

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

*Ministère d'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique*



**Mémoire de fin d'études**

**En vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Chimique**

**Thème :**

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

**Proposé et dirigé par :**

**Pr. R. DERRICHE**

**Réalisé par :**

**Mr. F. ZOUACHE**

**&**

**Mr. F. AY**

**2006 /2007**

# Dédicaces

*Ce travail est dédié :*

- *A mon père et mon grand père,*
- *A ma mère et ma grande mère,*
- *A mes frères : Rachid, Achour, Hichem, Saad et Raouf,*
- *A mes sœurs et surtout ma nièce Ichrak,*
- *A toutes les familles Ay et Dehiri,*
- *A tous mes amis et surtout : Slimene, Hamza, Farid, Aissa, Youcef et Kamel,*
- *Rafik, Saber, Hichem, Adel, Azzeddine, Mostapha l'agent et Amine,*
- *A tous mes collègues et surtout : Farouk, Toufik, Tarif, Hamza, Waheb et Fouaz,*
- *A tous ceux qui me sont chers,*
- *A tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.*

*F.Ay*

# Dédicaces

*Ce travail est dédié :*

- *A la mémoire de mon père,*
- *A ma mère,*
- *A mes frères : Nabil, Boualem, Sami et Yazid,*
- *A mes sœurs,*
- *A toutes les familles Zouache et Atoui,*
- *A tous mes amis et surtout : Jakoub, Antar, Boualem, Saadi, Rabah et Kamel,*
- *Waheb , Djaafar, Hichem, Salah, Mostapha l'ajent et Amine,*
- *A Ouafa et Imène,*
- *A tous mes collègues et surtout : Farouk, Toufik, Tarif, Hamza et Rafik,*
- *A tous ceux qui me sont chers,*
- *A tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.*

*F.ZOUACHE*

## **Remerciements**

*Qu'il nous soit permis de remercier et d'exprimer notre profonde gratitude en premier lieu à Mme. Pr. R. DERRICHE notre promotrice, pour nous avoir confié un travail aussi intéressant et pour ses conseils, ses encouragements et son suivi attentif.*

*Que monsieur le président du jury, trouve ici nos remerciements pour nous avoir fait l'honneur de présider notre jury et que les membres du jury trouvent ici l'expression de notre profonde gratitude.*

*Nous tenons également à remercier vivement : Mr AHMED. ZAYET, Pr. BEN YOUSSEF et le Pr. CHARCHARI, pour leur aide.*

*Cette liste de remerciements n'est pas exhaustive, que tous ceux avec lesquels nous avons interagi lors de ce travail, sans toutefois les avoir cité ci-dessus, sachent que leur contribution à la réalisation de ce mémoire a été grandement appréciée.*

**F. ZOUACHE & F. AY**

## Préambule

*Ce travail a été réalisé dans le cadre des activités de l'équipe « valorisation des espèces végétales » du laboratoire « valorisation des énergies fossiles » dirigé par monsieur le professeur Chems Eddine Chitour.*

## Résumé :

Ce travail a porté sur l'étude de l'extraction des huiles essentielles de l'inule visqueuse de Bordj Bou Arréridj par l'entraînement à la vapeur d'eau, et des concrètes dans un Soxhlet en utilisant deux solvants organiques : le pentane et le méthanol.

Le rendement en huiles essentielles est influencé par trois paramètres : le temps de stockage, l'âge et la région de la plante.

L'étude de la cinétique d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau a permis à l'aide de l'EXDIF d'approcher les phénomènes du transfert de matière en déterminant les coefficients de la diffusion.

Mots clés : Extraction, huile essentielles, inule visqueuse, coefficient de diffusion.

## Abstract:

This work concerns the study of the extraction of essential oils of the inula viscosa of Bordj Bou Arréridj by water's steam, and concrete in Soxhlet by using two organics solvents: pentane and methanol.

The essential oil yield is influenced by three parameters: the time of storage, the age and the area of the plant.

The study of the kinetics of extraction by water's steam made it possible using the EXDIF to approach the phenomena of the transfer of matter by determining the diffusion coefficients.

Keys words: Extraction, essential oils, inula viscosa, diffusion coefficients.

## ملخص:

يستهدف هذا العمل استخلاص الزيوت الأساسية للنبذة المعروفة باسمها البربري "ماقرمان" المقطوفة من ولاية برج بو عريريج وعينات من هذه النبذة عن طريق ( Soxhlet ) باستعمال مذيبين عضويين: بنتان و ميثانول.

المر دودية من الزيوت الأساسية تأثرت بثلاث عوامل: مدة التخزين, عمر و ناحية النبذة.

دراسة حركية الاستخلاص عن طريق السحب ببخار الماء باستعمال ( EXDIF ) بتقريب ظواهر انتقال المادة بحساب معامل الانتشار.

الكلمات المفتاح : استخلاص > الزيوت الأساسية > ماقرمان > معامل الانتشار.

# Sommaire

<b>Introduction générale</b> .....	1
------------------------------------	---

## **PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE**

### **Chapitre I : Présentation de la matière végétale**

I.1. Description botanique.....	5
I.2. Classification botanique .....	6
I.3. Nativité et localisation.....	6
I.4. Espèces du même genre que l'inule visqueuse .....	7
I.4.1. Définition :.....	7
I.4.2. <i>Dittrichia graveolens</i> .L. greuter.....	7
I.4.3. <i>Inula conyza</i> .DC. ....	8
I.4.4. <i>Inula crithmoides</i> .L.....	9
I.4.5. <i>Inula helvetica</i> .Weber.....	10
I.4.6. <i>Inula montana</i> .L.....	10
I.4.7. <i>Inula salicina</i> .L.....	11
I.4.8. <i>Dittrichia viscosa</i> .L. greuter. ....	11

### **Chapitre II : récupération des huiles essentielles et des concrètes**

II.1. Historique.....	15
II.2. Définition.....	15
II.3. Localisation dans la plante.....	16
II.4. Propriétés physiques des H.E.....	16
II.5. Teneur des H.E.....	17
II.6. Rôle dans la plante.....	17
II.7. Composition Chimique.....	17
II.7.1. Composés terpéniques.....	18
II.7.2. Composés aromatiques.....	18
II.8. Activités biologiques des huiles essentielles.....	18
II.9. Toxicité des huiles essentielles.....	20
II.10. Utilisation des huiles essentielles.....	21
II.11. Méthodes d'analyse des huiles essentielles.....	21
II.11.1. Chromatographie en phase gazeuse.....	22
II.11.2. La spectrométrie de masse.....	22
II.11.3. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse.....	22
II.12. Les techniques d'extraction des huiles essentielles.....	24
II.12.1 Historique.....	24
II.12.2. Entraînement à la vapeur d'eau.....	24
II.12.2.1. Fondement thermodynamique de l'entraînement à la vapeur d'eau.....	25
II.12.3. Hydrodistillation.....	27
II.12.4. L'extraction par solvants volatils.....	30
II.12.5. Extraction par fluides supercritiques.....	32

II.12.5.1. Définition.....	32
II.12.5.2. Propriétés des fluides supercritiques.....	32
II.12.5.3. L'extraction par CO <sub>2</sub> supercritique.....	32
II.12.5.4. Avantages.....	34
II.12.5.5. Inconvénients.....	34
II.12.6. L'extraction assistée par micro ondes.....	34

### **Chapitre III : Les travaux antérieurs**

III.1.Introduction.....	37
-------------------------	----

## **PARTIE PRATIQUE**

### **Chapitre I: Récupération des huiles essentielles et des concrètes**

I.1. Introduction.....	43
I.2. La matière végétale utilisée.....	43
I.3. Extraction par entraînement à la vapeur d'eau.....	44
I.3.1 Mode opératoire.....	45
I.3.2. Conditions Opératoires.....	45
I.3.3. Mesure du débit.....	46
I.3.4. Rendement.....	48
I.3.5. Résultats et discussions.....	48
I.3.5.1. Influence de stockage sur le rendement en H.E.....	51
I.3.5.1.1. L'erreur expérimentale.....	52
I.3.5.2. influence de l'âge de la plante sur le rendement en H.E.....	53
I.3.5.3. Influence de la région de la plante sur le rendement en H.E.....	54
I.6. Extraction dans un Soxhlet.....	54
I.6.1. Principe.....	54
I.6.2. L'appareillage.....	55
I.6.3. Mode opératoire.....	56
I.6.4. Extraction par pentane.....	57
I.6.4.1 Condition opératoire.....	57
I.6.5. Extraction par méthanol.....	58
I.6.5.1. Condition opératoire.....	58
I.6.6. Discussion des résultats.....	58
I.7. Conclusion.....	59

