effectuant des extractions séquentielles avec différents solvants [37].

Ce type d'extraction est basé sur le même principe que l'extraction au Soxhlet décrit précédemment. La différence réside dans l'utilisation de plusieurs solvants qui nécessite l'interruption des cycles. Le changement de solvant s'effectue en vue d'obtenir une polarité

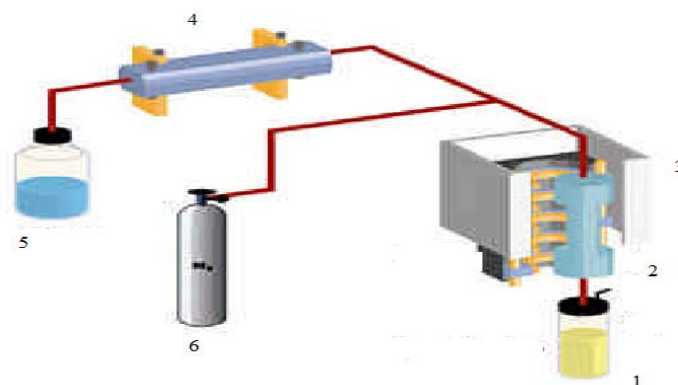
Chapitre III: Procédés de récupération des huiles essentielles et des concrètes

croissante, tandis que la durée de l'extraction est déterminée en fonction des informations connues sur la solubilité des produits ciblés [38].

III.2.4 L'extraction accélérée par solvant « Accelerated Solvent Extractor» (ASE) :

La méthode ASE repose sur le même principe que la méthode du Soxhlet. Elle fonctionne à des températures et des pressions élevées de façon à accroître l'efficacité de l'extraction. L'extraction s'effectue dans des cellules métalliques contenant une masse de broyat connue et se déroule automatiquement selon les étapes décrites ci-dessous [33] :

- Chargement des cellules contenant le broyat de graines.
- Remplissage des cellules par le solvant.
- Chauffage et mise sous pression des cellules.
- Renouvellement du solvant dans les cellules.
- Purge du solvant des cellules par du N_2 .
- Récupération du mélange huile-solvant prêt à l'évaporation.



1: cellule de récupération, 2: cellule d'extraction, 3: four, 4: pompe, 5: solvant, 6 : bouteille de N_2 .

Figure III.4: Principe et composantes de L'extraction accélérée par solvant (ASE) [33].

III.3 Extraction par le dioxyde de carbone supercritique :

Avec une faible température critique ($31^\circ C$), le dioxyde de carbone CO_2 se positionne en tête des fluides supercritiques industriels, il permet de développer des procédés à basse température pour des produits thermosensibles. Il présente par ailleurs de nombreuses propriétés qui en font un solvant de choix (non toxique, incolore, inodore et ininflammable et peu coûteux) ce qui permet des conditions de sécurité supérieures [39].

Chapitre III: Procédés de récupération des huiles essentielles et des concrètes

Un procédé d'extraction par CO₂ supercritique fonctionne en circuit fermé. Il comporte des organes de mise en pression (pompe) et en température (échangeur) afin d'amener le CO₂ au-dessus de son point critique. Le produit à traiter est placé dans un extracteur traversé par le flux de CO₂ supercritique. Le fluide se charge en composé extrait, puis il est détendu, passe en phase gazeuse et se sépare du composé extrait, ce dernier est recueilli dans un séparateur [40]

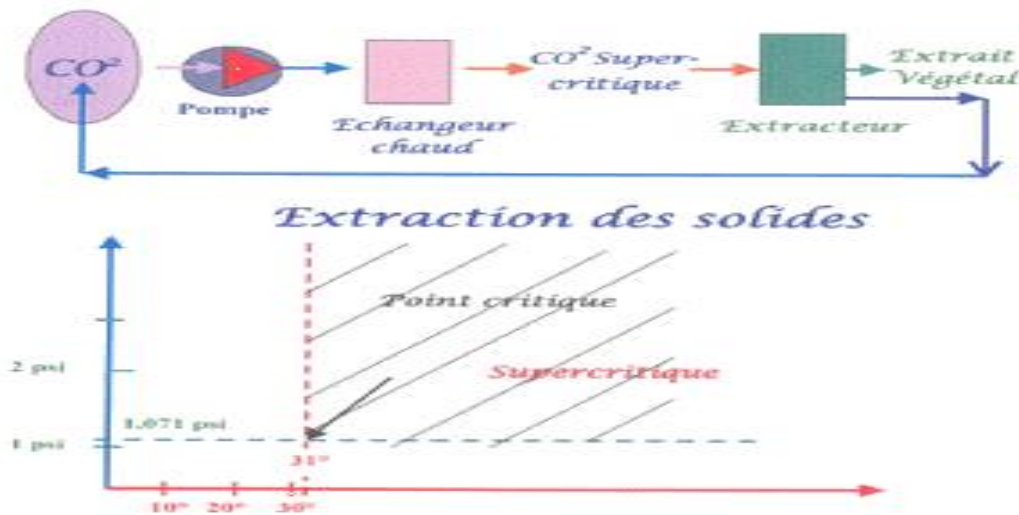


Figure III.5 : Schéma d'une installation d'extraction par CO₂ supercritique [40].

L'avantage de cette extraction est qu'à la fin du procédé, on obtient des extraits 100% naturels, sans traces de solvant.

L'extraction au CO₂ supercritique est donc actuellement le moyen le plus écologique et technologique d'obtenir des actifs végétaux de très haute qualité. Ce sera donc un solvant de choix pour les applications dans les industries alimentaires, pharmaceutiques, cosmétologiques, le seul inconvénient qui empêche le développement de cette technologie est le coût élevé des appareillages lié à l'application de pressions relativement élevées et nécessitant des équipements en matériaux spéciaux [41].

III.4 Extraction par micro-ondes :

Depuis 1986, avec les travaux de Ganzler et coll de nombreuses matrices dont la matière végétale ont été soumises à une extraction assistée par micro-ondes et ont fait l'objet de plusieurs expériences. L'extraction assistée par micro-ondes a connu de profonds changements. A l'heure où rapidité, efficacité, et sélectivité sont devenus les caractéristiques principales d'une bonne technique d'extraction [35].

Chapitre III: Procédés de récupération des huiles essentielles et des concrètes

L'extraction par micro-ondes regroupe différents procédés parmi lesquels :

- le VMHD : « vacuum microwave hydrodistillation » ou hydrodistillation par micro-ondes sous vide.
- le MAE : « microwave assisted extraction » ou l'extraction par solvant assistée par micro-ondes].
- La SFME « Solvent-free microwave extraction » l'extraction sans solvant assistée par micro-ondes .

Pour certaines matières premières, les huiles essentielles extraites par ce procédé sont des produits nouveaux car leur composition chimique et leurs caractéristiques sont différentes des huiles traditionnelles. Parmi les cas les plus intéressants, on peut citer les plantes à huiles essentielles "fragiles", contenant des composés thermosensibles ou facilement hydrolysables, et les plantes à durée d'extraction particulièrement longues [42].

III.5 Autre procédés d'extraction :

III .5.1 Expression à froid:

L'expression à froid est réservée à l'extraction des composés volatils dans les péricarpes des hespéridés. Il s'agit d'un traitement mécanique qui consiste à déchirer les péricarpes riches en cellules sécrétrices. L'essence libérée est recueillie par un courant d'eau et reçoit tout le produit habituel de l'entraînement à la vapeur d'eau, d'où la dénomination d'huile essentielle [43].

III.5.2 L'enfleurage :

C'est la mise en contact de la matière végétale avec un corps gras en vue d'extraire les constituants solubles. La matière grasse solide est étendue sur des plaques de verre disposées au fond d'un cadre en bois; On dispose les fleurs sur la surface de la graisse, et on les renouvelle après un certain temps. Jusqu'à ce que la pommade ait la richesse voulue. Ce procédé fournit une pommade ou une huile parfumée, qu'il faut alors traiter par l'alcool à 96° dans une batteuse avec agitateur mécanique pour en extraire les principes essentiels. Refroidie à 10°C ou à 15°C, pour séparer la faible quantité de graisse dissoute, la solution alcoolique ainsi obtenue prend de nom d'extrait ou d'esprit et, après une distillation lente qui élimine le solvant on recueille une essence ou un concentré de pommade ou une essence absolue [44-45].

CHAPITRE IV

LES TRAVAUX ANTERIEURS

Chapitre IV : Les travaux antérieurs

Introduction :

L'inule visqueuse saluée comme le "*Roi des plantes médicinales*", est connue dans le bassin méditerranéen depuis longtemps. Elle est utilisée par les anciens, en partie ou en totalité sous plusieurs formes, poudre, infusion, tisane pour soulager ou guérir ou améliorer le bien être de l'homme.

Aujourd'hui, cette plante est connue par son pouvoir antifongique, antiseptique, antibactérien et ses propriétés anti-inflammatoires et antioxydant,....

C'est pour cette raison, les chercheurs médecin, botaniste et chimiste ont publié plusieurs études basées sur le mode d'extraction des huiles essentielles d'*Inula viscosa*, sa composition et l'évaluation des différents pouvoirs qu'elles peuvent contenir.

Parmi ces publications, on peut citer les suivantes :

- Une étude publiée en **1981** par la scientifique russe **Belova L.F. Baginskaia [46]** sur les propriétés pharmacologiques de l'inule visqueuse du Japon. Elle a montré que ces HE contiennent des lactones de sesquiterpène ; une dose de 5-60mg/kg de poids exerce une action de stimulant sur le système nerveux central et les muscles lisses de l'intestin.

- **Bruno Marongia et Col [47]** de l'université de Cagliari en Italie, ont pu déterminer certains composés des essences de la plante tel que les flavonoïdes, les azulènes, les sesquiterpène, tous les extraits avaient une activité antifongique significative contre des dermatophytes même aux basses concentrations (0.01 mg/ml). La même étude est menée par **C. Cafarichia et Coll.** de l'université de Bari, Italie et a donné les mêmes résultats.

- En **1989 Rabbi Moshé ben Mimoun [48]** a montré que les huiles essentielles de l'inule visqueuse possèdent un pouvoir antipyrétique, propriété antifongique, elle est aussi utilisée pour la bronchite ; tuberculose ; anémie; et contre certaines maladies telles la malaria et les maladies du système urinaire.

- **C. Susplugas et coll [49]** ont étudié l'activité antiparasite des parties aériennes et des racines de l'*Inula viscosa*. Les données montrent une vraie action antifongique des parties aériennes du *Inula viscosa* tandis que les racines ne présentent aucune activité significative. Les résultats obtenus indiquent aussi que seulement les parties aériennes de l'inule visqueuse qui ont une activité significative antiparasitaire.

- En **2001** une étude publiée par **V. Hernandez et coll [50]** a montré que l'inviscolide, l'un des sesquiterpène lactones dans l'*Inula viscosa* agit en tant que l'usine principale de l'agent anti-inflammatoire.

Chapitre IV : Les travaux antérieurs

- **En 2006, N. Benhammou; F. Atik Bekkara [51]**, ont étudié le pouvoir antifongique de l'huile essentielle de l'inule visqueuse provenant de la région de Tlemcen.

Les moisissures retenues pour cette étude sont: *Aspergillus flavus* de référence (**AFR**) : 994294 ; *Aspergillus flavus* (**AF**) ; *Rhizopus stolonifer* (O1) ; *Trichoderma* sp (R3) ; *Fusarium* sp (**Fus**). Pour déterminer le pouvoir antifongique, on utilise des quantités des huiles essentielles (100 et 200ml) additionnées à 20ml de PDA Stérile.

les résultats obtenus montrent que l'activité inhibitrice de l'huile essentielle d'*Inula viscosa* est puissante, les pourcentages d'inhibition dépassent **50%** dans toutes les souches, il varie entre **56,75%** dans le cas d'*aspergillus flavus* de référence (AFR) et **84,11%** dans le cas de *Rhizopus stolonifer* à 200ml.

- **En 2006 Tédjini [52]** ; a fait une étude sur l'extraction des HE de l'inule visqueuse provenant de la région de Mascara. La plante a été cueillie à la fin du mois de mars. A cet effet trois procédés ont été utilisés :

- Une extraction à l'hexane par deux méthodes différentes, a savoir :
 1. Une extraction dans un soxhlet.
 2. Une extraction en continu
- une extraction par entraînement à la vapeur d'eau. (avec et sans cohobation).
- Une hydrodistillation.

Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau IV.1:rendement des huiles essentielles obtenues par différents procédés d'extraction.

Le procédé d'extraction	Extraction par le n -hexane dans un Soxhlet	extraction par le n-hexane en continu	entraînement à la vapeur d'eau	hydrodistillation
Rendement(%)	6.51	5.73	1.727	0.491

D'après ces résultats, on constate que l'entraînement à la vapeur d'eau est plus efficace par rapport à l'hydrodistillation car certains phénomènes physiques interviennent pour limiter le rendement de l'hydrodistillation.

- **En 2006**, l'étude menée par **Zeggwagh et coll [53]** a concerné les parties aériennes de l'inule visqueuse qui ont été préparées selon la méthode traditionnelle employée au Maroc (décoction) (1g de plante entière en poudre mélangée à 100 ml d'eau distillée bouillis pendant 10 minutes et puis refroidis pendant 15 minutes). Ensuite, l'extrait aqueux a

Chapitre IV : Les travaux antérieurs

été lyophilisé. L'extrait aqueux de l'inule visqueuse était rouge foncé coloré avec un rendement de 10%, sa os molarité moyenne était 60 mOsm/kg H₂O et pH 7.

Cette étude a montré que l'inule visqueuse possède une activité hypoglycémique mais non hypolipidémique.