### **Chapitre II : Etude du transfert de matière**

II.1. Introduction.....	61
II.2. Généralités.....	61
II.3. Flux de transfert de matière.....	62
II.4. Transfert de matière par diffusion.....	63
II.5. Transfert matière par transport.....	63
II.6. Diffusion dans une plaque plane en régime transitoire.....	65
II.7. Présentation du logiciel utilisé EXDIF.....	66
II.7.1. Limitation du programme.....	66

II.7.2. Le modèle mathématique.....	67
II.8. Détermination du coefficient de diffusion d'huile essentielle.....	67
II.9. Discussion des résultats.....	71
II.10. Conclusion.....	71
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>73</b>
<b>Références bibliographique.....</b>	<b>75</b>

## Symboles

<b>Symbole</b>	<b>nom</b>
HE	huile essentielle
DM/C	downy mildew/cucumber
LB/P	late blight/potato (pomme de terre / rouille
LB/T	late blight/tomato (tomate/ rouille)
PM/W	powdery mildew/wheat rouille de blé
R/S	rust/sunflower (rouille de tournesol
T <sub>H</sub>	Tension de vapeur de l'huile
T <sub>E</sub>	Tension de vapeur de l'eau

# INTRODUCTION GENERALE

Depuis l'antiquité, les plantes ont joué un rôle important dans la vie de l'humain, comme source principale de nourriture, aussi bien pour l'entretien et l'amélioration de la santé que pour le traitement des maladies. L'organisation mondiale de la santé (OMS) a estimé que plus de 80% de la population du monde compte toujours sur les plantes médicinales pour leur santé primaire. C'est en fait une indication claire pour le rôle des plantes médicinales dans l'entretien de la santé et le traitement des maladies [1].

L'inule visqueuse est l'une des plus importantes plantes médicinales connues dans le bassin méditerranéen depuis longtemps et ses huiles ont été utilisées par les anciens pour se guérir de plusieurs maladies. C'est une herbe médicinale éternelle bien connue qui se développe en Turquie, en Espagne, en Italie, au Portugal, en Bulgarie et au Moyen-Orient (Baytop, 1984 [2] ; Al-Eisawi, 1998 [3]).

Dans la région méditerranéenne, l'inule visqueuse a été employée pendant des années dans la médecine traditionnelle pour ces effets (Barbetti et autres, 1985 [4]) antipyrétique anti-inflammatoire, antiseptique, ces activités antiphlogistiques (Lauro et Rolih, 1990 [5]) et dans le traitement du diabète (Yaniv et autres, 1987 [6]). En outre, la plante a été employée par les médecins espagnols, pour des désordres de traitement de gastroduodéal (Lastra et autres, 1993 [7]).

En Jordanie, la médecine traditionnelle attribue plusieurs utilisations à l'inule visqueuse : fluidifiant, diurétique, traitement de la bronchite, tuberculose, anémie et comme cataplasme pour la douleur rhumatismale. En plus, on le prescrit comme agent d'instigateur dans l'induction de l'avortement et de la stérilité (Karim et Quraan, 1986; Karim, 1990 [8] ; Al-Khalil et autres, 1992[9]) [10].

L'inule visqueuse est recommandée pour le traitement du scorbut. La poudre de feuille de l'inule visqueuse est employée pour le traitement d'arthrite.

**En Algérie**, les branches de l'inule visqueuse sont bouillies dans de l'huile, qui sont ensuite employées pour le traitement topique du gonflement, de l'arthrite ; dans la médecine traditionnelle arabe, la plante est utilisée pour le traitement d'une quarantaine de maladies différentes[11].

Notre travail va s'accroître sur les huiles essentielles et les concrètes des feuilles de l'inule visqueuse. Pour ce faire, l'entraînement à la vapeur d'eau et l'extraction par solvant dans un Soxhlet seront utilisés comme procédés.

Dans la partie théorique, on développera au chapitre I les généralités sur la matière végétale.

Le chapitre II concerne les huiles essentielles et les différents modes d'extraction des huiles essentielles et des concrètes.

Le chapitre III concernera les travaux antérieurs sur l'inule visqueuse.

Le présent travail s'intéresse dans la partie expérimentale, à l'étude de la cinétique d'extraction des huiles essentielles des feuilles de l'inule visqueuse par l'entraînement à la vapeur d'eau, et à la récupération des concrètes dans un Soxhlet, par différents solvant d'extraction : le méthanol et le pentane.

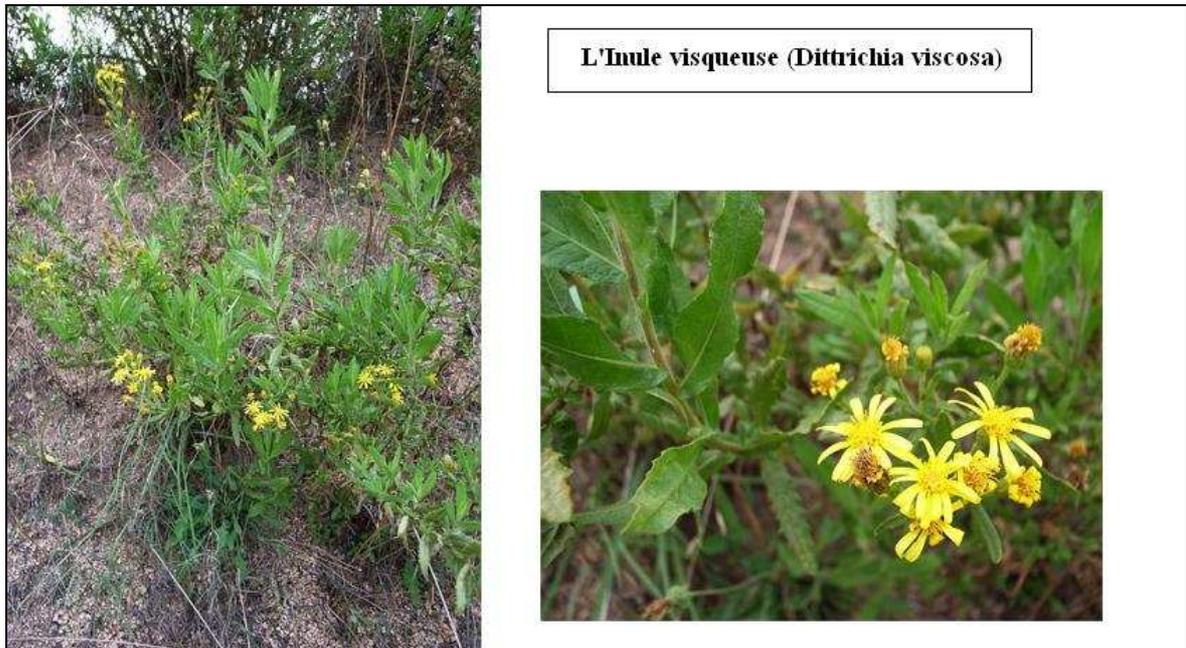
Pour le procédé d'extraction par l'entraînement à la vapeur d'eau, le chapitre II concernera l'étude du transfert de matière et la détermination des coefficients de diffusion en utilisant le logiciel EXDIF.

PARTIE  
BIBLIOGRAPHIQUE

# Chapitre I

## PRESENTATION DE LA MATIERE VEGETALE

### I.1. Description botanique



**Figure I.1 :** Inule visqueuse [16].

Plante vivace , glanduleuse visqueuse , odorante , tiges de 5-10 dm frutescentes à la base, dressées , très feuillées , feuilles lancéolées , entières ou dentées , aigues , les caulinaires embrassantes et cordées à la base , glanduleuses sur les deux faces , involucre à folioles linéaires , les extérieures scarieuses, vertes sur le dos obtuses , les intérieures scarieuses , aigues , ciliées , rétrécis en col au sommet , capitules assez gros en longues grappes pyramidales, fleurs jaunes rayonnants , ligules dépassant assez longuement l'involucre [12].

L'inule visqueuse fleurit en Août – septembre – octobre.



**Figure I.2 :** les fleurs de l'inule visqueuse [16].

### **I.2. Classification botanique [13]**

**Famille :** Astéracées.

**Genre :** Dittrichia.

**Ordre :** Astérales.

**Règne :** Plantae.

**Division :** Magnoliophyta.

**Classe :** Magnoliopsida.

### **I.3. Nativité et localisation**

L'inule visqueuse est une plante native du bassin méditerranéen, elle se développe dans les terres pierreuses de forte composition en calcaire et dans les zones humides.

En Algérie l'espèce est localisée en générale dans les régions de moyenne altitude du tell, dans les terres garrigue et rocaille et dans les terrains argileux humides [14].

En générale elle est localisée dans les zones suivantes :

- **Afrique du Nord:** Algérie, Egypte, Libye, Maroc, Tunisie.
- **Asie Occidentale:** Chypre, Palestine, Jordanie, Liban, Syrie, Turquie.
- **Europe:** Albanie, Bulgarie, Grèce, Italie, Yougoslavie. L'Europe Du sud-ouest: France (Corse inclus), Portugal, Espagne (îles Canaries inclus) [15].