- **En 2007, F. Zouache & F. AY [54]** ont fait une étude sur l'extraction des HE et des concrètes à partir des feuilles d'inula viscosa provenant de la région de Bordj Bou Arreridj.

Deux procédés d'extraction ont été utilisés :

- * l'entraînement à la vapeur d'eau : quatre essais ont été effectués dans des conditions différentes.
- * extraction dans un Soxhlet en utilisant deux solvants organiques : méthanol et pentane.

L'extraction par l'entraînement à la vapeur d'eau a donné les résultats suivant :

Tableau IV.2: rendement des HE obtenues par l'entraînement à la vapeur d'eau

N° d'essai	1	2	3	4
Lot	1	1 (l'essai est effectué une semaine après la cueillette)	2	3 (lot 1 et 3 sont provenant de deux régions différentes)
Taux d'humidité	26,01	21,98	16,04	34,11
Durée d'extraction	4	6	4	4
Masse de végétale	15	15	15	15
Rendement (%)	0.3384	0.3504	0.3696	0.1222

D'après ces résultats, on constate que le rendement en HE est influencé par plusieurs paramètres tels que la durée d'extraction, le temps de stockage, l'âge et la région de la plante.

L'extraction par solvant a montré que le solvant polaire (méthanol : 19.92%) a une grande capacité de dissolution par rapport au solvant apolaire (pentane : 4%).

- **En 2007**, une étude publiée en Europe menée par l'enseignant **P. Goetz [55]** sur la phytothérapie du diabète a montré que l'inule visqueuse possède un effet hypoglycémiant chez le rat diabétique. L'effet serait indépendant de la sécrétion d'insuline. Un effet antihyperglycémique a aussi été montré pour inula japonica.

- **En 2007** une étude menée par **F. Bssaibis et coll [56]** sur les différents extraits de dettrichia viscosa (L.) W. Greuter a montré la présence d'une activité biologique variable sur différentes souches bactériennes et fongiques.

Chapitre IV : Les travaux antérieurs

L'approche phytochimiques a permis l'évaluation du rendement et la caractérisation en composés actifs. Les résultats obtenus pour les deux axes ont été très prometteurs et encourageants.

- Une étude publiée **en 2008** par un groupe de scientifiques de l'université de Grenade appartenant au département de chimie organique et à l'institut de biotechnologie [57] a montré que l'inule visqueuse, peut servir pour obtenir des inhibiteurs de la vasodilatation neurogénique, ce qui pourrait bien être considéré comme un grand pas dans le traitement contre la migraine et le cancer.

- **En 2008** ; une étude clinique menée par l'entreprise israélienne « **Avisco Ltd** » [58] sur les propriétés pharmacologiques de l'inule visqueuse a montré que ces extraits possèdent plusieurs activités tels que : l'activité antifongique, antibactérien, antioxydant et anti-inflammatoire.

Une analyse chromatographique a permis d'identifier la composition chimique des HE d'*inula viscosa*, les principaux composants obtenus sont les suivants : **35%** tomentosin et sesquiterpène, lactones, **13.5 %** bioflavanoids, **0.5%** caroténoïdes, des stérols, des stérols, des saponines et des acides gras.

- **En 2009 [59]**: Une récente découverte a montré que les extraits d'inule visqueuse obtenus grâce a une extraction par solvant (hexane et dichlorométhane) sont capables d'inhiber la croissance et la télomérase des cellules du cancer du col de l'utérus porteuses de HPV (virus du papillome humain).

- **2009 F. Bssaibis et coll [60]** Ont fait une étude sur l'extraction des HE à partir des feuilles et des fleurs de *dittrichia viscosa* (L.) W. Greuter dans différents solvants (éthanol, méthanol et acétone). Les meilleurs rendements d'extraction ont été obtenus avec l'éthanol (31,72% et 28.82% respectivement pour les feuilles et les fleurs), suivi du méthanol et de l'acétone. Les tests antibactériens de différents extraits de *dittrichia viscosa* (l.) w. Greuter ont été opérés sur des souches bactériennes d'*Escherichia coli*, *staphylococcus aureus* et *staphylococcus epidermidis*.

Une activité antibactérienne optimale a été observée pour l'extrait des fleurs au méthanol.



**PARTIE
PRATIQUE**

CHAPITRE I

*EXTRACTION DES HUILES
ESSENTIELLES ET DES
CONCRETES DE L'INULE
VISQUEUSE*

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

Introduction :

Cette partie sera consacrée à l'étude d'extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse provenant de **Sidi Arcine**, commune de **Baraki**, située à 10 km au sud d'Alger

La plante a été cueillie durant la première moitié du mois de Mars que l'on notera lot n°1, le lot n°2 a été cueilli quatre jour après, lot °3 a été cueilli à la fin du mois de Mars contrairement au lot n °4 qui a été cueilli au début du mois de Mai.

Les parties de la plante utilisées sont les feuilles.

A cet effet trois procédés d'extraction ont été utilisés :

- Une extraction par entrainement à la vapeur d'eau à l'échelle semi pilote :
 1. Cas du petit extracteur.
 2. Cas du grand extracteur.
- Une hydrodistillation à l'échelle laboratoire.
- Extraction par solvant en utilisant les solvants suivants:
 1. Solvants polaires : éthanol, méthanol et l'acétate d'éthyle.
 2. Solvants apolaires : pentane, hexane, heptane et l'éther de pétrole.

Avant d'entamer les procédés d'extraction, il est nécessaire de donner une méthode de calcul du rendement R_{HE} en HE. Il est exprimé en pourcentage, c'est le rapport entre la masse de l'huile essentielle M_{HE} obtenue et la masse de matière végétale séchée utilisée M_{MVS} , exprimées dans la même unité de masse.

$$R_{HE} = (M_{HE} / M_{MVS}) * 100 \dots\dots\dots I.1$$

M_{MVS} est calculée par la formule suivante :

$$M_{MVS} = M * (1-H) \dots\dots\dots I.2$$

Tel que :

M: la masse de matière végétale utilisée.

H : Le taux d'humidité. Il est déterminé par distillation azéotrope au xylène dans un appareil de DEAN et STARK (annexe).

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

I.1 Extraction par entraînement à la vapeur à l'échelle semi pilote :

I.1.1 Présentation de l'installation :

Les essais d'extraction par l'entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de *L'inula viscosa* ont été effectués sur une installation d'extraction solide/fluide à échelle semi-pilote, conçue et réalisée au Département du Génie chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique [61]. L'installation est schématisée sur la **figure I.1**. Elle a été réalisée avec des éléments de récupération en verre spécial (EIVS) et la taille des différents équipements a été imposée par leur disponibilité.

La chaudière génératrice de vapeur est composée d'un ballon de capacité de **14 l**, placé dans un chauffe ballon. Le chauffage est assuré par trois résistances, de **500 W** chacune, enrobées dans la laine de verre. L'hémisphère supérieur du ballon chaudière est recouvert d'une calotte sphérique chauffante amovible, dans le but de diminuer les pertes thermiques et d'augmenter la puissance de chauffe. Ces résistances sont commandées par des disjoncteurs.

La vapeur d'eau libérée par la chaudière traverse la matière végétale, placée dans l'extracteur dans lequel se déroule l'opération d'entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle.

Deux extracteurs ont été réalisés, L'un d'une capacité de **20 l** appelé grand extracteur, a un diamètre intérieur de **22,3 cm** et un diamètre extérieur de **24,8 cm**, de hauteur **51 cm** et un rapport hauteur sur diamètre de **2,3** tandis que l'autre « petit extracteur » a une capacité de **6 l**, un diamètre intérieur de **10 cm**, un diamètre extérieur de **11,5 cm**, de hauteur **77 cm** s un rapport hauteur sur diamètre de **7,7**

Le condenseur est tubulaire à serpentin, constitué de trois tubes enroulés. La surface d'échange offerte par le système ainsi obtenu est de **0,73m²**. Le flux de vapeurs sortant de l'extracteur a été envoyé dans le serpentin, alors que l'eau de refroidissement circule à contre-courant, enveloppant le serpentin. Le distillat sortant du condenseur est récupéré dans un récipient. [61,62].

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

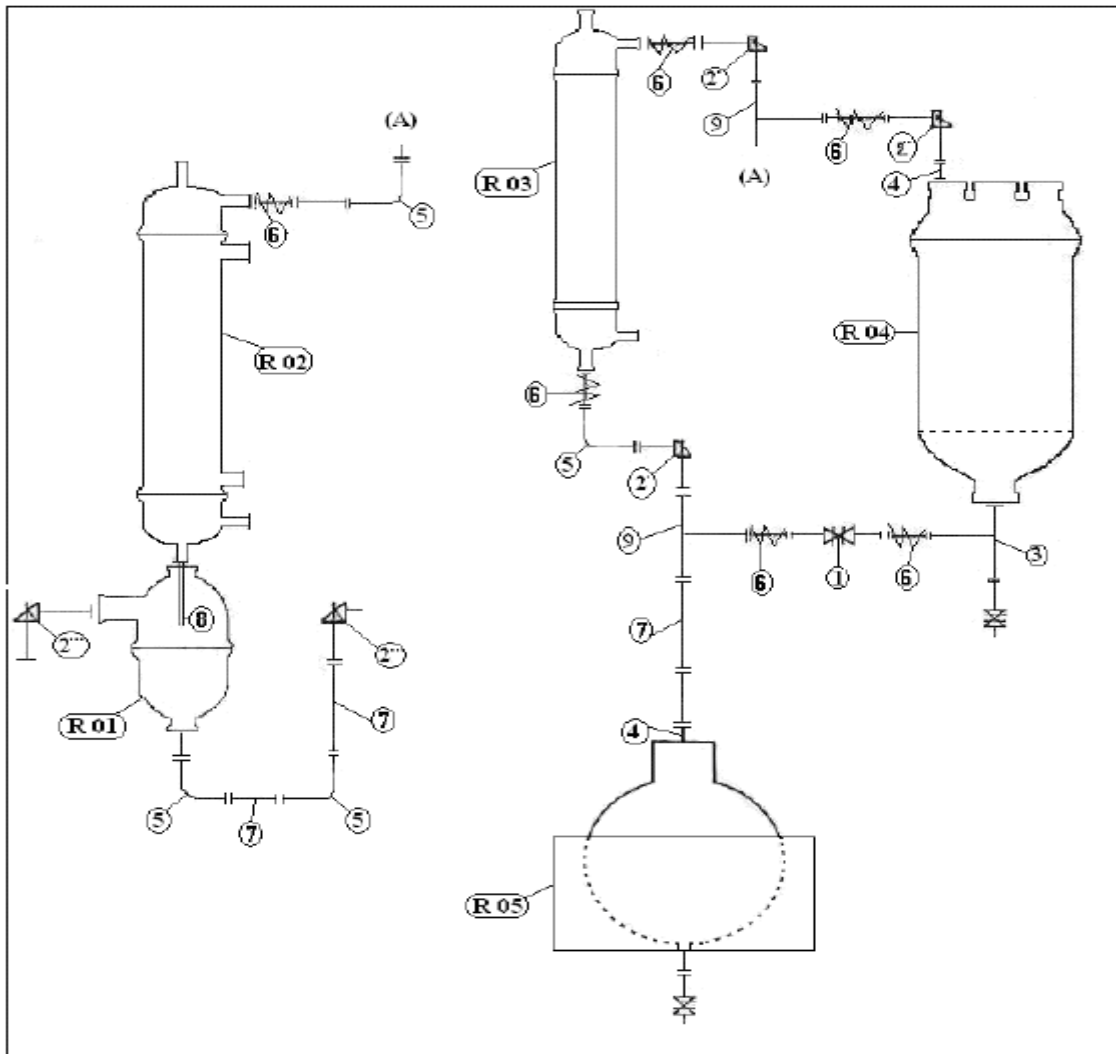


Figure I.1: Schéma de l'installation d'extraction solide-fluide [61].

Principaux équipements :

R01 : Décanteur ;

R02 : Condenseur ;

R03 : Petite extracteur;

R04 : Grand extracteur;

R05 : Chaudière

Les jonctions

1.Robinet de passage direct ;

2.Robinet de passage d'équerre ;

3.Réduction avec sortie latérale ;

4.Réduction ; **5.**Coude à 90°;

6.Flexible; **7.**Conduite.

8.Conduite de diamètre

inférieur à celui de 7

9.Tube en T ;

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

I.1.2 Les essais d'extraction :

Les essais d'extraction par l'entraînement à la vapeur ont été réalisés en utilisant :

- le petit extracteur.
- Le grand extracteur.

I.1.2.1 Cas du petit extracteur:

I.1.2.1 Les conditions opératoires :

Tableau I.1 : Conditions opératoires des essais 1et 2.

N° d'essai	1	2
Lot n°	1	1
Taux d'humidité (%)	70	70
Durée d'extraction (heur)	4h : 30mn	3h : 20mn
Masse de la matière végétale fraîche (g)	600	600
Débit moyen de vapeur (ml/mn)	19.35	14.52

I.1.2.2 Résultats et discussion :

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau I.2: résultats d'extraction de HE de l'inule visqueuse par l'entraînement à la vapeur d'eau « essai n°1 »

N° d'essai	1	2
Masse d'HE récupérée (g)	0.3207	0.2982
Rendement en HE (%)	0.1782	0.1657

D'après les résultats obtenus, on remarque que le rendement en huile essentielle de premier essai est un peu élevé à celui de deuxième essai. Cette petite différence est due au fait que les durées d'extraction diffèrent d'une heure environ, la variation du débit de vapeur étant faible, son influence serait minime.

I.1.2.2 Cas du grand extracteur :

I.1.2.2.1 Les Conditions opératoires :

Nous avons effectué les deux essais de l'extraction d'HE par l'entraînement à la vapeur d'eau dans des conditions opératoires différentes, elles sont représentées dans le tableau I.3.