#### **I.4. Espèces du même genre que l'inule visqueuse [16]**

##### **I.4.1. Définition**

Ce sont des plantes à fleurs généralement jaunes, exceptionnellement violacées. Celles du centre des capitules sont en tube, celles de la périphérie sont ligulées, mais parfois très courtes. Le réceptacle floral est nu. Les bractées de l'involucre sont disposées sur plusieurs rangs inégaux. Le fruit est surmonté d'une aigrette de soies disposées sur un seul rang. Les anthères sont prolongées inférieurement par deux appendices filiformes. Les feuilles sont alternes. Chez les plantes du genre *Dittrichia*, le fruit est étranglé puis élargi au sommet.

Nous citons ces espèces :

1. *Dittrichia graveolens*.
2. *Inula conyza*.
3. *Inula crithmoides*.
4. *Inula helvetica*.
5. *Inula montana*.
6. *Inula salicina*.
7. *Dittrichia viscosa*.

##### **I.4.2. *Dittrichia graveolens* .L. greuter.**

C'est une plante glanduleuse-visqueuse à forte odeur camphrée. La tige est très ramifiée et le port est pyramidal. Les capitules sont petits, allongés, et les ligules, jaunes ou violacées, courtes. On rencontre cette espèce dans les lieux sablonneux.



**Figure I.3 :** *Dittrichia graveolens* [16].

**Hauteur :** 0,3 à 1 m.

**Capitule :** 1 cm.

**Floraison :** août à octobre.

**Altitude :** 0 à 400 m.

#### **I.4.3. *Inula conyza* .DC. ( Inule conyze)**



**Figure I.4 :** *Inula conyza* [16].

*Inula conyzia* est une plante commune dans les bois clairs ou sur leur lisière. La tige ramifiée porte des feuilles un peu gaufrées, pubescentes en dessous. Les petits capitules, plus hauts que larges, ont des ligules très courtes et parfois rougeâtres. Les bractées sont arquées.

**Hauteur :** 20 à 80 cm.

**Capitule :** 8 à 12 mm.

**Floraison :** juillet à septembre.

**Altitude :** 0 à 1200 m.

#### **I.4.4. *Inula crithmoides* .L. (Inule faux-crithmum)**

C'est une espèce du littoral méditerranéen et atlantique qu'on peut rencontrer sur les plages, parmi les rocailles ou même dans les marais salants. La plante est ligneuse dans le bas. Les feuilles glabres sont charnues, étroites, obtuses ou terminées par trois dents.



**Figure I.5 :** *Inula crithmoides* [16].

**Hauteur :** 10 à 90 cm.

**Capitule :** 20 à 25 mm.

**Floraison :** août à octobre.

**Altitude :** littoral.

**I.4.5. *Inula helvetica* .Weber. (Inule de Suisse)**

**Figure I.6 :** *Inula helvetica* [16].

Elle se plaît dans les lieux humides, en particulier sur les bords buissonneux des rivières. La plante est pubescente et plus ou moins blanchâtre. Les ligules sont longues, étalées et étroites. Les bractées du capitule sont écartées en dehors.

**Hauteur :** 0,5 à 1,5 m.

**Capitule :** 3 cm.

**Floraison :** juillet à septembre.

**Altitude :** 100 à 1200 m.

**I.4.6. *Inula montana* .L. (Inule de montagne)**

C'est une espèce qui croît sur les sols pierreux calcaires, La plante, plus ou moins velue-laineuse, a des tiges généralement simples qui portent quelques feuilles lancéolées. Les capitules sont ordinairement solitaires. Les bractées externes sont étalées.



**Figure I.7 : Inula montana [16].**

**Hauteur :** 10 à 40 cm.

**Capitule :** 2 à 4 cm.

**Floraison :** juin-juillet.

**Altitude :** 0 à 1200 m.

**I.4.7. Inula salicina .L.** (Inule à feuilles de saule)



**Figure I.8 : Inula salicina [16].**

*Inula salicina* .L. est une plante commune dans une zone qui va des Pyrénées aux Ardennes. Elle devient de plus en plus rare au fur et à mesure qu'on s'en éloigne. Elle se rencontre dans des prairies fraîches et humides, en lisière de forêt, mais aussi dans des milieux plus secs. La tige simple, ou seulement ramifiée dans le haut, porte des feuilles lancéolées, plus ou moins luisantes et qui s'écartent à angle droit. Les ligules sont étroites. Les bractées externes de l'involucre sont recourbées en dehors. Une confusion est possible avec *Buphtalmum salicifolium* Linné dont le réceptacle est pourvu de paillettes et chez qui les ligules sont plus larges.

**Hauteur :** 30 à 70 cm.

**Capitule :** 3 à 5 cm.

**Floraison :** juin à septembre.

**Altitude :** 0 à 600 m.

#### I.4.8. *Dittrichia viscosa* .L.



**Figure I.9 :** *Dittrichia viscosa* [16].

C'est une espèce commune dans les garrigues de la région méditerranéenne. La plante est glanduleuse-visqueuse. Les feuilles sont serrées sur la tige et fortement dentées. Les capitules sont nombreux et disposés en longues grappes étroites.

**Hauteur :** 0,5 à 1 m.

**Capitule :** 2 cm.

**Floraison :** août à octobre.

**Altitude :** 0 à 500 m.

# Chapitre II

RECUPERATION DES  
HUILES ESSENTIELLES  
ET DES CONCRETES

## II.1. Historique

Depuis la plus haute Antiquité, les parfums et les arômes furent parmi les premiers signes de reconnaissance qui marquèrent la vie des hommes. Ils furent étroitement associés à la vie spirituelle de l'homme (Egypte, inde), ainsi qu'à l'histoire de la médecine (Grèce, Empire romain, Empire arabe). Au début du XVI<sup>ème</sup> siècle, Paracelse, médecin suisse considéré comme le père de la pharmacochimie étudia l'extraction de «l'âme » des végétaux sous forme de «quintessence » (ou cinquième essence) à laquelle on donnera le nom «d'esprit » puis «d'essence » et finalement «d'huile essentielle » [17].

## II.2. Définition

La 8ème édition de la pharmacopée française (1965) a défini une huile essentielle, appelée encore essence ou huile volatile, comme étant un produit de composition généralement assez complexe renfermant les principes volatils contenus dans les végétaux et plus aux moins modifiés au cours de l'extraction. Pour extraire ces principes volatils, il existe divers procédés, deux seulement sont utilisés pour la récupération des essences officinales : la distillation dans la vapeur d'eau de plantes a essences ou de certaines de leur organes, et le procédé par expression. Depuis la neuvième édition en 1972, la pharmacopée n'utilise plus que le terme : huile essentielle [18].

En 1986, la norme AFNOR définit une huile essentielle comme étant l'extrait volatil obtenue par hydrodistillation ou par expression a froid de la plante [19].

Plus récemment ,la norme AFNOR NFT 75-006 (Février 1998) a donné la définition suivante d'une huile essentielle : « Produit obtenu a partir d'une matière première végétale, soit par entraînement a la vapeur, soit par des procédés mécaniques a partir de l'épicarpe des Citrus, soit par distillation sèche. L'huile essentielle est ensuite séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques pour les deux premiers modes d'obtention ; elle peut subir des traitements physiques n'entraînant pas de changement significatif de sa composition (par exemple, redistillation, aération, ...) », et d'autres essences obtenus selon d'autres procédés d'extraction [20].

### II.3. Localisation dans la plante

Les huiles essentielles peuvent être stockées dans tous les organes végétaux : fleurs (bergamotier, tubéreuse), mais aussi feuilles (citronnelle, eucalyptus, laurier, noble) et, bien que cela soit moins habituel, dans des écorces (cannelier), des bois (bois de rose, santal), des racines (vétiver), des rhizomes (curcuma, gingembre), des fruit (tout épice, anis, badiane), des graines (muscade).

La synthèse et l'accumulation des H.E (essences) sont généralement associées à la présence de structures histologiques, souvent localisées sur ou à proximité de la surface (sous la cuticule) de la plante. Dans des cellules sécrétrices, poches sécrétrices schizogènes ou schizolysigènes (Myrtacées, Rutacées), canaux sécréteurs (Conifères, Ombellifères), poils sécréteurs (labiées, composées) [21].