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

Tableau I.3: Conditions opératoires des essais 4 et 5

N° d'essai	3	4
Lot n°	2	3
Taux d'humidité (%)	92	98
Durée d'extraction (heur)	4h27mn	2h 40mn
Masse de la matière végétale fraîche (g)	600	600
Débit moyen de vapeur (ml/mn)	3.2	3.75

I.1.2.2.2 Résultats et discussions :

- ❖ Le rendement de l'essai n°3 est de **0,2104%**, alors que le quatrième essai donne un rendement supérieur **1.6642%**. Ceci peut être expliqué par les hypothèses suivantes :
 - Les deux échantillons de la plante proviennent de deux lots différents : la différence entre les dates de cueillette de deux lots est suffisante pour que les feuilles d'inule visqueuse provient de lot n° 3 gagnent un peu de maturité.
 - L'essai n°3 a été réalisé cinq jours après la cueillette, cette période est suffisante pour que la plante perde une partie de ces composés volatils cependant l'essai n°4 a été effectué une journée après la cueillette, cela signifie que la plante était toute fraîche.
 - Malgré la différence du temps d'extraction, le rendement est élevé pour l'essai n°4, cette augmentation du rendement est due surtout à la maturité de la plante.
- ❖ Il est très difficile de comparer les résultats des essais **1.2.3** et **4** entre eux car plusieurs paramètres varient ; le plus important étant le lot.

Comparaison entre l'essai n°1 et 3 :

La différence des rendements peut être attribuée aux facteurs technologiques (dimensionnement de l'extracteur, débit) et aux facteurs liés à la plante (humidité, maturité de plante).

Différents travaux ont déjà mis en évidence que l'augmentation du débit et la diminution du taux d'humidité donnait un meilleur rendement, ces deux paramètres ayant varié dans le sens d'une diminution du rendement, nous attribuons plus donc cette différence à l'extracteur ou un meilleur contact a lieu et à la maturité de la plante. Ce paramètre a été mis en évidence pour l'essai n°4.

I.1.2.2.3 l'étude cinétique :

Nous avons suivi l'évolution de la masse d'huile essentielle récupérée et le rendement au cours du temps, les résultats obtenus pour les deux essais sont regroupés dans le tableau I.4

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

Tableau I.4 : Résultats de la cinétique d'extraction d'HE de l'essai 3 et 4 par l'entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi pilote.

essai n°3			Essai n°4		
temps (mn)	masse d'HE cumulée(g)	rendement (%)	temps (mn)	masse d'HE cumulée(g)	rendement (%)
12.5	0.0012	0.0025	16	0.0444	0.3666
38.5	0.0022	0.0046	30	0.5483	0.0658
45	0.0112	0.0233	45	0.0772	0.6433
70	0.0217	0.0452	60	0.1404	1.1700
91	0.0317	0.0660	75	0.1622	1.3517
111	0.0327	0.0681	90	0.1669	1.3908
149	0.0666	0.1387	101	1.4208	0.1705
200	0.1006	0.2096	115	0.1866	1.5550
267.5	0.1010	0.2104	124	0.1997	1.6642

A partir de ces résultats, nous avons tracé sur les **figures I.2 et I.3**, les courbes cinétiques totales, donnant l'évolution de la masse d'huile essentielle récupérée, en fonction du temps.

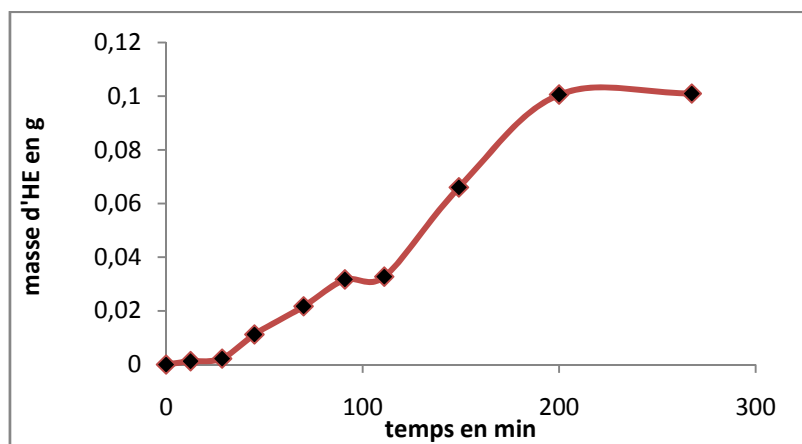


Figure I.2 : Evolution au cours du temps de la masse cumulée d'HE, lors de l'extraction par l'entraînement à la vapeur d'eau « essai n°3».

D'après l'allure de la courbe, on remarque la présence de trois étapes distinctes,

- la quantité d'huile, récupérée au cours de la première étape, ayant lieu durant les quarantaines premières minutes, est très faible et ça peut s'expliquer par la localisation d'huile à l'intérieure de milieu solide ce qui permet la diffusion dans le solide qu'est une étape lente. Ou bien le débit de vapeur n'était pas suffisant pour se faire volatiliser les composés volatils aromatiques existants au niveau de feuilles à cause de phénomène de tassement.

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

- La deuxième étape comprise entre 40 et 110mn, est rapide, cette rapidité est probablement due à l'augmentation de débit de vapeur d'eau.
- La troisième étape, au delà de 110 mn, coupe homogène, elle pourrait s'expliquer par le lancement d'extraction des composés aromatiques légers situés au niveau de l'interfaces solide-vapeur et à la permanence de débit d'évaporation.
- Si ces trois étapes, se traduisant par l'apparition de pseudo paliers, d'où on peut conclure que la matière végétale est totalement épuisée.

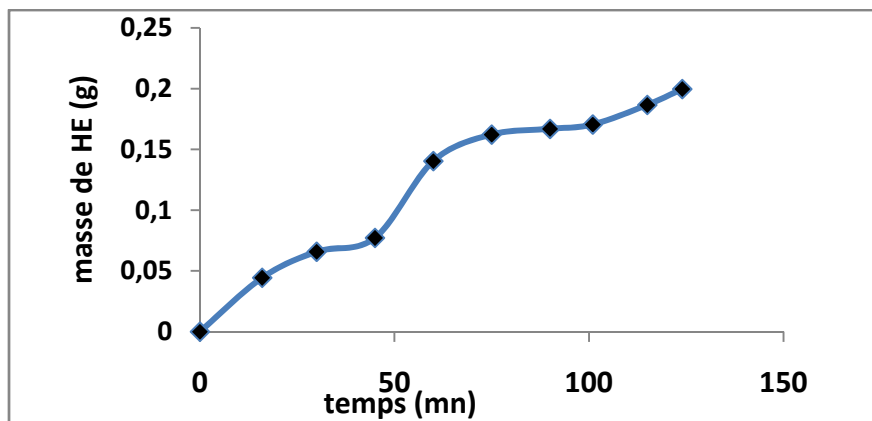


Figure I.3 : Evolution au cours du temps de la masse cumulée d'HE, lors de l'extraction par l'entraînement à la vapeur d'eau « essai n°4»

On observe dans cette figure que la récupération d'HE se fait aussi rapidement que le précédent et ça peut s'expliquer par la qualité de la matière végétale qui a été toute fraîche « un jour après la cueillette » tel qu'on a constaté une grande maturité associée aux feuilles de l'inule visqueuse.

L'allure de la courbe montre deux évolutions, une première rapide et ayant lieu durant les trentaines premières minutes, correspondant à l'extraction des composés légers situant au niveau de l'interface solide-vapeur, suivie d'une deuxième évolution plus rapide que la précédente et ça peut s'expliquer par l'augmentation de débit d'évaporation.

A partir de la 75 mn on constate une continuité mais un peu moins rapide que la précédente est ça peut être du à la disparition des composé volatils au cours de la première période. Elle pourrait correspondre à l'extraction des HE des sites endogènes qui tardent à être extraite parce qu'elles doivent se diffuser à travers le végétale pour entrer en contact avec la vapeur d'eau.

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

On voit bien sur la courbe, que la matière végétale pourrait agir encore plus au delà de 124 mn ce qui signifie un rendement plus élevé et une quantité d'HE récupérée assez importante.

I.1.2.3 L'évolution de la porosité du lit :

Pendant l'extraction nous avons suivis l'évolution de la hauteur de la plante (hp) dans la colonne en fonction du temps à fin de déterminer la porosité de la matière végétale. Les résultats trouvés sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau I.5: l'évolution de la hauteur de la plante la colonne en fonction du temps.

Essai n°2		Essai n°3		Essai n°4	
Temps (mn)	hp (cm)	Temps (mn)	hp (cm)	Temps (mn)	hp (cm)
0	46	0	14	0	13.9
40	37	40	11	30	11.2
93	33	90	10.5	62	10.9
129	31	150	10	90	10.5
180	30	180	9.8	125	10.2
200	29.5	267	9	160	10
Une journée après L'extraction	28.7	Une journée après L'extraction	8.5	Une journée après L'extraction	9.6

A partir de ces résultats, nous avons tracé sur les *figures I.4*, la courbe donnant l'évolution de la hauteur de la plante, en fonction du temps.

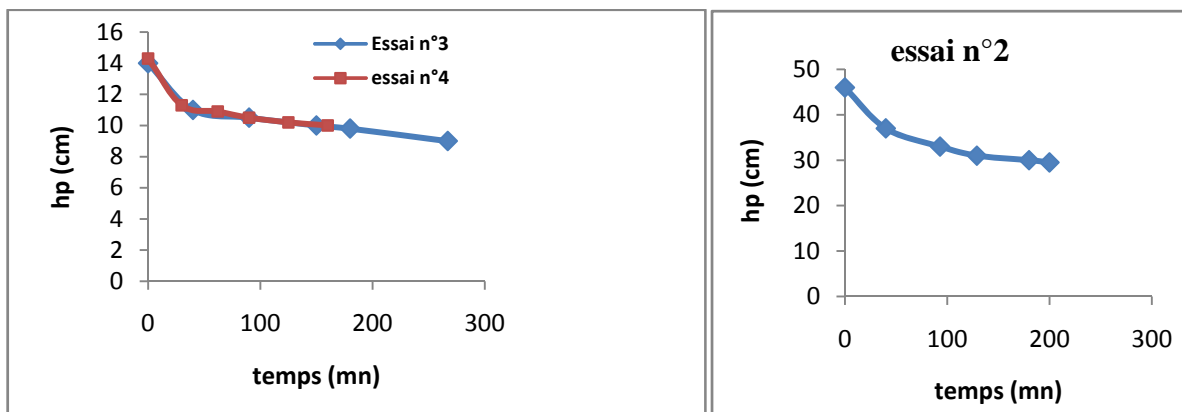


Figure I.4: l'évolution de la hauteur de la plante la colonne en fonction du temps.

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

D'après ces courbes, on remarque que la variation de la hauteur du lit passe par deux étapes : Une étape très rapide ayant lieu pendant les quarantaines premières minutes et une deuxième étape, au delà de 40 mn, est moins rapide.

La comparaison entre les résultats donnés dans les tableaux **I.4** et **I.5**, nous permet de conclure que la porosité du lit n'a pas une grande influence sur le rendement d'extraction. Car au bout du premières 40 mn, les rendements calculés pour les deux essais 3 et 4 sont différents malgré que la porosité du lit est presque la même.

A la fin du chaque extraction, la mesure de la porosité a été faite en mesurant le volume d'eau ajouté pour atteindre le niveau supérieur de la plante.

La porosité (ϵ) du lit est définie comme étant le rapport entre le volume d'eau récupérée (v_e) et le volume du lit (v_{lit}), exprimés dans la même unité de volume.

$$\epsilon = v_e / v_{lit} \dots\dots\dots \mathbf{I.3}$$

v_{lit} est calculé par la formule suivante :

$$v_{lit} = h_p * \pi * d^2/4 \dots\dots\dots \mathbf{I.4}$$

Tel que :

d : diamètre intérieur de l'extracteur et **h_p** : hauteur de la plante.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau I.6 : porosité du lit de chaque essai.

N° d'essai	1	2	3	4
v_e (ml)	1070	1410	1280	1700
h_p (cm)	28.5	28.7	8.5	9.6
d (cm)	10	10	22.3	22.3
ε	0.49	0.62	0.38	0.45

D'après ce tableau, on remarque que la porosité diffère d'un essai à l'autre, cette différence est due probablement à la durée d'extraction qui n'est pas la même et au lot.

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

I.2 Extraction par l'hydrodistillation :

Nous avons réalisé quatre essais d'extraction par l'hydrodistillation de l'huile essentielle d'inula viscosa, en étudiant l'influence de l'état de la plante (fraîche, sèche) et son âge sur le rendement. L'extraction a été faite à l'échelle laboratoire.

I.2.1 Présentation de L'appareillage :

L'appareillage utilisé dans ce mode d'extraction est représenté sur la *figure I.5*. Il se compose des éléments suivants :

1. Un chauffe ballon réglé.
2. Un ballon de 4 litre.
3. Un réfrigérant droit.
4. Une éprouvette graduée.

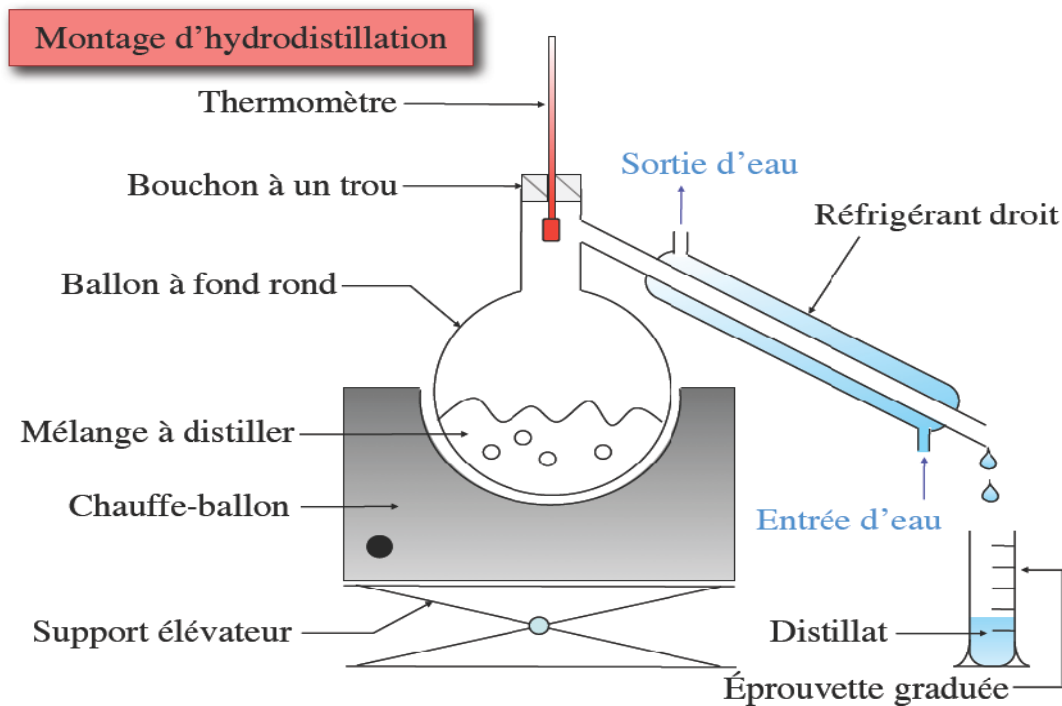


Figure I.5: schéma du montage expérimental de l'hydrodistillation [63].

I.2.2 Le mode opératoire :

Placer les feuilles d'inule visqueuse pesées dans le ballon, remplir ce dernier avec une quantité suffisante de l'eau et rassembler le montage de la *figure I.5*. A l'aide d'un chauffe ballon, porter le mélange à ébullition.

Le distillat est récupéré dans une éprouvette graduée pour des intervalles de temps bien définis. La récupération de l'huile s'est faite par extraction liquide - liquide au moyen de l'éther diéthylique. La masse d'huile récupérée est déterminée par pesée, après l'évaporation de l'éther diéthylique.

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

I.2.3 La récupération des huiles essentielles:

I.3.3.1 Les conditions opératoires :

L'extraction par hydrodistillation a été faite pendant une durée de temps de 5h50mn
Les conditions opératoires sont données dans le tableau suivant :

Tableau I.7: conditions opératoires de l'extraction par l'hydrodistillation.

N° d'essai	5	6	7	8
Lot	3	4	4	4
Etat de plante	sèche	Fraiche	fraiche	sèche
Masse de matière végétale (g)	123.6766	150	150	150
Taux d'humidité (%)	14.52	65.53	53.97	25
Débit moyen (ml/mn)	6.16	7.45	7	4.3

I.3.3.2 Résultats et discussions :

Pour chaque essai, nous avons calculé la masse d'HE récupérée et le rendement associé.

Tableau I.8: les résultats obtenus lors de l'extraction par l'hydrodistillation.

N° d'essai	5	6	7	8
Masse d'huile récupérée (g)	0.1576	0.2073	0.2760	0.5035
Rendement (%)	0.1491	0.4009	0.3997	0.4475

La comparaison des rendements des différents essais sera faite entre : Essais n°5 et 8, Essais n°6 et 7, Essais n°6, 7 et 8.

- ❖ Le rendement de l'essai n°5 est de **0,1491%**, alors que le huitième essai donne un rendement supérieur **0.4475%**. Ceci peut être expliqué par l'hypothèse suivante :

Les deux échantillons de plante proviennent de deux lots différents, les feuilles provenant du lot n°4 sont mures.

On observe que l'hydrodistillation donne un plus faible rendement que l'entraînement à la vapeur d'eau (résultats observés par l'ensemble des travaux déjà effectués dans le domaine).

- ❖ **Essai n°6 et 7** : malgré la différence d'humidité observée le rendement n'est pas affecté
- ❖ **Essai n° 6, 7 et 8** : la plante séchée donne un meilleur rendement comme prévu

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

- ❖ **Essai n°5 et 6** : nous avons confirmation, là encore, que la maturité de la plante influe sur le rendement.

I.3.4 L'étude cinétique :

Au cours d'extraction, nous avons suivi l'évolution de rendement et de la masse d'huile essentielle récupérée en fonction du temps, les résultats obtenus pour les quatre essais sont regroupés dans les tableaux suivants :

Essai n° 5:

Tableau I.9: Résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle par l'hydrodistillation. « essai n°5 »

<i>Temps (mn)</i>	<i>Valeurs cumulées (g)</i>	<i>Rendement (%)</i>
5	0.0002	$0.0189 \cdot 10^{-2}$
10	0.0006	$0.0567 \cdot 10^{-2}$
15	0.0028	0.0026
25	0.0050	0.0047
35	0.0180	0.0170
45	0.0254	0.0240
55	0.0480	0.0450
65	0.0531	0.0502
75	0.0721	0.0682
90	0.0961	0.0909
105	0.1031	0.0975
120	0.1082	0.1023
135	0.1103	0.1043
150	0.1155	0.1092
195	0.1251	0.1183
225	0.1273	0.1204
260	0.1377	0.1302
305	0.1514	0.1432
345	0.1576	0.1491

Essai n° 6 :

Tableau I.10 : Résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle par l'hydrodistillation. « essai n°6 ».

<i>Temps (mn)</i>	<i>Valeurs cumulées (g)</i>	<i>Rendement (%)</i>
8	0.0065	0.0126
13	0.0090	0.0174
23	0.0185	0.0358
28	0.0426	0.0824
33	0.0531	0.1027
38	0.0574	0.1110

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

48	0.0614	0.1187
58	0.0747	0.1445
73	0.0812	0.1570
88	0.0928	0.1795
163	0.1171	0.2265
193	0.1236	0.2390
228	0.1615	0.3123
263	0.1849	0.3576
303	0.1961	0.3792
348	0.2073	0.4009

Essai n° 7 :

Tableau I.11 : Résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle par l'hydrodistillation. « essai n°7 ».

Temps (mn)	Valeurs cumulées (g)	Rendement (%)
8	0.0127	0.0184
13	0.0173	0.0250
23	0.0261	0.0378
28	0.0307	0.0444
33	0.0353	0.0511
38	0.0390	0.0564
48	0.0460	0.0666
58	0.0545	0.0789
73	0.0579	0.0838
88	0.0653	0.0945
103	0.0749	0.1085
133	0.0843	0.1221
163	0.0886	0.1254
193	0.1413	0.2046
228	0.1962	0.2842
263	0.2293	0.3321
348	0.2760	0.3997

Essai n°8 :

Tableau I.12 : Résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle de par L'hydrodistillation « essai n° 8 ».

Temps (mn)	Valeurs cumulées (g)	Rendement (%)
8	0.0198	0.0176
13	0.0258	0.0229
23	0.0286	0.0254
28	0.0340	0.0302
33	0.0412	0.0366
38	0.0531	0.0477

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

48	0.0637	0.0566
58	0.0706	0.0627
73	0.0760	0.0675
88	0.0850	0.0755
103	0.0888	0.0789
133	0.1663	0.1470
163	0.2614	0.2320
193	0.3019	0.2680
228	0.3188	0.2830
263	0.3396	0.3019
303	0.3686	0.3276
348	0.5035	0.4475

A la base de ces résultats, nous avons tracé sur les **figures I.6, I.7, I.8** et les courbes cinétiques totales, donnant l'évolution de la masse d'huile essentielle récupérée, en fonction du temps.

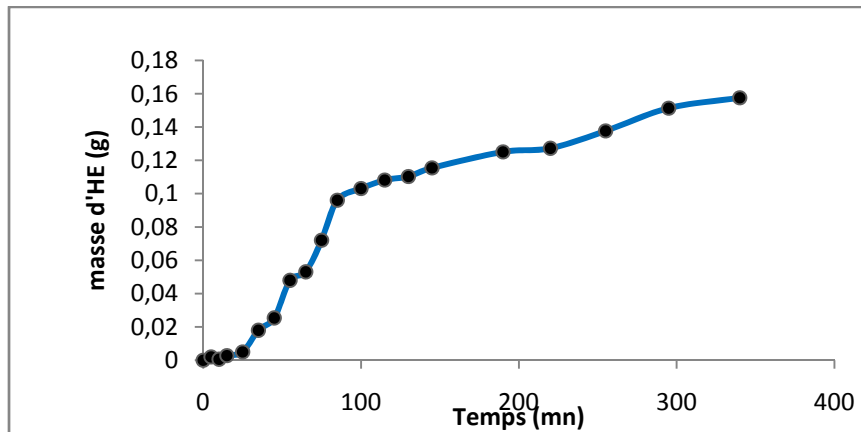


Figure I.6 : Evolution au cours du temps de la masse d'HE récupérée, lors de l'extraction par l'hydrodistillation « essai n°5».

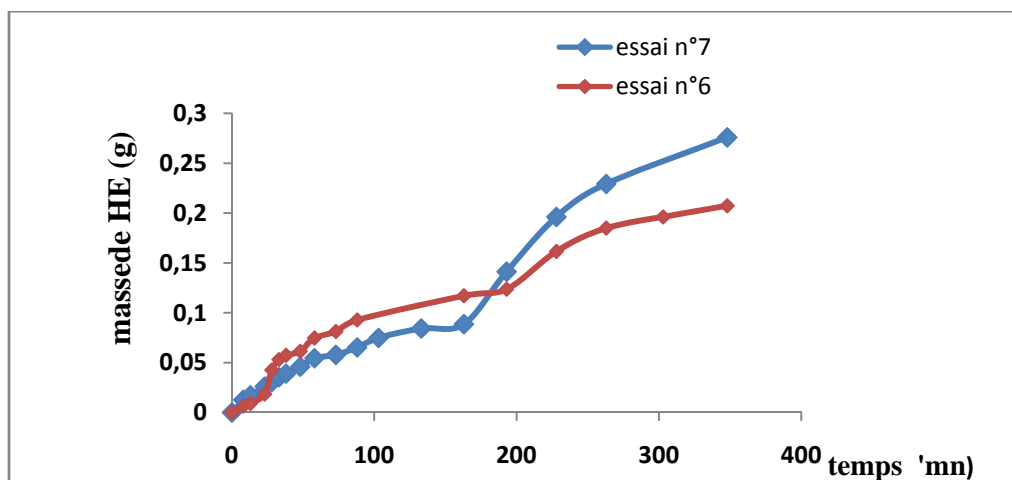


Figure I.7 : Evolution au cours du temps de la masse d'HE récupérée, lors de l'extraction par l'hydrodistillation « essai n°6, essai n°7».

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

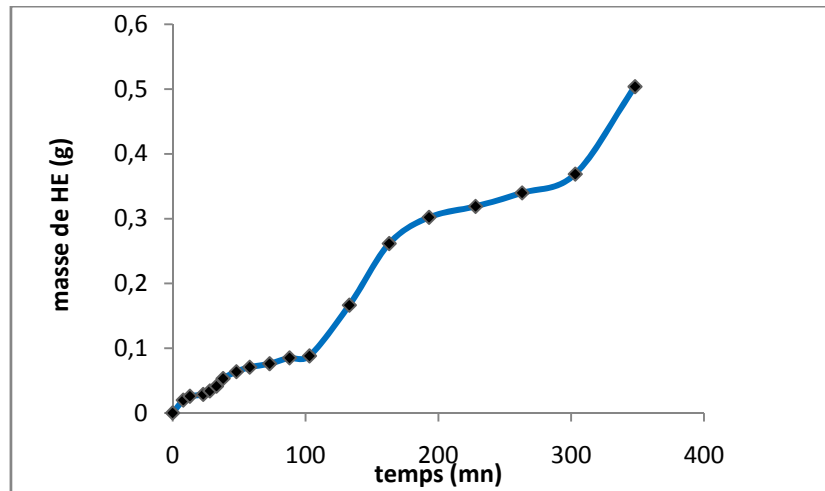


Figure I.8 : Evolution au cours du temps de la masse d'HE récupérée, lors de l'extraction par l'hydrodistillation « essai n°8 ».

❖ En examinant la courbe cinétique, relative à l'extraction de l'huile essentielle de la plante (essai n°5), présentée à la *figure I.6*, on remarque que :

- la quantité d'huile, récupérée au cours de la première étape, ayant lieu durant les vingt cinq premières minutes est très faible et ça peut être associée à la diffusion des composés volatils situés à l'intérieur de milieu solide « les feuilles » et au transfert de matière liquide-solide.

Ce résultat est déjà observé sur la figure I.2 (les sites endommagés)

- la deuxième région, localisée entre 25 et 90 mn, que l'on pourrait attribuer à l'apparition des composés légers leur vitesse de transfert est plus grande que celle des composés lourds.
- Il semblerait qu'il y a trois différentes classes de composés qui présenteraient trois vitesses de transfert différentes.

En effet l'huile essentielle d'inule visqueuse contient beaucoup de composés lourds.

❖ Les deux courbes, représentées sur les *figures I.7*, ont presque la même allure, sauf que dans la courbe, qui représente les résultats de l'essai n°6, on remarque l'apparition d'une petite région, ayant lieu durant les vingtaines premières minutes, probablement, elle due aux erreurs expérimentales. vue que on a utilisé le même lot. Et cette petite variété au niveau des allures de ces deux courbe est due a la petite différence au niveau de taux d'humidité qui est de **65,53%** pour l'essai n°6 et **53,97%** pour la l'essai n°7.