### II.4. Propriétés physiques des H.E

Malgré leurs différences de constitution, les huiles essentielles possèdent un certain nombre de propriétés physiques en commun

- Ce sont généralement des liquides à la température ordinaire.
- Leur volatilité les oppose aux « huiles fixes », à cette volatilité les huiles essentielles sont liées, leurs caractères odorants et la possibilité de les obtenir par entraînement à la vapeur d'eau.
- Elles sont généralement incolores
- Il existe cependant quelques exceptions (ex : huiles essentielles à azulène, de coloration bleue).
- Leur densité est, le plus souvent, inférieure à 1 ; seules trois huiles essentielles officinales ont une densité supérieures à celle de l'eau : ce sont des huiles essentielles de cannelle, de giroflier, de sassafras.
- Elles possèdent un indice de réfraction souvent élevé et sont douées de pouvoir rotatoire.
- Peu soluble dans l'eau, elles lui communiquent cependant leur odeur (eaux distillées aromatiques) ; elles sont solubles dans les alcools de titres élevés (différence avec les lipides), solubles dans les huiles fixes et dans la plupart des solvants organiques.

➤ Elles sont très altérables, sensibles à l'oxydation (mais ne rancissent pas). Elles ont tendance à se polymériser en donnant lieu à la formation de produits résineux. Elles sont donc de conservation limitée

➤ Leur température d'ébullition dans l'intervalle de 120 à 260 °C [22].

### II.5. Teneur des H.E

Quantitativement, les teneurs en huile essentielle sont plutôt faibles, de l'ordre de 1% à 1‰. Il existe cependant quelques exceptions, Ex : badiane de Chine, où la teneur en essence est supérieur à 5% « Clou de Girofle » qui renferme plus de 15% d'essence [20] [21].

Le lentisque a des teneurs en huile essentielle qui tourne autour 0,2%, [23] ce qui justifie la forte valeur ajoutée de son huile essentielle sur le marché international.

### II.6. Rôle dans la plante

Il est mal connu pour certains auteurs, les huiles essentielles auraient un rôle attractif vis-à-vis des insectes et favoriseraient donc la pollinisation. Pour d'autres, elles exerceraient une action antiseptique vis-à-vis de certains microorganismes (champignons) et auraient donné un rôle protecteur [17].

Ainsi que pour d'autres, ils pourraient constituer des supports à une « communication » et ce d'autant mieux que leur variété structurale autorise le transfert de « messages biologiques » sélectifs [20].

### II.7. Composition Chimique

La composition chimique d'une huile essentielle est assez complexe. On y trouve généralement de nombreux constituants. Ceux-ci appartiennent principalement à deux grands types chimiques :

- Les composés terpéniques ;
- Les composés aromatiques dérivés du phénylpropane.

### II.7.1 Composés terpéniques

Ils sont formés d'unités isopréniques (en C<sub>5</sub>) et comprennent :

- Les monoterpènes (C<sub>10</sub>) ;
- Les sesquiterpènes (C<sub>15</sub>) ;
- Les diterpènes (C<sub>20</sub>) ;
- Les triterpènes (C<sub>30</sub>) [21].

Dans les H.E, on trouve surtout ces monoterpènes, quelques sesquiterpènes, rarement des diterpènes et des triterpènes.

Ces terpènes peuvent être acycliques, monocycliques ou bicycliques [22].

### II.7.2. Composés aromatiques

Les dérivées du phénylpropane (C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>) sont beaucoup moins fréquents que les terpénoïdes.

On peut également rencontrer dans les H.E des composés en (C<sub>6</sub>-C<sub>1</sub>) comme la vanilline (assez fréquente) ou comme l'antranilate de méthyle, On peut citer aussi :

- L'acide et l'aldéhyde cinnamiques (essence de cannelle) ;
- L'eugénol (essence de girofle) ;
- L'anéthol et l'aldéhyde anisique (H.E de badiane, d'anis et de fenouil) ;
- Le safrole (H.E de saffras) [20] [24].

### II.8. Activités biologiques des huiles essentielles

Les huiles essentielles possèdent de nombreuses activités biologiques. En phytothérapie, elles sont utilisées pour leurs propriétés antiseptiques contre les maladies infectieuses d'origine bactérienne, par exemple contre les bactéries endocanaliaires [25] ou au niveau de la microflore vaginale[26], et d'origine fongique contre les dermatophytes [27]. Cependant, elles possèdent également, des propriétés cytotoxiques [28] qui les rapprochent donc des antiseptiques et désinfectants en tant qu'agents antimicrobiens à large spectre.

Dans des préparations pharmaceutiques, les terpènes phénoliques, comme le thymol et le carvacrol, sont souvent utilisés comme antiseptiques, antibactériens et

antifongiques. Le thymol est très irritant, astringent et caustique. La dose de thymol applicable sur la peau et les muqueuses est de 0,5%. Ingéré à la dose de 2 g ou à plus fortes doses, il est responsable de gastralgies avec nausées [29].

Dans les domaines phytosanitaire et agro-alimentaire, les huiles essentielles ou leurs composés actifs pourraient également être employés comme agents de protection contre les champignons phytopathogènes [29] et les microorganismes envahissant les denrées alimentaires [30].

Les huiles essentielles les plus étudiées dans la littérature pour leurs propriétés antibactériennes et antifongiques appartiennent à la famille des Labiatae : thym, origan, lavande, menthe, romarin, sauge, etc. L'essence de thym est souvent rapportée comme étant parmi les huiles les plus actives. Son composé majoritaire, le carvacrol, possède également une forte activité antimicrobienne [31]. D'après les travaux de Sivropoulou et col [28], et Hudaib et col [32], les huiles de menthe et d'origan présentent des activités antibactériennes remarquables contre les souches à Gram<sup>+</sup> et à Gram<sup>-</sup> [33].

Etant donné la grande complexité de la composition chémotypique des huiles essentielles, malgré de possibles synergies, certains auteurs préfèrent étudier l'effet d'un composé isolé pour pouvoir ensuite le comparer à l'activité globale de l'huile. Ainsi l'activité fongistatique des composés aromatiques semble être liée à la présence de certaines fonctions chimiques. Chaumont et Leger ont testé 12 composés aromatiques vis-à-vis de huit souches pathogènes pour l'homme *Candida albicans*, *Aspergillus fumigatus*, *Microsporum canis* et 5 *Trichophyton* spp [27].

Ils concluent que les phénols, chavicol, 4-allyl-2-6-diméthoxyphénol sont plus antifongiques et que les aldéhydes testés (cinnamique et hydrocinnamique) présentent également des propriétés fongistatiques très marquées. Les groupements méthoxy, à l'inverse, ne semblent pas apporter à ce type de molécules une fongitoxicité significative. Kurita et col [34], [35], ont classé les composés purs selon leur activité antifongique vis-à-vis de sept champignons.

Cette activité est estimée selon la durée d'inhibition de la croissance déterminée par simple observation macroscopique. L'activité antifongique décroît selon le type de fonctions chimiques:

~ **Phénols > Alcools > Aldéhydes > Cétones > Ethers > Hydrocarbures /**

Parmi les aldéhydes aliphatiques, le cinnamaldéhyde s'est révélé le plus actif. En ce qui concerne les composés phénoliques, l'activité antifongique augmente avec l'encombrement stérique de la molécule (p-n-propylphénol > thymol > isoeugénol > eugénol).

L'addition de groupements alkyl au noyau benzène du phénol augmente le caractère antifongique. Par conséquent, un certain degré d'hydrophobicité des composés phénoliques ou aldéhydes aromatiques paraît donc requis, pour exprimer une caractéristique antifongique optimale [33].

L'activité des terpènes des huiles essentielles est en corrélation avec leur fonction chimique. Les travaux de Zakarya et col ont montré l'importance de la spécification du genre et de l'espèce, ainsi que de la variété de la plante d'où provient l'extrait. Ils donnent un exemple de variations qualitatives et quantitatives de 21 espèces [36].

## **II.9. Toxicité des huiles essentielles [37]**

La toxicité chronique des huiles essentielles est assez mal connue ; on connaît par contre beaucoup mieux le risque de toxicité aiguë lié à une ingestion massive, en particulier la neurotoxicité des huiles essentielles à thuyone (thuya, absinthe, sauge officinale, tanaïsie) ou à pinocamphone (hysope). Ces cétones induisent des crises épileptiformes et tétaniformes, des troubles psychiques et sensoriels nécessitant l'hospitalisation.

Cette toxicité non négligeable conduit à adopter une attitude prudente face aux pratiques telles que l'aromathérapie lorsqu'elles utilisent des huiles essentielles pures et à fortes doses, par voie orale et a fortiori en mélange.

En générale chez l'homme l'ingestion de 10 à 30ml d'une huile essentielle peut être mortelle. A des doses plus faibles on note des troubles digestifs, de l'hypotension, de l'hypothermie et une confusion mentale [38] [39] [40].

## II.10. Utilisation des huiles essentielles

L'industrie du parfum est le débouché principal des huiles essentielles, des concrètes, des absolues et autres résinoïdes. La cosmétologie et le secteur des produits d'hygiène sont également des consommateurs, même si le coin souvent élevé des produits naturels conduit à privilégier les produits synthétiques.

Les huiles essentielles trouvent également des applications dans diverses industries telles que les industries agro-alimentaires (tous les secteurs alimentaires sont consommateurs : boissons non alcoolisées, confiserie, produits laitiers, soupes, sauces, snacks, boulangerie sans oublier la nutrition animale), et les industries chimiques qui utilisent des isolats (substances pures isolées des huiles essentielles) comme matière première pour la synthèse de principes actifs médicamenteux, de vitamines, de substances odorantes etc. Les isolats sont également utilisés en parfumerie [41].

Certaines huiles essentielles sont aussi utilisées dans l'industrie pharmaceutique.

Pour leur action physiologique :

- En nature (Menthes, Verveine, Camomille) ;
- Pour l'extraction de l'essence ; l'usage est externe ou interne :
- Dans ce dernier cas, rappelons qu'il faut être prudent car la plupart des huiles essentielles ne sont pas dénuées de toxicité ;
- Pour l'isolement de certains constituants (eugénol anéthol, pinènes, etc. ...) ;
- Comme excipients de nombreux médicaments (adjuvants ou aromatisants) [21].

## II.11. Méthodes d'analyse des huiles essentielles [42] [43]

Etant donné le nombre élevé et la diversité des constituants d'une huile essentielle, la chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire en programmation de température est le mieux adaptée pour la séparation et l'analyse de ces mélanges complexes. Couplée à la spectrométrie de masse, elle permet l'identification de la plupart des constituants.

### **II.11.1. Chromatographie en phase gazeuse (CPG)**

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une technique très répandue, dont les premières applications remontent au début des années 40. Elles ont concerné le contrôle des fractions légères des raffineries de pétrole. Son développement qui n'a cessé depuis, est dû à son extrême sensibilité, à sa polyvalence, permise par les nombreuses phases stationnaires commerciales, et à la rapidité de mise au point des analyses nouvelles.

La séparation sur la colonne se fait sur des composés qui doivent être à l'état gazeux, l'analyse des composés liquides ou solides impose de pouvoir les porter à l'état de vapeur par chauffage. Les applications sont très nombreuses dans les domaines des analyses pétrochimiques, pharmaceutiques, de l'environnement,...

L'élément principal de la CPG est la colonne qui contient la phase stationnaire (liquide ou solide). Cette dernière est traversée par une phase mobile (gaz inerte) qui transporte le soluté volatilisé à analyser. La séparation des constituants du soluté se fait selon un coefficient d'affinité.

A la sortie de la colonne est placé un détecteur qui permet d'enregistrer en continu la variation de la concentration en fonction du temps sous forme d'un chromatogramme.

### **II.11.2. La spectrométrie de masse (SM)**

La spectrométrie de masse (SM) désigne une méthode d'analyse qui repose sur la détermination des masses des espèces atomiques ou moléculaires individuelles de l'échantillon analyse, ce qui permet de recueillir des informations sur sa nature, sa composition et même sur sa structure [20].

### **II.11.3. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM)**

Le chromatographe opère à pression atmosphérique, alors que le spectromètre de masse doit être maintenu sous vide poussé. Suivant le type de colonnes, deux cas se présentent :

Dans le cas des colonnes remplies le flux gazeux est trop important pour pouvoir être envoyé directement dans la source du spectromètre de masse. Dans ce cas, une partie du flux gazeux de sortie du chromatographe est prélevée à l'aide d'une interface et introduite dans le spectromètre de masse.

Dans le cas de colonnes capillaires, le flux total peut être envoyé dans la source du spectromètre de masse grâce à l'utilisation de pompes puissantes. Le couplage direct est réalisé via un bloc chauffé, ainsi l'extrémité de la colonne peut être amenée directement au niveau de la chambre d'ionisation.

Les différentes molécules qui sortent de la colonne capillaire du chromatographe en phase gazeuse sont introduites dans la zone d'ionisation du spectromètre de masse où elles sont bombardées par un faisceau d'électrons émis par un filament incandescent qui les fragmente en ions positifs qui seront séparés en fonction de leur masse et plus précisément de leur rapport (masse/charge), puis la répartition sera donnée sous forme d'un spectre de masse. Pour la plupart des constituants les spectres sont uniques ce qui permet de les identifier.

Un appareillage CG/SM permet de fournir un chromatogramme accompagné d'un ensemble de spectres de masse correspondant à chaque pic chromatographique, ce qui permet l'identification précise de la majorité des constituants séparés par CPG.

## **II.12. Les techniques d'extraction des huiles essentielles**

### **II.12.1 Historique**

Les premières techniques d'extraction de produits aromatiques d'origine végétale ont vu le jour lorsque l'Homme a pris conscience de l'intérêt de la nature qui l'entourait et de ses bienfaits. Depuis ces temps très anciens, les diverses civilisations du monde entier ont chacune apporté une pierre à l'édifice dans le domaine de l'extraction. Les Egyptiens utilisaient une technique d'enfleurage ou de diffusion de molécules aromatiques sur divers support gras, en Asie, les décoctions et tisanes étaient préférées. Si l'apparition du feu, fut l'un des événements majeur dans l'histoire de l'humanité, il fallut cependant attendre l'avènement de la civilisation Arabe pour qu'un usage en soit fait dans le domaine de l'extraction. La distillation alcoolique était née grâce à la découverte de la distillation et à la compréhension des phénomènes qui la régissent, de nombreuses autres techniques d'extraction utilisant un chauffage traditionnel par le feu, ont vu le jour. C'est ainsi que l'hydrodistillation et l'entraînement à la vapeur furent utilisés dès la renaissance pour extraire l'huile essentielle d'une grande partie de végétaux. La rareté et la fragilité de certains végétaux permirent l'élaboration de nouvelles techniques d'extraction toujours plus pointues et utilisant les dernières technologies offertes par les avancées du XX<sup>ième</sup> siècle [44].

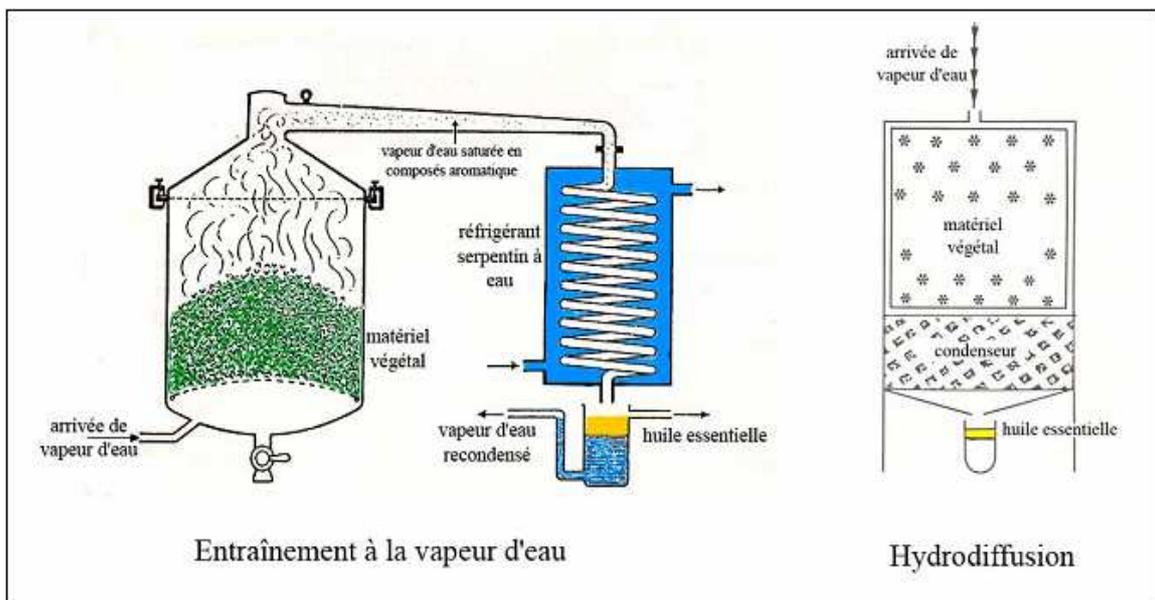
#### **II.12.2. Entraînement à la vapeur d'eau**

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des huiles essentielles. A la différence de l'hydrodistillation, cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter. De la vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange « eau + huile essentielle ».

Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique : l'huile essentielle. L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules

aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile.

L'hydrodiffusion est une variante de l'entraînement à la vapeur (Figure II.1). Dans le cas de l'hydrodiffusion, le flux de vapeur n'est pas ascendant mais descendant. Cette technique exploite ainsi l'action osmotique de la vapeur d'eau. 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. Comme pour l'entraînement à la vapeur d'eau, l'hydrodiffusion présente l'avantage de ne pas mettre en contact le matériel végétal et l'eau. De plus, l'hydrodiffusion permet une économie d'énergie due à la réduction de la durée de la distillation et donc à la réduction de la consommation de vapeur.