❖ Sur la *figure I.8*, on observe toujours les trois étapes. Au delà de 300 mn, il

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

semblerait qu'il y a encore des éléments à récupérer lorsque la plante arrive à maturité, il faudrait donc rechercher à quelle période de l'année nous devons faire la cueillette.

Remarques pour ce procédé :

On marque bien la possibilité d'évolution d'extraction des quatre essais au delà de 348 mn et ça peut s'expliquer :

- par le non épuisement total des feuilles de l'inule visqueuse ou par la qualité d'évolution de ce procédé d'extraction autrement dit la récupération des composés volatils de l'inule au cours de ce procédé n'est pas total donc ils existent des sites dans les feuilles riche en huile essentielle.
- la volatilité des ces composés aromatiques nécessite un temps plus important et une durée de transfert de matière plus grande
- le transfert des matières s'est ralenti dans des zones et s'est accéléré dans d'autres zones et ça peut être lié à la nature de ces composés odorants ou aux débits d'évaporation ; mais malheureusement on n'a pas une analyse chromatographique qui pourrait identifier ces composés et leurs natures « légers ou lourds ».
- tous les travaux publiés dans le domaine des huiles essentielles donnent l'évolution du rendement avec le temps et la composition globale de l'HE.

Pour bien expliquer les phénomènes, il faut faire une étude cinétique de la composition de toute l'huile et voir éventuellement les interactions entre les composés.

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

I.3 Extraction par les solvants volatils :

Le but de cette étude est de déterminer la quantité des concrètes récupérées et d'étudier l'influence de la nature de solvant sur le rendement. L'extraction par solvant est effectuée dans un soxhlet.

Les solvants utilisés sont : l'éthanol, le méthanol, l'acétate d'éthyle, le pentane, l'heptane, l'hexane et l'éther de pétrole.

I.3.1 L'appareillage :

I.3.1.1 Présentation de l'appareillage :

L'appareillage utilisé dans ce mode d'extraction est un soxhlet, représenté sur la **figure I.9**, il se compose des éléments suivants :

- Un chauffe ballon régulé ;
- un ballon de 1 litre ;
- Un réfrigérant ;
- un Soxhlet de 400 ml ;
- Une cartouche en papier filtre.

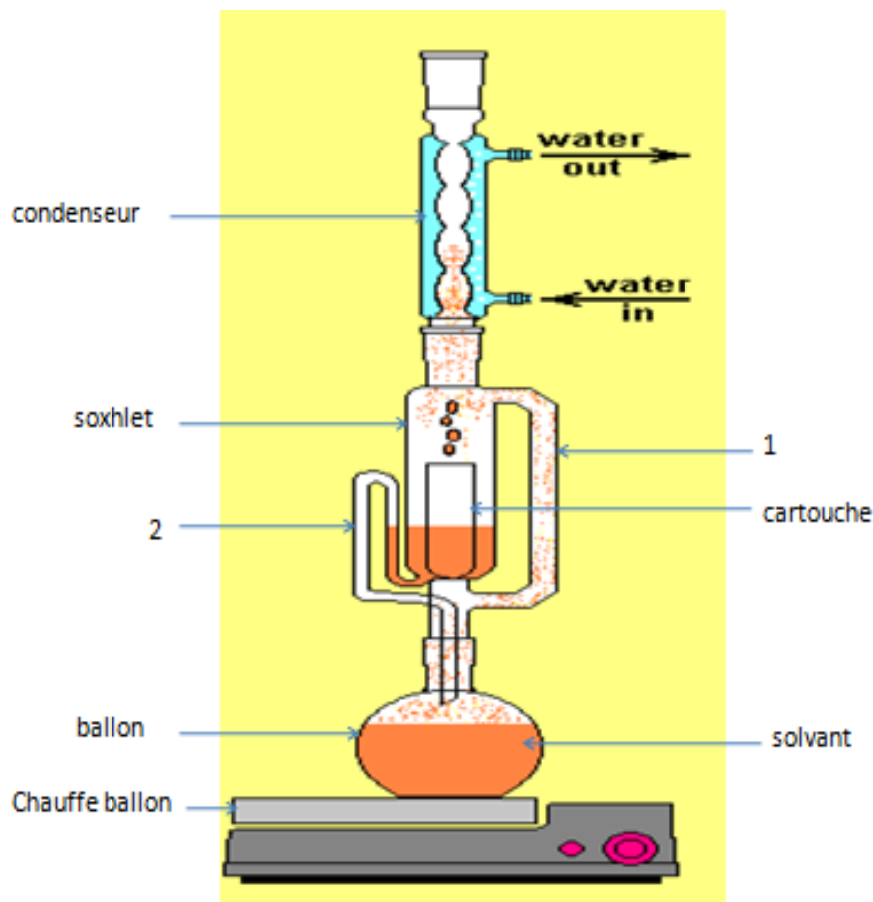


Figure I.9: Montage d'une extraction dans un Soxhlet [64].

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

I.3.1.2 Le mode opératoire :

Placer la matière végétale pesée dans la cartouche de papier filtre, puis dans le réservoir de soxhlet. Remplir le ballon avec une quantité suffisante de solvant et surmonter l'extracteur d'un réfrigérant. A l'aide d'un chauffe ballon, porter le solvant à ébullition. Ces vapeurs montent au long du soxhlet et sont captées et condensées au niveau réfrigérant. Celui-ci passe par la tubulure 1 et est condensé par le réfrigérant. Il tombe alors dans le réservoir contenant la cartouche et solubilise la substance à extraire. Le réservoir se remplit. Dès que le niveau de solvant est à hauteur du coude 2, le réservoir se vidange automatiquement. Le solvant et la substance à extraire sont entraînés dans le ballon.

Le cycle évaporation – condensation se poursuit jusqu'à épuisement total de la matière végétale, à la fin d'extraction, le solvant chargé d'extrait subit une distillation atmosphérique suivi d'une distillation sous vide pour récupérer l'extrait.

I.3.2 Les essais d'extraction :

Pour tous les essais d'extraction, nous avons travaillé avec une masse de végétale de **10.3628g** et un volume de solvant de **0.65L** pendant une durée d'extraction de **8h**.

Le taux d'humidité, l'état de la plante et le lot sont les conditions opératoires variables.

I.3.2.1 extraction dans un soxhlet avec la plante sèche :

Nous avons mené à deux séries d'extraction, afin de vérifier la reproductivité des résultats, la plante sèche d'inule visqueuse provenant de **lot n°3** est utilisée pour la réalisation de ces essais

I.3.2.1.1 Les résultats de la première série d'expérience :

Le rendement et la masse des extraits récupérés après la distillation sous vide sont regroupés dans le tableau I.13.

Tableau I.13 : Les résultats obtenus lors de l'extraction dans un soxhlet avec la plante sèche « première série ».

Solvant	N°d'essai	Taux d'humidité (%)	Masse récupérée (g)	Rendement (%)
Pentane	9	24	0.583	7.40
Hexane	10	22	0.827	10.23
heptane	11	24	2.429	31.22
Ether de pétrole	12	22	6.439	79.66
acétate d'éthyle	13	19	1.404	13.86

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

Ethanol technique	14	19	4.125	49.14
Ethanol absolu	15	15	7.382	83.8
méthanol	16	18.48	6.772	80.1

I.3. 2.1.2 Les résultats de la deuxième série d'expérience:

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau ci- dessous.

Tableau I.14 : Les résultats obtenus lors de l'extraction dans un soxhlet avec la plante sèche « deuxième série ».

Solvant	N°d'essai	Taux d'humidité (%)	Masse récupérée (g)	Rendement (%)
Pentane	17	14.8	0.670	7.58
Hexane	18	14.52	1.030	11.62
Heptane	19	14	1.515	5.78
Ether de pétrole	20	14.52	5.020	56.67
acétate d'éthyle	21	14.8	1.164	15.90
Ethanol (96%)	22	14.52	2.192	24.74

Un essai avec le méthanol est effectué, mais malheureusement on a pas pu calculer le rendement.

La lecture des tableaux 13 – 14 montre que :

- Variation de l'humidité étant faible, nous attribuons les grandes variations de rendement à la nature de solvant.
- La différence des rendements obtenus dans les deux série d'extraction est due aux :
 - Erreurs expérimentales élevées.
 - Distillation sous vide qui n'est pas complète.
 Ces deux facteurs empêchent la reproductibilité des résultats.

Il est très difficile d'obtenir un extrait contenant 0% de solvant, les précautions prises dans ces essais après apparition de la dernière goutte de solvant on a lassé la distillation sous vide en marche pendant une demi-heure.

Ces résultats mettent en évidence que les valeurs des rendements obtenus ne sont donnés qu'a titre inductif.

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

I.3.2.2 extraction dans un soxhlet avec la plante fraîche :

L'extraction avec la plante fraîche provenant de **lot n°4** est effectuée par l'éthanol. Le but de cette extraction est d'établir l'influence de l'état de la plante sur le rendement. Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau I.15 : Les résultats obtenus lors de l'extraction dans un soxhlet avec la plante fraîche.

Solvant utilisé	Ethanol
N° d'essai	23
Taux d'humidité(%)	65.53
Masse récupérée(g)	3. 045
Rendement(%)	85.25

D'autres essais sur la plante fraîche ont été effectués avec l'éther de pétrole et l'acétate d'éthyle, le rendement n'a pas pu être évalué faute de temps, mais la teneur en polyphénols a été pour l'extrait de l'acétate d'éthyle.

I.3.3 Discussion :

On remarque d'après les résultats obtenus que les meilleurs rendements aient été obtenus avec le méthanol et l'éthanol. Ceci peut être expliqué par les hypothèses suivantes :

- Le méthanol et l'éthanol sont les solvants les plus polaires, donc ils ont le pouvoir d'extraire un grand nombre des composés qui se trouvent dans la plante.
 - les solvants polaires ont une grande capacité de dissolution, c'est-à-dire la matière végétale se dissout facilement dans ces solvants.
- ❖ L'extraction dans un soxhlet par l'éther de pétrole a donné un rendement élevé, ce résultat est probablement dû à une mauvaise distillation sous vide. Même raison pour l'heptane
- ❖ L'extraction avec la plante fraîche a donné un rendement voisin à celui obtenu lors de l'extraction avec la plante sèche, la différence entre les deux valeurs est due au fait que les deux échantillons d'inule visqueuse proviennent de deux lots différents.

La plante sèche a perdu une partie de ces composés, ces pertes ont probablement une influence négative sur le rendement.

Chapitre I : Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse

I.4 comparaison avec les travaux antérieurs réalisés sur la plante Algérienne :

Le paramètre de la région comparant les résultats du rendement en huiles essentielles et en concrètes extraites par trois procédés d'extraction (entraînement à la vapeur d'eau, l'hydrodistillation et extraction avec les solvants volatils) à partir d'inule visqueuse provenant de quatre régions différentes : **Mascara, Bordj Bou Arreridj, Médéa et Alger**.

Les conditions opératoires des essais d'extraction, étaient voisines. Sauf la durée d'extraction qui était un peu élevée pour les essais effectués à partir de plante d'Alger.

Les rendements obtenus lors de l'extraction par l'entraînement à la vapeur d'eau diffèrent d'une région à l'autre. Les meilleurs rendements ont été obtenus à partir de la plante provenant de la région de : **Mascara, Médéa et Alger**, ils sont d'ordre de **1.86%**, **1.84%** et **1.66%** respectivement. L'extraction à partir d'inula viscosa de **Bordj Bou Arreridj** a donné un rendement de **0.37%**.

L'extraction par l'hydrodistillation à partir de l'inule visqueuse de **Media** a donné un rendement élevé (**0.83%**) par rapport à celui obtenu par la plante de **Mascara (0.49%)** qui a voisin celui de la région d'**Alger (0.44%)**.

La durée d'extraction par l'hydrodistillation à partir de l'inule d'**Alger** était de **6h** et celle des autres essais était de **3h**. D'après cette comparaison, on peut dire que l'influence de la durée d'extraction sur le rendement est négligeable devant l'influence de la région.

Les meilleurs rendements en concrète ont été obtenus lors de l'extraction par les solvants polaires, éthanol (**83.8%**) et méthanol (**80.1%**), à partir de l'inule d'**Alger**. L'extraction par les solvants apolaire, pentane et n-hexane, a donné des rendements de **7.4%** et **10.23%** respectivement. Des rendements un peu faibles par rapport à celui obtenus par la plante de **Médéa 15.05%** pour le pentane et **17.38%** pour le n-hexane.

Cette comparaison des rendements nous a permis de conclure que l'inule visqueuse d'**Alger** n'est pas riche en huile essentielles.

CHAPITRE I

**ETUDES DE QUELQUES
ACTIVITES BIOLOGIQUES
DES CONCRETES**



**DOSAGE DES
POLYPHENOLS**

Chapitre II: Etudes de quelques activités biologiques des concrètes

II .1.Généralités sur les polyphénols :

Les polyphénols sont les antioxydants ou anti-radicaux libres les plus répandus dans notre alimentation. Se sont des composés lourds, polaires et solubles dans l'eau.

Ils ont la capacité de piéger les radicaux libres (oxygénés), Ces derniers sont produits par notre corps lorsque celui-ci extrait l'énergie des aliments. Il en existe plusieurs sortes, mais tous ont un point commun : ce sont des molécules très instables possédant un électron célibataire (non apparié).