**Figure II.1** : Entraînement à la vapeur d'eau ascendante et descendante [45].

### II.12.2.1. Fondement thermodynamique de l'entraînement à la vapeur d'eau

Le procédé, correspondant à une distillation hétérogène, met en jeu l'application de deux lois physiques [45] [46] :

- La loi de Dalton
- La loi de Raoult

La loi de Dalton, montre que la pression du mélange de vapeur est égale à la somme des tensions de vapeurs de divers constituants.

La loi de Raoult indique que le rapport des quantités des entités distillées simultanément est fonction de la tension et des densités de vapeurs à la température de distillation choisie.

Les relations donnent la pression totale (1) et la composition de vapeurs en fonction des pressions partielles (2), d'où le calcul du taux de corps entraîné ou rapport d'entraînement (3).

$$P_T = T_H + T_E \dots\dots\dots (1).$$

$$\frac{\text{Mole H}}{\text{Mole E}} = \frac{T_H}{T_E} \dots\dots\dots (2).$$

$$R = \frac{T_H}{T_E} \cdot \frac{M_H^\circ}{M_E^\circ} = \frac{P_H}{P_E} \dots\dots\dots (3).$$

H = l'huile essentielle.

E = l'eau.

P<sub>T</sub> = pression totale.

T = tension de vapeur.

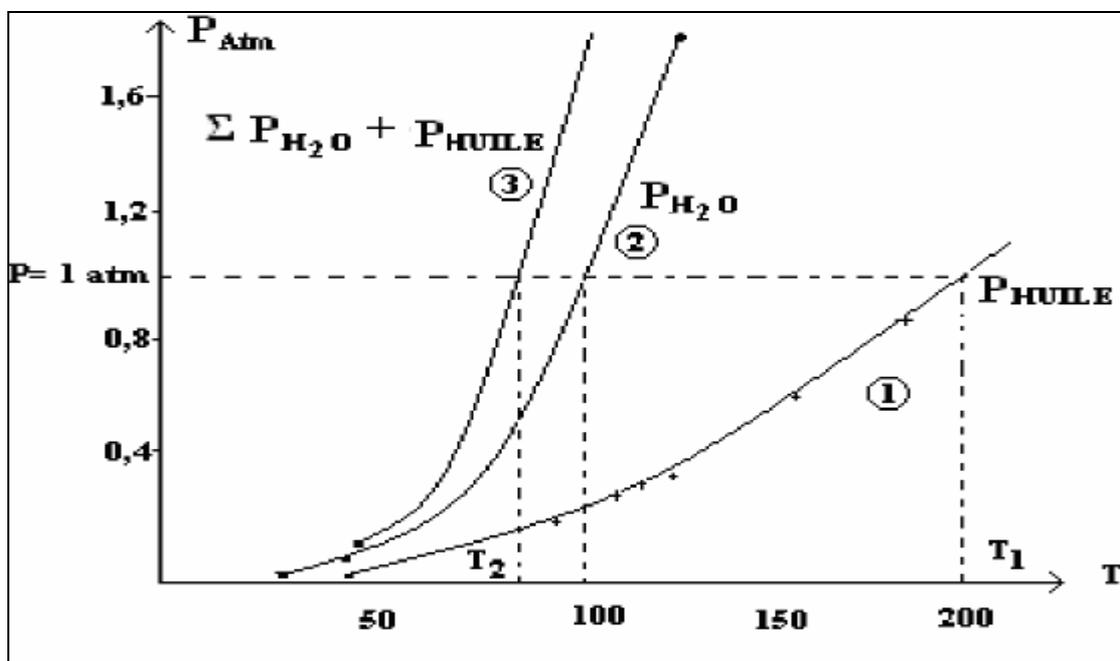
M° = masse moléculaire.

P = poids.

R = rapport d'entraînement.

La température d'ébullition d'un mélange est atteinte lorsque la somme des tensions de vapeur de chacun des constituants est égale à la pression d'évaporation. Elle est donc inférieure à chacun des points d'ébullition des substances pures. Ainsi le mélange « eau + huile essentielle » distille à une température inférieure à 100°C à pression atmosphérique. Par contre, les températures d'ébullition des composés aromatiques sont pour la plupart très élevées. La figure II.2 montre l'évolution de la température de co-distillation d'un mélange hétérogène d'eau et d'huile essentielle.

La figure II.2 montre l'évolution de la température de co-distillation d'un mélange hétérogène d'eau et d'huile essentielle.



**Figure II.2 :** Evolution des températures de distillation de l'eau et l'huile essentielle, et du mélange eau/huile essentielle en fonction de la pression du milieu [26].

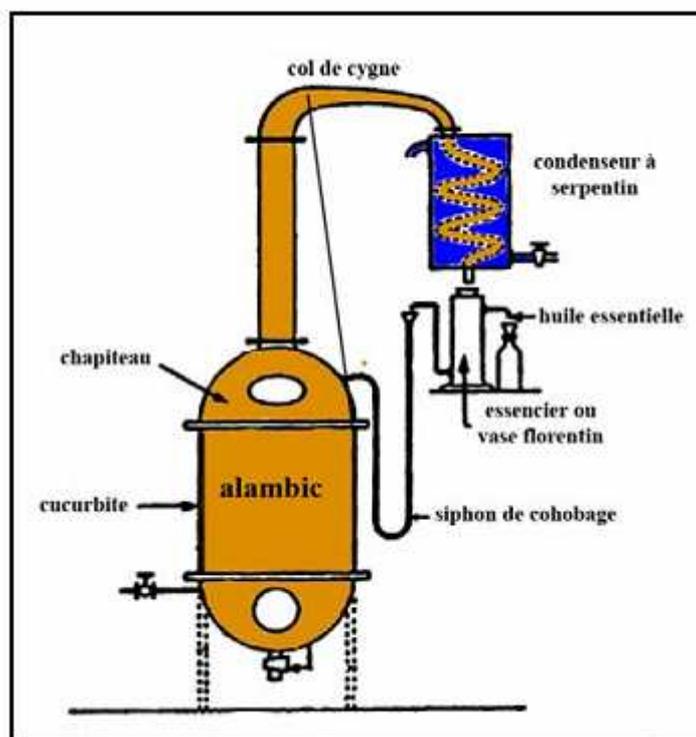
### II.12.3. Hydrodistillation

L'hydrodistillation proprement dite, est la méthode normée pour l'extraction d'une huile essentielle [47], ainsi que pour le contrôle de qualité [48]. Le principe de l'hydrodistillation correspond à une distillation hétérogène. Le procédé consiste à immerger la matière première végétale dans un bain d'eau. L'ensemble est ensuite porté à ébullition généralement à pression atmosphérique (Figure II.3). La chaleur permet l'éclatement et la libération des molécules odorantes contenues dans les cellules végétales. Ces molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau, un mélange azéotrope. Sachant que la température d'ébullition d'un mélange est atteinte lorsque la somme des tensions de vapeur de chacun des constituants est égale à la pression d'évaporation, elle est donc inférieure à chacun des points d'ébullition des substances pures. Ainsi le mélange azéotrope « eau + huile essentielle » distille à une température égale 100°C à pression atmosphérique alors que les températures d'ébullition des composés aromatiques sont pour la plupart très élevées. Il est ensuite

refroidi et condensé dans un essencier ou vase florentin. Une fois condensées, l'eau et molécules aromatiques du fait de leurs différences de densité, se séparent en une phase aqueuse et une phase organique : l'huile essentielle. La distillation peut s'effectuer avec ou sans recyclage de la phase aqueuse obtenue lors de la décantation. Le principe de recyclage est communément appelé cohobage. En laboratoire le système équipé d'une cohobe qui est généralement utilisé pour l'extraction des huiles essentielles en accord avec la Pharmacopée Européenne est le Clevenger [49].

La durée d'une hydrodistillation peut considérablement varier, pouvant atteindre plusieurs heures selon le matériel utilisé et la matière végétale à traiter. La durée de la distillation influe non seulement sur le rendement mais également sur la composition de l'extrait.

Afin de traiter des matières premières pour lesquelles il est difficile d'extraire l'huile essentielle ou pour les essences difficilement entraînaibles, l'hydrodistillation à pression élevée représente une bonne alternative. Cette technique est en outre utilisée pour le santal, le girofle ou les rhizomes de vétyver, de gingembre et d'iris [50]. Cependant, bien que le travail sous pression conduise à une amélioration du rapport d'entraînement donc à des économies d'énergie, une température élevée peut emmener une modification voire une altération de l'huile essentielle obtenue. D'autre part, le prix et les contraintes des équipements à mettre en oeuvre contribuent à freiner cette technique [51].



**Figure II.3 :** L'hydrodistillation traditionnelle [44].

La turbodistillation est un procédé d'hydrodistillation accélérée en discontinu développée en France par la société DCF-Aromaprocess [52]. Cette technique est prédestinée aux matières premières végétales difficiles à traiter comme les racines, les ligneux ou les graines, comme cela a été le cas pour la badiane de Chine ou les graines de céleri. Elle représente une alternative à des hydrodistillations de longue durée ou en surpression. Le réacteur contenant la matière végétale est équipé d'une turbine qui permet d'une part, la dilacération des matières végétales, d'autre part, une agitation turbulente, d'où un meilleur coefficient de transfert thermique et une augmentation de la surface de vaporisation. Outre le recyclage des eaux de cohobage, ce procédé permet la récupération des fractions les plus volatiles grâce à un système de condensation secondaire. La présence d'une colonne à plateaux contribue à l'enrichissement des vapeurs en huile essentielle, d'où une amélioration du rapport d'entraînement [53] [54].

#### II.12.4. L'extraction par solvants volatils

La technique d'extraction « classique » par solvant, consiste à placer dans un extracteur un solvant volatil et la matière végétale à traiter. Grâce à des lavages successifs, le solvant va se charger en molécules aromatiques, avant d'être envoyé au concentrateur pour y être distillé à pression atmosphérique. Le produit ainsi obtenu est appelé « concrète ». Cette concrète pourra être par la suite brassée avec de l'alcool absolu, filtrée et glacée pour en extraire les cires végétales. Après une dernière concentration, on obtient une « absolue ». Les rendements sont généralement plus importants par rapport à la distillation et cette technique évite l'action hydrolysante de l'eau ou de la vapeur d'eau. Du fait de l'utilisation de solvants organiques, cette technique présente toutefois des inconvénients qu'il est important de noter.

En effet, l'intervention de solvants organiques peut entraîner des risques d'artefacts et des possibilités de contamination de l'échantillon par des impuretés parfois difficile à éliminer. Le choix du solvant d'extraction va s'avérer très délicat, d'autant que la législation sur les produits à destination de l'industrie agro-alimentaire est extrêmement rigoureuse. Le solvant choisi, en plus d'être autorisé devra posséder une certaine stabilité face à la chaleur, la lumière ou l'oxygène, sa température d'ébullition sera de préférence basse afin de faciliter son élimination, et il ne devra pas réagir chimiquement avec l'extrait. Parmi les solvants les plus utilisés, on recense : le méthanol, l'éthanol, l'éther de pétrole ou encore le dichlorométhane.

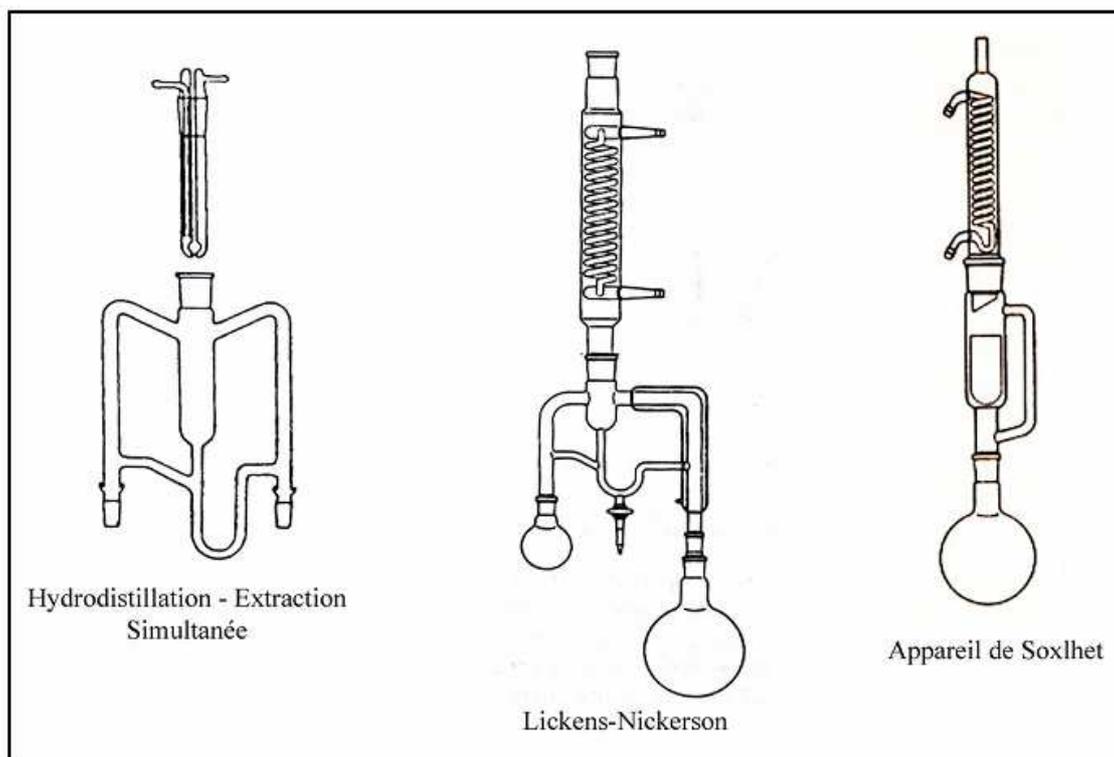
Cependant, depuis quelques décennies, l'extraction par solvant a connu d'intéressantes améliorations. L'hydrodistillation-extraction simultanée et l'extraction par Soxhlet en sont les principales. (Figure II.4)

L'hydrodistillation-extraction simultanée (Simultaneous Distillation Extraction : SDE) a été décrite en 1964 pour la première fois par Lickens et Nickerson [55]. Le nom des concepteurs de la technique sera par la suite donné à l'appareillage utilisé pour ce type d'extraction.

L'originalité et le principe de cette technique résident dans la rencontre de la vapeur d'eau chargée de molécules aromatiques provenant de l'hydrodistillation et des vapeurs de solvant, entraînant l'extraction des composés aromatiques de la phase aqueuse vers la phase organique. Le passage des deux phases dans la partie réfrigérante va permettre la condensation et la séparation des deux phases dans la partie en U de

l'appareil. La conception du procédé assure le recyclage des deux phases. La SDE est une technique actuellement très utilisée dans l'extraction de molécules aromatiques d'origines végétales [56] mais aussi dans l'agro-alimentaire pour la détermination qualitative et quantitative de molécules aromatiques présentes dans certains produits alimentaires [57]. Plus récemment, la SDE a été réalisée sous pression réduite, ce qui permet de réduire les phénomènes d'artéfact comme cela a été mis en évidence en étudiant l'acétate de linalyle [58].

L'extraction par l'appareil de Soxhlet consiste à faire 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 est loin d'être exclusive aux molécules aromatiques d'origine végétale [59]. Elle est fréquemment utilisée pour l'extraction de lipides [60], ou de divers autres catégories de molécules. De plus, cette technique d'extraction a été récemment combinée aux micro-ondes [61] et aux ultra-sons [62].



**Figure II.4 :** Les différents types d'extraction par solvants volatils [44].

## II.12.5. Extraction par fluides supercritiques (FSC)

### II.12.5.1. Définition

Les fluides supercritiques sont définis comme étant des gaz sous pression dont le pouvoir solvant est ajustable. Alors qu'ils peuvent se trouver sous la forme liquide et gazeuse à une température et à une pression inférieure à la température  $T_c$  (= température critique) et à la pression  $P_c$  (= pression critique), une seule phase existe lorsque la pression et la température sont supérieures à ces coordonnées : c'est l'état supercritique (figure II.5) où le corps n'est ni liquide, ni gazeux.

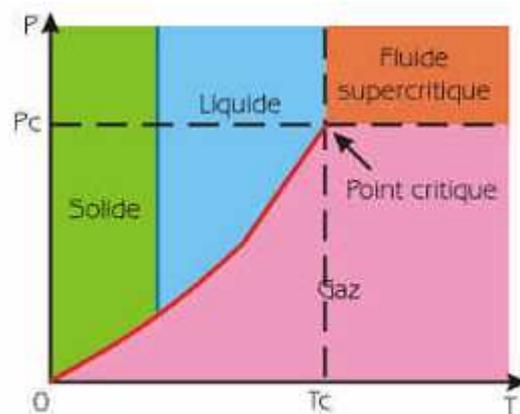


Figure II.5 : Les différents états d'une molécule [63].