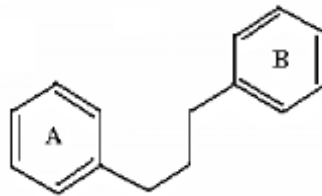
Dans les plantes, les polyphénols interviennent dans leur système de défense contre les agressions extérieures, tels bactéries, virus, champignons, les rayonnements UV, ils interviennent dans leur couleur et leur goût [65].

Il existe trois grandes classes :

II.1.1.les acides phénols :

II.1.2.les flavonoïdes :

Ils possèdent tous un même squelette de base à quinze atomes de carbone constitué de deux unités aromatiques, de cycle en C₆ (A et B), reliés par une chaîne en C₃ [66].



Squelette de base des flavonoïdes

Se sont des molécules uniquement présentes dans les plantes et responsables des Couleurs rouges, bleues, brunes des fleurs et des fruits. Tous les organes du système végétal en contiennent, des racines jusqu'aux fruits [67].

II.1.3. les tanins :

Toutes les plantes contiennent des tanins à un degré plus ou moins élevé. Ceux-ci donnent un goût amer à l'écorce ou aux feuilles et les rendent impropres à la consommation [66].

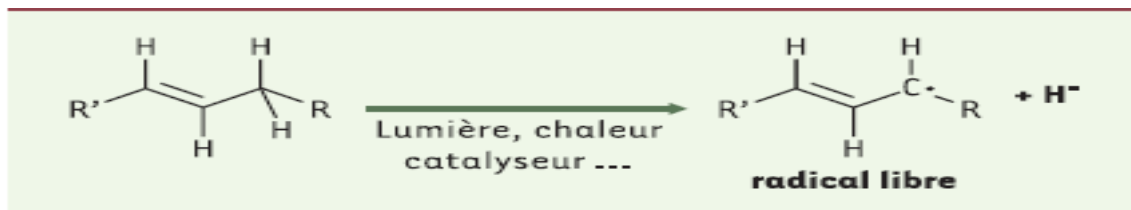
Se sont des composés peu solubles dans l'eau et insoluble dans l'huile et dans les alcools lourds.

Chapitre II: Etudes de quelques activités biologiques des concrètes

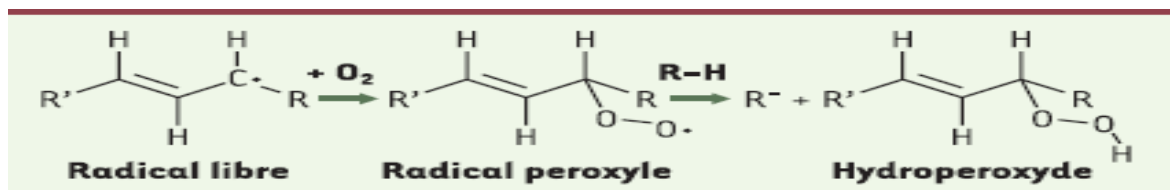
II.2.Rappel sur les processus d'oxydation :

Les mécanismes d'oxydations des composés insaturés (acides gras, caroténoïdes, polyphénols...) sont souvent des réactions radicalaires avec l'oxygène moléculaire et présentent trois phases principales.

- **La phase de déclenchement** où se forme un premier radical libre. L'arrachement du proton est facilité tant par la chaleur (agitation moléculaire) que par les rayonnements ou les catalyseurs (métaux tels que Cu, Fe).



- **La phase de propagation** où l'oxygène fixé donne un radical peroxyde qui réagit avec une autre molécule et conduit à un néoradical libre et un hydroperoxyde. Les hydroperoxydes instables se décomposent en composés plus courts.



- **La phase de terminaison** : où se recombinent différents radicaux formé. Globalement, ce processus conduit à des hydrocarbures, des aldéhydes, des cétones, des acides, des esters, des peracides, des peroxydes.

II.3.Dosages des polyphénols :

Vu les vertus nutritionnelles et thérapeutiques de ces composés nous nous sommes intéressés à déterminer leur teneur dans des extraits récupérés par l'extraction par solvant

II.3.1. Mode opératoire :

✚ Dans une fiole jaugée de 100 ml, on introduit : **1 ml** de la solution Du l'extrait final récupéré à l'aide d'une extraction par solvant au Soxhlet.

Chapitre II: Etudes de quelques activités biologiques des concrètes

- Après avoir dilué 100 fois l'extrait récupéré On introduit dans un erlen Meyer 0,2ml de l'extrait dilué 100 fois 1 ml de réactif de **Folin Ciocalteu** et une quantité suffisante pour 20 ml de la solution de Na₂CO₃ à 4,25%.

✚ On met dans des tubes la solution préparée puis on porte toutes ces préparations au bain-marie à 70°C pendant 20 minutes. Après refroidissement, on détermine la densité optique à 760 nm par rapport au témoin qui l'eau distillée à l'aide des cellules.

II.3.2.Les échantillons testés :

- Calcul de rendement(R%) par rapport à la matière végétale sèche en polyphénols:

La courbe d'étalonnage est de sous forme [69] :

$$Y=1,030*X \dots\dots\dots \text{II.1}$$

Avec :

H %: le taux d'humidité ou le pourcentage d'humidité.

R% : rendement en polyphénols.

Y : la densité optique lue.

X : la concentration de l'extrait (g/ml).

$$R\% = C*V / M (1-H) \dots\dots\dots \text{II.2}$$

Tel que :

C : concentration de l'extrait dilué 100 fois ; C=100*X.

V : volume de l'extrait obtenu après distillation sous vide.

M : masse de la matière végétale.

Tableau. II.1: calcul de rendement en polyphénols.

solvant	lot	Nature de la plante	Taux d'humidité (H%)	Densité optiques moyenne(Y)	Concentration(X) en g/ml	Rendement(R%)
Ethanol	4	Fraiche	65,53	0,0263	0,0255	46,40
Méthanol	3	Sèche	14,8	0,061	0,0592	43,44
Acétate d'éthyle	4	fraiche	25	0,0572	0,0555	46,41

Chapitre II: Etudes de quelques activités biologiques des concrètes

II.3.3 Commentaires :

- L'utilisation de différents types de solvant nous a permis d'observer des changements dans le rendement en polyphénols. La partie de la plante extraite « les feuilles » sont riches en ces composés. L'activité antioxydante reste à démontrer.

N.b : les extraits obtenus à l'aide des solvants apolaires, le dosage n'est pas fait à cause de l'immiscibilité totale des deux phases (extrait et l'eau distillée).

- On constate un rendement de même ordre de grandeur pour les trois extraits dosés
- Les rendements peuvent être plus élevés que ces valeurs car la courbe d'étalonnage a été élaboré avec une concentration maximale qui 0,04 g/ml, nous avons des valeurs qui dépassent cette dernière.

De la on peut dire que ces solvants ont une capacité d'extraire les composés phénoliques.




L'inule visqueuse semble très riche en composés polyphénoliques.

A decorative border resembling a scroll, with a thick black line forming a rectangular frame. The top-left and top-right corners are rolled up, and the bottom-left corner is also rolled up, creating a scroll-like effect.

**ACTIVITE
ANTIBACTERIENNE**

Chapitre II: Etudes de quelques activités biologiques des concrètes

Antibiogramme [69]:

- Définition : permet de tester la sensibilité d'une bactérie vis à vis de plusieurs Antibiotiques.
- Intérêt : donner au prescripteur une vraie idée de la bactérie responsable de la pathologie infectieuse en cours : ses résistances, ... afin de choisir au mieux le traitement le plus adapté.
- Plusieurs types d'antibiogrammes :
 -  Antibiogramme en milieu solide.
 -  Antibiogramme en milieu liquide.
 -  Antibiogramme automatisé (rapide <4-8h).

II.4.Aromatogramme :

Cet examen se fait de la même manière qu'un antibiogramme où les antibiotiques sont remplacés par des essences aromatiques ou des extraits végétaux, préalablement sélectionnées et reconnues.

Elle consiste à utiliser des disques de papier imprégnés des différents extraits à tester. Les disques sont déposés à la surface d'une gélose uniformémentensemencée avec une suspension de la bactérie à étudier. Chaque antibiotique diffuse à partir du disque au sein de la gélose et y détermine un gradient de concentration. Les bactéries croissent sur toute la surface de la gélose sauf là où elles rencontrent une concentration d'antibiotique suffisante pour inhiber leur croissance.

Dans notre cas le disque utilisé a un diamètre de **6mm**. On observe ainsi autour des disques une zone circulaire indemne de colonies, appelée **zone d'inhibition**. Plus le diamètre de cette zone est grand, plus la souche est sensible à l'antibiotique. Plus il est petit, plus la bactérie est résistante.

Activité antibactérienne : Lorsqu'on parle de l'activité antibactérienne, on distingue deux sortes d'effet :

- Effet bactéricide : l'extrait est capable de tuer les bactéries.
- Effet inhibiteur : autrement dit effet bactériostatique ou la bactérie présente une résistance ou une sensibilité tout dépend de diamètre de la zone d'inhibition lu.

II.4.1.La lecture de l'aromatogramme :

La lecture des diamètres d'inhibition D se fait après 48 heures d'incubation à l'étuve à 30°C à l'aide d'un pied à coulisse ou d'un compas. Les résultats sont exprimés selon trois niveaux d'activité : résistant ($D < 6 \text{ mm}$), intermédiaire ($13 \text{ mm} \leq D \leq 6 \text{ mm}$) et sensible ($D > 13 \text{ mm}$).

Chapitre II: Etudes de quelques activités biologiques des concrètes

En fonction de la valeur du diamètre de la zone d'inhibition D, On aura une catégorisation d'une souche bactérienne en :

- **S** (sensible).
- **I** (intermédiaire).
- **R** (résistante) pour chaque extrait testé.

II.5.Généralité sur les bactéries testées :

Les bactéries sont des organismes unicellulaires microscopiques ; elles peuvent être isolées, où rester groupées avec les individus résultant de leur scission.

Les souches testées dans le présent travail sont largement rencontrées dans diverses pathologies chez l'homme. Ils nous proviennent de différents prélèvements cliniques du CHU de Ain Nadja , elles sont toutes d'origine hospitalière.

II.5.1.Les critères de classification des bactéries [69 ,70,] :

elles sont classées selon:

- **Type de paroi** : La distinction des bactéries se fait en partie grâce à la différence dans la composition chimique de leur paroi. La coloration de Gram est la technique utilisée pour classer les bactéries en deux groupes ; celles qui retiennent la coloration violette (**Gram positif**), et celles qui ne la retiennent pas (**Gram négatif**).
- **Forme de la bactérie** : elles sont regroupées selon trois formes :
 1. Forme sphérique : On les appelle coques ou Cocci (coccus au singulier).
 2. Forme cylindrique : On les appelle les bâtonnets ou bacilles .
 3. Forme spiralée : Nommé spirilles .
- **Le comportement en relation avec l'oxygène libre** : Les bactéries réagissent à l'oxygène (O₂) selon quatre modes respiratoires.
 1. aérobies stricts : ne se développe qu'en présence d'oxygène.
 2. anaérobies stricts : ne se développent qu'en absence d'oxygène libre ou en présence de teneurs très faibles.
 3. aérobies-anaérobies facultatifs : peuvent croître en présence ou en absence d'oxygène
 4. micro aérophiles : ne croissent qu'en présence d'une faible quantité d'oxygène (5 à 8 %)

Dans cette aromatogramme les bactéries testées sont de classe des **BGN** ou des **Cocci**

II.5.1.1.Les bacilles à gram négatif (BGN):se sont des bactéries qui perdent la couleur violet de cristal lorsqu'elles sont décolorées à l'alcool, et que l'on peut ensuite colorer en rouge au moyen de la safranine [69].

Parmi ce genre on décrit :

Chapitre II: Etudes de quelques activités biologiques des concrètes

- **Escherichia coli (E. coli ou colibacille) :**

C'est une bactérie qui est parfois mobile, anaérobie. Elle se cultive facilement sur les milieux usuels en biologie.

Sa présence dans l'organisme humain peut être marquée par des infections des voies urinaires ou génitales [70]



Figure.II.1: Escherichia coli (ATCC 25922) [71]

- **Morganella :**

Cette famille ne comporte qu'une espèce: Morganella **morganii**. Elles sont présentes dans la nature, dans des substances organiques en décomposition, ce sont des bactéries de putréfaction [72].

- **Salmonella typhi :**

C'est une bactérie pathogène de l'homme à l'origine de la fièvre typhoïde, appartenant à la famille des entérobactéries et au genre Salmonella [72]

- **Pseudomonas aeruginosa (bacille pyocyanique):**

C'est une bactérie, très mobile grâce à des flagelles polaires (déplacement en ligne droite), aérobie strict, Elle peut vivre dans le tube digestif de l'homme [72]

La souche identifiée dans notre cas est **Pseudomonas aeruginosa (ATCC® 27853)**



Figure .II.2 Pseudomonas aeruginosa. (ATCC® 27853). [71]

Chapitre II: Etudes de quelques activités biologiques des concrètes

- **Klebsiella pneumoniae (bacillus pneumoniae) :**

C'est une bactérie du genre Klebsiella, aéro-anaérobie, capsulée, immobile, formant du gaz en glucose. C'est une bactérie opportuniste impliquée dans les infections urinaires.

II.5.1.2.Les Cocci : Ce sont des bactéries de forme arrondie qui peuvent être GRAM positif ou GRAM négatif le pluriel latin de coccus.

- **Staphylococcus aureus :**

C'est une coque à Gram positif d'un diamètre d'environ 1 micromètre apparaissant en amas à l'examen microscopique.

Elle est immobile, non sporulée et ne présente pas de capsule visible au microscope optique. Elle est caractérisée par ces Colonies roses à mauves ; son Identification sans tests de confirmation [73].

La souche de référence utilisée dans ce test antibiotique est [staph aureus 25923 ATCC](#)



Figure. II.3 : Staphylococcus aureus 25923 ATCC [71]

- **Les streptocoques [73] :**

Ce sont des Cocci de taille et de forme irrégulières, à **Gram positif**, groupés en chaînettes plus ou moins longues et flexueuses, immobiles.

Les streptocoques sont des bactéries à métabolisme anaérobie mais aérobie tolérants. Ils n'ont pas de **catalase (enzyme respiratoire)**, à l'inverse des staphylocoques.

***Streptocoque B** : Le streptocoque du Groupe B (également appelé streptocoque bêta, ou GBS).

***Les streptocoques du groupe D (Streptococcus bovis)** : cultivent sur des milieux ordinaires et même en présence de substances inhibitrices. Leur croissance est encore possible à 45°C.

Chapitre II: Etudes de quelques activités biologiques des concrètes

***Les streptocoques non groupable (streptocoques oraux) :** Se sont les streptocoques qui n'appartenant pas au groupe D. Ils contribuent à l'apparition des caries dentaires.

***Streptococcus pneumoniae (pneumocoque) :** le plus souvent groupés par deux, formant un « 8 » ou de longues chaînettes. Ce sont des bactéries fragiles, incapables de survivre dans le milieu extérieur, vivant sur un hôte sans lui nuire.



Figure. II.4: Streptococcus pneumoniae. [73]

II.5.2. Les origines des bactéries identifiées :

- LCR : liquide céphalo-rachidien
- ATCC : Américain Rypin culture collection qui présente les souches de référence
- ECBU : Examen Cytobactériologique des Urines
- PA : Le prélèvement du liquide articulaire par ponction articulaire
- HC : Hémoculture (sang)
- CPC : Coproculture (selles)

II.6. Les échantillons testés :

Tableau. II.2 : les propriétés des échantillons testés.

Echantillon	N°d'essai	Masse (g)	Volume (ml)	Concentration (g/ml)
Extrait de pentane	9	0.583	32	0,0182
Extrait d'heptane	10	2.429	68,5	0,0354
Extrait d'acétate d'éthyle	13	1.404	28	0,0501
Extrait de méthanol	15	7.382	68	0,0996
Extrait d'éthanol	16	6.772	9	0,8202

Chapitre II: Etudes de quelques activités biologiques des concrètes

II.7.Résultats d'aromatogramme :

✓ BGN :

Tableau II.3 : Aromatogramme sur les BGN.

Micro-organisme	Origine	diamètre	de la	Zone	D'inhibition /mm	
BGN	ECBE	<i>Pentane</i>	heptane	Acétate d'éthyle	Ethanol	Méthanol
E.coli₁	ECBE	<6	<6	<6	19	<6
E.coli₇	ECBE	<6	<6	<6	19	<6
E.coli₁₂	ECBE	<6	<6	<6	15	<6
E.coli₉	ECBE	<6	<6	<6	13	<6
E .coli₄	ECBE	<6	<6	<6	<6	<6
E.coli₇	ECBE	<6	<6	<6	20	<6
Morganella morganu₅	ECBE	<6	<6	<6	19	<6
Klebsiella pneumoniae₁₃	ECBE	<6	<6	<6	15	11
Salmonella typhi₂₇₄	HC	<6	<6	<6	20	<6
Salmonella typhi₄₈₆₆	CPC	<6	<6	<6	20	<6
Morganella morganu₁₉₄	PA	<6	<6	<6	15	15
E .coli₂₅₉₂₂	ATCC	<6		<6	15	<6
Pseudomonas aeruginosa₂₇₈₅₃	ATCC	<6	<6	<6	<6	<6

Chapitre II: Etudes de quelques activités biologiques des concrètes

✓ LES COCCI :

Tableau II.4 : Aromatogramme sur les COCCI

Micro-organisme	Origine	Diamètre	De la	zone	D'inhibition/mm	
Cocci		Pentane	heptane	Acétate d'éthyle	Ethanol	méthanol
Staphylococcus aureus	PA	<6	<6	<6	<6	<6
Streptococcus B	PA	<6	<6	<6	20	<6
Streptococcus pneumoniae	LCR	35	30	30	30	30
Streptococcus D	PA	<6	<6	<6	20	15
Streptococcus non groupable	PA	<6	<6	<6	20	15
Streptococcus B	ECBU	<6	<6	<6	18	<6
Staph aureus 25923	ECBU	<6	<6	<6	17	22

II.8. Interprétation de l'aromatogramme :

Selon les valeurs de diamètre de la zone d'inhibition qui sont présentées dans le tableau II.3 et II.4 ; on peut définir la catégorie ces souches et voir les propriétés antibactériennes des concrètes végétales testées.

✓ Pour les BGN :

La souche de référence *Pseudomonas aeruginosa* présente **une résistance** à tous les échantillons donc elle présente une insensibilité aux antibiotiques présents dans ces concrètes.

Les extraits de pentane, de l'heptane et de l'acétate d'éthyle n'exercent aucun effet actif sur ces souches avec un **D < 6mm** ; de là on peut dire que ces extraits ne présente aucune activité antibactérienne envers ces bactéries.

Pour l'éthanol toutes les souches présentaient une sensibilité sauf *Pseudomonas aeruginosa* et l'*E.coli*₄. Cela peut s'expliquer par la richesse de ce dernier en composés qui peuvent inhibaient le développement des autres bactéries

Chapitre II: Etudes de quelques activités biologiques des concrètes

Contrairement à L'extrait de méthanol seul les bactéries **salmonella typhi** et **morganella morganu** présentent une sensibilité.

✓ Pour les Cocci :

La straphylo coccus aureus présente une multi résistance à tous les échantillons. Contrairement à La souche Streptococcus pneumoniae qui est trop sensible à tous les extraits avec un D=35mm pour l'extrait d'acétate d'éthyle

Les extraits de pentane, l'heptane et l'acétate d'éthyle n'exercent aucun effet sur ces bactéries. Ces résultats reflètent l'inactivité antibactérienne de ces derniers. Contrairement à l'extrait d'éthanol qui démontre des propriétés antibactériennes très impressionnantes (**17mm<D<30mm**).

Conclusion :

Les tests de sensibilité aux différents extraits obtenus par divers solvants, nous ont permis de révéler la présence d'une activité antibactérienne des différents extraits.

Le comportement de chaque souche diffère d'un échantillon à un autre, on a constaté la résistance totale de **Staphylococcus aureus** et de **Pseudomonas aeruginosa**²⁷⁸⁵³ à tous les échantillons testés contrairement à Streptococcus pneumoniae qui montre une grande sensibilité avec un diamètre lu compris entre 30 et 35mm.

De même le comportement de chaque échantillon dépend de la nature du solvant, vu que l'on a utilisé la même partie de la plante et le même lot.

Ces résultats montrent l'intérêt de l'utilisation de l'éthanol lors de l'extraction. Les essais d'extraction ont été réalisés à l'échelle laboratoire, il faudra mettre en œuvre un procédé pour le passage à l'échelle industrielle.

D'après les aromagrammes « tableau II.3 et II. 4 » on constate le pouvoir inhibiteur de la concrète éthanolique qui est très important. Ce résultat n'est qu'une preuve sur l'efficacité de l'inule visqueuse dans la pharmacopée traditionnelle pour le traitement des infections cutanées et gastro-intestinales.

Mais d'autres part la sensibilité de ces souches peut être due aux solvants et non pas aux extraits végétaux vu que les échantillons sont des concrètes diluées qui peuvent contenir un certain pourcentage de solvant.

On pourrait mieux voire la fiabilité de ces résultats si un test antibactérien au solvant pur serait fait.

Le résultat qui nous intéresse plus c'est celui de l'extrait éthanolique qui présente une activité antibactérienne très importante.

Chapitre II: Etudes de quelques activités biologiques des concrètes

Pour vérifier que cette dernière est due aux composés extraits des feuilles de l'inule visqueuses et non pas aux traces des solvants on essaiera de voir l'influence de la dilution sur le comportement de la souche.

Une étude a été faite par **F. Bssaibis et coll. [60]** ou ils ont constaté l'évolution de l'activité antibactérienne des extraits éthanolique et methanolique en fonction de leurs dilutions.

Tableau. II.5 : influence de la délutions sur la sensibilité [60].

Type d'extrait	Souches	Pur	1/10	1/20	1/40	1/80	1/100	1/200
Feuilles à l'éthanol	<i>S. aureus</i>	+++	++	+	+	+	+	-
	<i>E. coli</i>	+++	++	++	+	+	+	-
Feuilles au méthanol	<i>S. aureus</i>	+++	++	+	+	+	-	-
	<i>E. coli</i>	+++	+	+	+	+	-	-

(-) souche résistante ; $D < 8\text{mm}$,

(+), sensibles ; $9\text{mm} \geq D \leq 14\text{mm}$

(+ +), Très sensible ; $15\text{mm} \geq D \leq 19\text{mm}$

(+ + +), Extrêmement sensible ; $D > 20\text{mm}$.

Ces résultats montrent une corrélation entre la dilution des extraits et leurs effets antibactériens.

Pour les extraits purs les souches sont extrêmement sensibles, mais avec une certaine dilution ces extraits n'exercent aucun effet antibactérien.

De la un autre facteur intervient c'est la dilution ou le pourcentage de solvant d'extraction dans la concrète.

Comme conclusion, on dira que deux facteurs peuvent décrire le pouvoir antibactérien et qui sont la nature du solvant utilisé lors de l'extraction ainsi que la dilution des extraits récupérés.



**CONCLUSION
GENERALE**

Conclusion générale

Cette étude contribue à l'extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse d'Alger par trois modes d'extraction.

Les essais d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de la plante fraîche ont été effectués à l'échelle semi-pilote, dans une installation, conçue et réalisée au Département Génie chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique. La comparaison des résultats de ces essais a été difficile, vu la grande variété des paramètres opératoires, d'où la difficulté de reproduire un essai dans des conditions similaires pour pouvoir déduire l'influence de tel ou tel paramètre.

Les résultats des essais d'extraction dans le petit extracteur réalisés dans les mêmes conditions opératoires et à durée d'extraction différente, ont permis de constater que cette dernière a une influence sur les rendements en huile essentielle.

L'extraction dans le grand extracteur a donné le meilleur rendement (**1.64%**) pour une plante qui semble avoir gagné en maturité.

Le suivi de la porosité du lit a montré dans les deux cas une variation durant les premières 40 mn ensuite nous observons une certaine stabilité au-delà. La porosité ne semble pas beaucoup affectée les rendements.

Le rendement en huile essentielle lors de l'extraction par l'hydrodistillation avec un échantillon de la plante sèche est fonction de la maturité de la plante. En effet, il passe de **0.149%** à **0.44%**. Les études cinétiques montrent que le transfert se fait en plusieurs étapes, le suivi de la composition permettrait d'expliquer les phénomènes.

Les rendements en concrète lors de l'extraction dans un Soxhlet à partir de la plante sèche avec le méthanol et l'éthanol sont de même ordre de grandeur (**80.1%** et **83.8%** respectivement), un tel résultat montre que les solvants polaires ont un pouvoir d'extraire un grand nombre de composés qui se trouvent dans la plante.

Le dosage des polyphénols des concrètes obtenues par le méthanol, l'éthanol et l'acétate d'éthyle a donné un rendement moyen de 45,43% .ce dernier nous a permis de conclure que les feuilles de l'inule visqueuse sont riches en polyphénols.

Conclusion générale

L'activité antibactérienne des extraits obtenus par différents solvants (heptane, pentane, acétate d'éthyle, méthanol et éthanol), vis à vis de **21** souches, appartenant à deux familles, Cocci et BGN, a été évaluée par la méthode d'aromatogramme.

Selon les valeurs de diamètre de la zone d'inhibition seule la souche *Streptococcus pneumoniae* est sensible à tous les échantillons, contrairement à la souche *Pseudomonas aeruginosa* qui présente une forte résistance.

Les extraits de pentane, l'heptane et l'acétate d'éthyle n'exercent aucun effet sur les bactéries utilisées. Ces résultats reflètent l'inactivité antibactérienne de ces derniers, contrairement à l'extrait d'éthanol qui démontre des propriétés antibactériennes très impressionnantes.

L'analyse des extraits obtenus par CPG /SM (chromatographie en phase gazeuse couplée de spectroscopie de masse) pour une éventuelle étude qualitative, permettra surtout d'identifier les constituants chimiques de l'huile essentielle ainsi que ceux de la concrète, pour mieux expliquer les résultats obtenus.



BIBLIOGRAPHIE

- [1] **Site web** <http://www.phytoforme.com/dossiers/phytotherapie.html> .
- [2] **Andrew Chevallier; Gillian Emerson-Roberts;**
Encyclopedia of medicinal plants (2end edition).
- [3] **A.F.N.O.R : 4^e édition Association françaises de normalisation.**
- [4] **Site web:** <http://www.geocities.com/djebahia2002/fleurs.htm>
- [5] **Site web:** <http://www.couplan.com>
- [6] **Jean-Baptiste, Augustin Pyramus ;**
Flore française .vol. 4 Copie de l'exemplaire univ. Lausanne, p 147-156, 2008.
- [7] **F.G. Levrault ;**
Dictionnaire des sciences naturelles vol. 23 Copie de l'exemplaire l'Université du Michigan Numérisé 550 -559,2007.
- [8] **Site web:** www.chipchaseplants.co.uk/.../I.html.
- [9] **Site web:** www.maltawildplants.com/ASTR/Inula_crithmoide.
- [10] **Susplugas.C.; Balansard.G. Julien.J;**
"Evidence of anthelmintic action of aerial part from *Inula viscosa* Ait". Herba Hung, p: 19-33, 1980.
- [11] **Site web:** http://crdp2.ac-besancon.fr/flore/flore/nom_com/inules.html.
- [12] **Site web:** http://fr.ekopedia.org/Huile_essentielle.
- [13] **Site web:**<http://www.guidedesdemarches.com/INFO/INFO671.htm>
- [14] **Ch.-A. Wurtz ;**
Dictionnaire de chimie pure et appliquée Tome I, Paris, 1874, p. 1269-1270.
- [15] **Christian Brun ;**
"Douze plantes et leurs huiles essentielles", Jouvence ; 2003.
- [16] **Gérard Monsterleet ;**
"Les huiles essentielles leur utilisation dans les soins corporels", article publié par funcal 2009.
- [17] **Site web:** <http://www.refer.mg/cours/wcl/ter/te3.htm>.
- [18] **E.Werker, E. Putivesky, U. Ravid;**
Annals of botany, p 793-801, 1985.

[19] **Site web:** <http://perso.univ-rennes1.fr/antoine.gravot/index.htm/L2-Phytoressources/M%E9tabolites%20secondaires.doc>.

[20] **Site web:** [http://www.deslivresenor.com/photosextraitsgratuitslivresaromatherapie_essentielle.pdf].

[21] **Site web:** <http://www.aromimport.com/proprietes.htm>.

[22] **Sylvain Savard;**
"L'effet désodorisant des huiles essentielles", Centre de recherche industrielle du Québec.

[23] **Isabelle Eustache ;**
"Bien vivre les huiles essentielles", éditions, Saep ,2008.

[24] **S. Bouchonnet, D.Libong ;**
"Le couplage chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse". Département de Chimie, Ecole Polytechnique, 91128 PALAISEAU Cedex.

[25] **Jussi-Pekka Rauha, Susanna Remes, et coll ;**
"Antimicrobial effects of Finnish plant extracts containing flavonoids and other phenolic compounds", Department of Pharmacy, University of Helsinki, Finland, 1999.

[26] **Site web:** <Http://www.dcmr.polytechnique.fr/moyenscouplage.pdf>.

[27] **J.Leybros, P. FremeauLes ;**
"Cahiers de l'ingénieur", vol. J2.I 2. Génie chimique, Génie pharmaceutique, PROB. PROB. PHARM., vol. 28 n°8, 1973.

[28] **Site web :** http://fr.wikipedia.org/wiki/entrainement_a_la_vapeur_d'eau.

[29] **M. PIOCHON ;**
" Étude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore laurentienne: composition chimique, activités pharmacologiques et hémi-synthèse", mémoire comme exigence partielle de la maîtrise en ressources renouvelables, université du Québec, 5p, 2008.

[30] **M.E. Lucchesi ;**
" Extraction sans solvant assistée par micro-ondes Conception et application à l'extraction des huiles essentielles", thèse de doctorat, université de la Réunion, 17, 21,p, 2005.

[31] **Kapetanovic, S. Djugumovic, R. Ramic**
" Isolement de l'huile essentielle de rose par distillation sèches, **Parfums, Cosmétiques et Arômes**, 56, 77-78 p, 1984.

[32] **Site web:** <http://www.petitpenda.info>.

[33] **Jane ROCHE ;**
"Composition de la graine de tournesol (helianthus annuus l) sous l'effet conjugué des contraintes agri-environnementales et des potentiels variétaux, thèse de doctorat, Toulouse. 100p, 2005.

[34] P. BAUD, Ed. MASSON & CIE,
"Traité de chimie industrielle, Tome III : Industries organiques ", Paris, pp704-713, 1951.

[35] Franchomme, P.; Pénoël, D.
"L'aromathérapie exactement. Encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles". Roger Jallois éditeur. Limoges. 445 p. 1990.

[36] Huneck, S. & Yoshimura, L:
Identification of lichen substances. Springer-Verlag, Berlin, 493 p.1996

[37] WIVECKE DAHL :
"Contribution à l'étude des métabolites secondaires chez les lichens fructiculeux *Cladonia stellaris* et *Cladonia rangiferina*" ; thèse comme exigence partielle de la maîtrise en ressources renouvelables, université du Québec, 34 p. 2003.

[38] Site web: <http://www.energieplus.com/news/fullstory.php/aid/890/>.

[39] C.Bachelot, A.Blaise, T.Corbel Et A.Le Guernic ;
"Les huiles essentielles", U.C.O Bretagne Nord, France 2006.

[40] Site web: www.aroma-zone.com/aroma/fiche_procede_extraction.

[41] C. Bhupesh, G. Monobu Et H. Tsutomu ;
"Extraction of ginger oil with supercritical carbon dioxide: experimental and modeling",
Journal of American Chemical Society, N°35, pp607-612, 1996.

[42] K. Ganzler, A. Salgo, K. Valko;
"A novel sample preparation method for chromatography", *Journal of Chromatography A*,
371, 299-306, 1986.

[43] L. L. RIVERA ;
"étude de l'extraction de métabolites Secondaires de différentes matières Végétales en réacteur chauffe par induction Thermomagnétique directe", Thèse de doctorat, INP de Toulouse, 38 p,2006.

[44] P. BAUD ;
"Traité de chimie industrielle, Tome III : Industries organiques ", Ed. MASSON & CIE,
Paris, pp704-713, 1951.

[45] LEVISALLES et M. JOZEFOWICZ ;
"Chimie organique, Tome III : Composés organiques complexes", Ed. Flammarion
science, Paris, 1974.

[46] Belova LF Baginskaia;
"Farmakol Toksikol" (1981 Jul-Aug) 44(4):463-7 ISSN: 0014-8318(édité en Russe).

[47] Site web: www.malta.wildplants.com

[48]: Rabbi Moshé ben Mimoun ;
"Les plantes médicinales". israel, p 125, 1989.

[49] C. Susplugas, G. Balansard, J.C. Rossi, J. Julien, M. Gasquet, P. Timon-David
(Sit web: www.actahort.org-books-96-96_40.htm).

[50] V. Hernandez, M.C. Recio, S. Manez, J. M. Prieto, R. M. Giner, J. L. Rios;
"A mechanistic approach to the in vivo anti-inflammatory activity of sesquiterpenoid compounds isolated from *Inula viscosa*" , *Planta Medicinally*, 2001.

[51] : N. Benhammou; F. Atik bekkara ;
"Contribution à l'étude du pouvoir antifongique de l'huile essentielle d'*Inula viscosa*"
(www.inpv.edu.dz/downloads/publication/file/25contribution_a_letude_du_pouvoir_antifongique_de_lhuile).

[52] : B. TEDJINI ;
"Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse", mémoire de fin d'étude, ENP, Alger, Algérie, 2006.

[53]: N.-A. Zeggwagh, M.-L. Ouahidi, A. Lemhadri et M. Eddouks;
"Study of hypoglycaemic and hypolipidemic effects of *Inula viscosa* L. aqueous extract in normal and diabetic rats", *Journal of Ethnopharmacology*, Volume 108, Issue 2, 24, 223-227p. 2006

[54] F. Zouache, F. AY.
"Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse", projet de fin d'étude, ENP, Alger, Algérie, 2007

[55] : P. Goetz
"Phytothérapie du diabète". *Phytothérapie* (2007) 5: 212–217 © Springer 2007 DOI 10.1007/s10298-007-0255-1

[56]: F. Bssaibis, N. Gmira et Kh. Ounine
"Approche floristique, ethnobotanique, phytochimique et activité biologique de *Dittrichia viscosa* (L.) W. Greuter", journée scientifique. « Ressources Naturelles et Antibiothérapie », 22 Juin 2007, faculté des sciences – Kenitra.

[57]: site web: <http://www.prensa.ugr.es/prensa.php?nota=12>.

[58]: site web: <http://www.inulave.com>.

[59]: site web: <http://www.takween.com/biochimie-sante-article/sante-articles-cancer.2.html>

[60]_F. Bssaibis, N. Gmira, M. Meziane ;
"Activité antibactérienne de *Dettrichia viscosa* (L.) W. Greuter", *Rev. Microbiol. Ind. San et Environn.* Vol 3, N°1, p : 44-55., 2009.

[61] F. Tifaoui, M. Si Mehand ;
"Mise en œuvre d'une installation d'extraction solide/vapeur et solide/liquide à l'échelle semi-pilote". Projet de fin d'études, ENP, dpt Génie Chimique, Alger, 2007.

[62] K. Kassoussi, M. Zekri ;

"L'huile essentielle de *Salvia officinalis* L.: extraction, composition chimique, propriétés physiques et antimicrobiennes". Projet de fin d'études, ENP, dpt Génie Chimique, Alger, 2008.

[63] Site web: <http://zanollietsteulet.oxalis.com/methodeextraction.htm> hydrodistillation.

[64] Sit web: <http://www.campbell.edu/faculty/jung/images/Soxhlet.gif>.

[65]Site web :<http://www.restonsenforme.com/20080124/les-antioxydants/>

[66] A. Bessas, L.Benmoussa, M. Kerarma ;

"Dosage biochimique des composés phénoliques dans les dattes et le miel récoltés dans le sud algérien", Sidi Bel Abbés ,2008.

[67] Thiery Gibault ;

"Myrtilles et fraises pour les neurones", article n °2, 2007.

[68] N. Bouallili, R. Saidi ;

Extraction et valorisation des polyphénols des grignons d'olive, projet de fin d'études, ENP, Alger, dpt Génie Chimique, 2009.

[69] C.FAGNONI-LEGAT ;

"Les antibiotiques départements pharmaceutiques", CHU Besançon.

[71] Site web:

http://www.innocuite.org/loader.php?src=http://www.innocuite.org/pages/connaissances/intoxications/classification_bact.html.

[72] Vincent Cattoir

"Les bacilles à gram négatif 1" Cours de DCEM1 - Faculté de Médecine de Créteil, 2005.

[73] Site web: <http://catalog2/hugo/HUrBi.html>:/

[74] Site web: <http://www.larousse.fr/encyclopedie/nom-commun/nom/bact%C3%A9rie/25038>.

[75] Site web: http://fr.wikipedia.org/wiki/Appareil_de_dean_Stark

[76] Site web:

http://www.ac-reims.fr/datice/sc_physique/docs/livres/handbook/Image419.gif.

ANNEXE

L'appareil de Dean Stark est un montage de verrerie de laboratoire utilisé en chimie des synthèses pour extraire l'eau (ou parfois d'autres liquides) du milieu réactionnel. Il est utilisé en association avec un réfrigérant à eau et un chauffe-ballon afin d'éliminer l'eau produite par une réaction chimique s'effectuant en chauffage à reflux.

Au cours de la réaction, des vapeurs contenant le solvant et l'espèce à extraire montent jusqu'au condenseur et, une fois liquéfiées, tombent dans le cylindre gradué. A l'intérieur de celui-ci les liquides non-miscibles se séparent en phases. Lorsque la phase supérieure (xylène) atteint le niveau du bras, elle coule dans celui-ci et retourne dans le ballon réacteur, alors que la phase inférieure (eau) reste dans le cylindre.

On laisse que les phases se séparent bien ensuite on lit sur les graduations le volume qui correspond au volume d'eau contenu dans la matière végétale.

On lit la température à laquelle la lecture était faite et on prend la densité de l'eau à cette température : Le calcul se fera ainsi : $H = (V_{\text{eau}} / m) * d_{\text{eau}}^T$

tel que m : masse de la matière végétale mise dans le ballon [75]

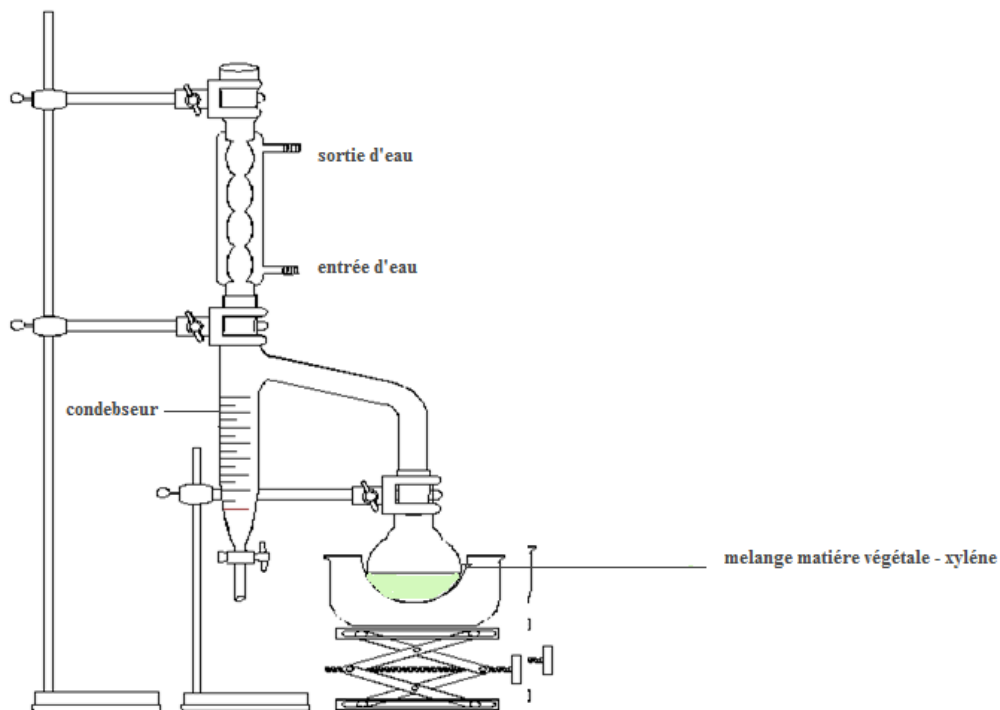


Figure annexe I : Montage de Dean et Stark [76]