### II.12.5.2. Propriétés des fluides supercritiques

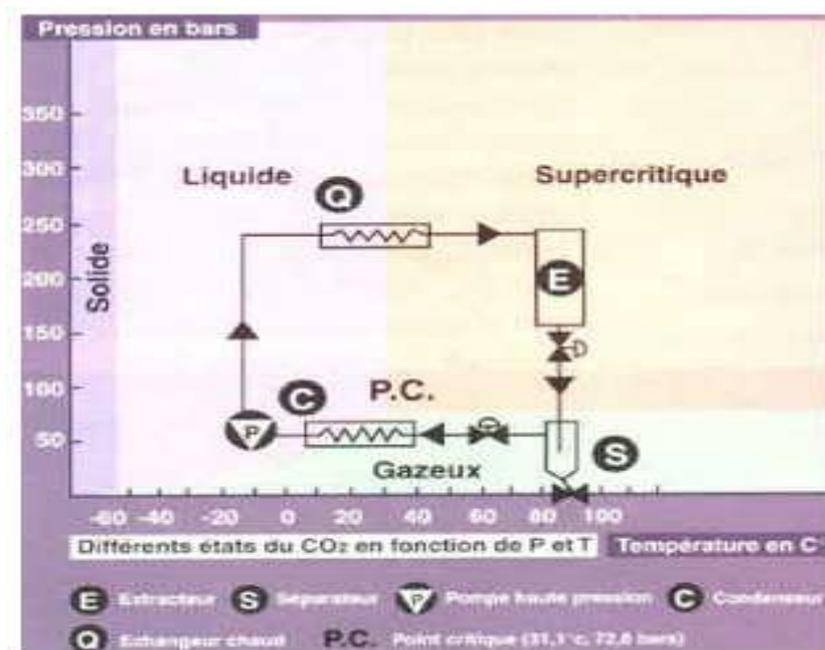
Une des propriétés fondamentales des FSC réside dans le fait que leurs constantes physiques sont intermédiaires entre celles des liquides et celles des gaz, ce qui permet de les utiliser comme solvant d'extraction [63].

### II.12.5.3. L'extraction par $\text{CO}_2$ supercritique

Actuellement le fluide le plus utilisé est le  $\text{CO}_2$  naturel, non toxique, incolore, inodore et ininflammable et peu coûteux, ce qui permet des conditions de sécurité supérieures [64].

. Il apparaît comme un solvant idéal car il présente des caractéristiques parfaitement adaptées à l'usage industriel et aux nouvelles contraintes législatives.

Le CO<sub>2</sub> supercritique permet d'extraire totalement ou sélectivement les composés peu polaires et de faible masse moléculaire. C'est une alternative à l'emploi d'hydrocarbures ou de solvants chlorés pour l'extraction directe à partir de matières liquides ou solides, mais également pour le fractionnement ou la purification d'extraits (figure II.6). Le dioxyde de carbone est à l'état supercritique lorsqu'il est soumis à une température supérieure à 31°C et à une pression de plus de 74 bars.



**Figure II.6 :** Le principe de l'extraction par CO<sub>2</sub> supercritique [63].

Cette méthode conduit à l'obtention d'extraits aromatiques de lilas, de roses sans transformation ni dégradation. Par ailleurs, de nombreux arômes comme la vanille, le romarin, le paprika ainsi que des substances aromatiques extraites de la sauge, de l'églantine par du CO<sub>2</sub> supercritique ont fait l'objet d'analyses sensorielles : les résultats obtenus par les panels de dégustation traduisent tous un bon rendement organoleptique.

En conséquence, le CO<sub>2</sub> supercritique devrait permettre de satisfaire la demande croissante d'arômes naturels de « qualité supérieure ». En effet, plus qu'une technologie de pointe, l'extraction par CO<sub>2</sub> supercritique est une source de nouveaux ingrédients qui ne se substituent pas en général à des extraits classiques mais permettent d'imaginer des formules innovantes. Les industriels se voient proposer de nouvelles opportunités dans ce secteur et dans le même temps, de nouvelles contraintes réglementaires sur les

extraits traditionnellement utilisés. Il reste fort à parier que les extraits CO<sub>2</sub> vont continuer à gagner des places dans un marché demandeur de naturel.

La matière végétale est chargée dans l'extracteur où est ensuite introduit le CO<sub>2</sub> supercritique sous pression et réfrigéré. Le mélange est ensuite recueilli dans un vase d'expansion où la pression est considérablement réduite. Le CO<sub>2</sub> s'évapore et il ne reste plus que l'huile essentielle [63].

#### II.12.5.4. Avantages

- La capacité d'extraction est intéressante grâce à la facilité de pénétration de la matière supérieure à celle des solvants habituels.
- Le CO<sub>2</sub> est bon marché, abondant, ininflammable et chimiquement inerte,
- La pression et la température critique des solvants est peu élevée.
- Les produits issus de cette technique sont de qualité alimentaire,
- Le coût de séparation et d'extraction sont faibles.
- Il n'y a pas d'altération liée à la chaleur.
- Il n'y a pas d'hydrolyse.
- Il n'y a pas de réaction avec les autres

#### II.12.5.5. Inconvénients

- L'appareillage est coûteux.
- Les nouveaux produits ne se substituent pas aux extraits classiques [63].

#### II.12.6. L'extraction assistée par micro ondes

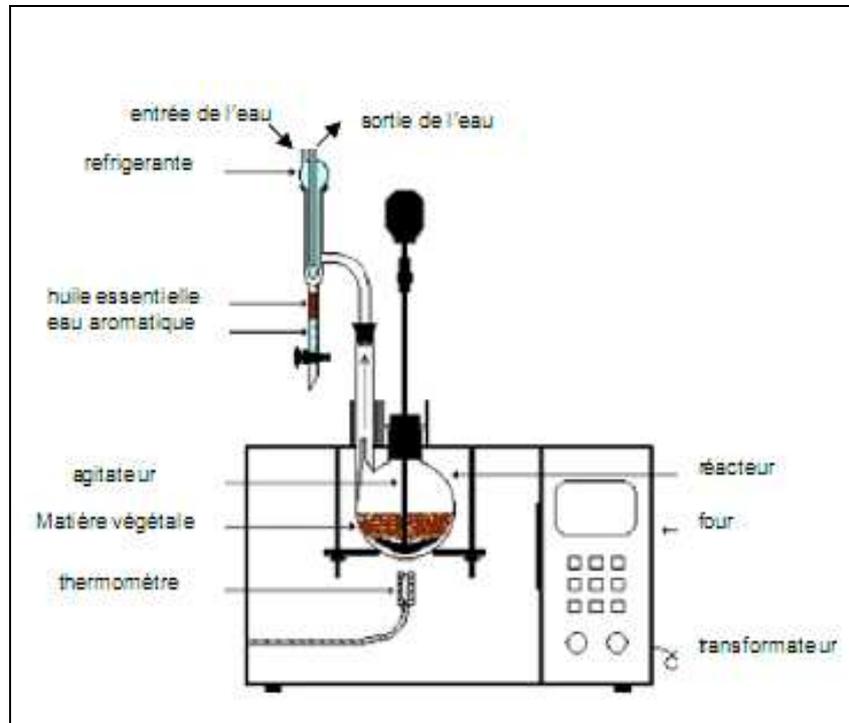
Le pouvoir énergétique des micro-ondes a été mis en évidence à la fin de la seconde guerre mondiale, fin 1945, d'une façon anecdotique par un physicien, le Dr Spencer, suite à l'oubli de son sandwich sur un émetteur d'ondes ! Alors que jusqu'ici, les micro-ondes ou hyperfréquences étaient uniquement utilisées comme vecteur d'information, elles investirent les foyers puis les laboratoires de chimie dans les années 80.

Les premiers travaux utilisant les micro-ondes pour extraire des composés organiques ont été publiés par Ganzler et coll.[65] et Lane et Jenkins [66] en 1986. Depuis cette date, l'extraction végétale assistée par micro-ondes a été le fruit de

nombreuses recherches et de brevets. L'extraction par micro-ondes regroupe différents procédés parmi lesquels :

- L'extraction par solvant assistée par micro-ondes ou « MAE : microwave assisted extraction » breveté par Paré [67],
- le « VMHD : vacuum microwave hydrodistillation » ou hydrodistillation par micro-ondes sous vide, breveté par Archimex [68].

L'avantage essentiel de ce procédé est de réduire considérablement la durée de distillation (ramenée à quelques minutes) et incrémente le rendement d'extrait. Toutefois, aucun développement industriel n'a été réalisé à ce jour. Il semble que les problèmes technologiques concernent la mise en oeuvre d'un générateur de rayonnement haute fréquence susceptible d'irradier un volume important. Nombre d'expérimentations stipulent l'intervention conjointe d'un solvant organique (tétrachlorure de carbone, dichlorométhane, hexane, éthanol) sans en préciser la mise en oeuvre.



**Figure II.7 :** Principe schématisé de l'appareillage de système de l'hydrodistillation sous micro ondes [44].

# Chapitre III

## LES TRAVAUX ANTERIEURES

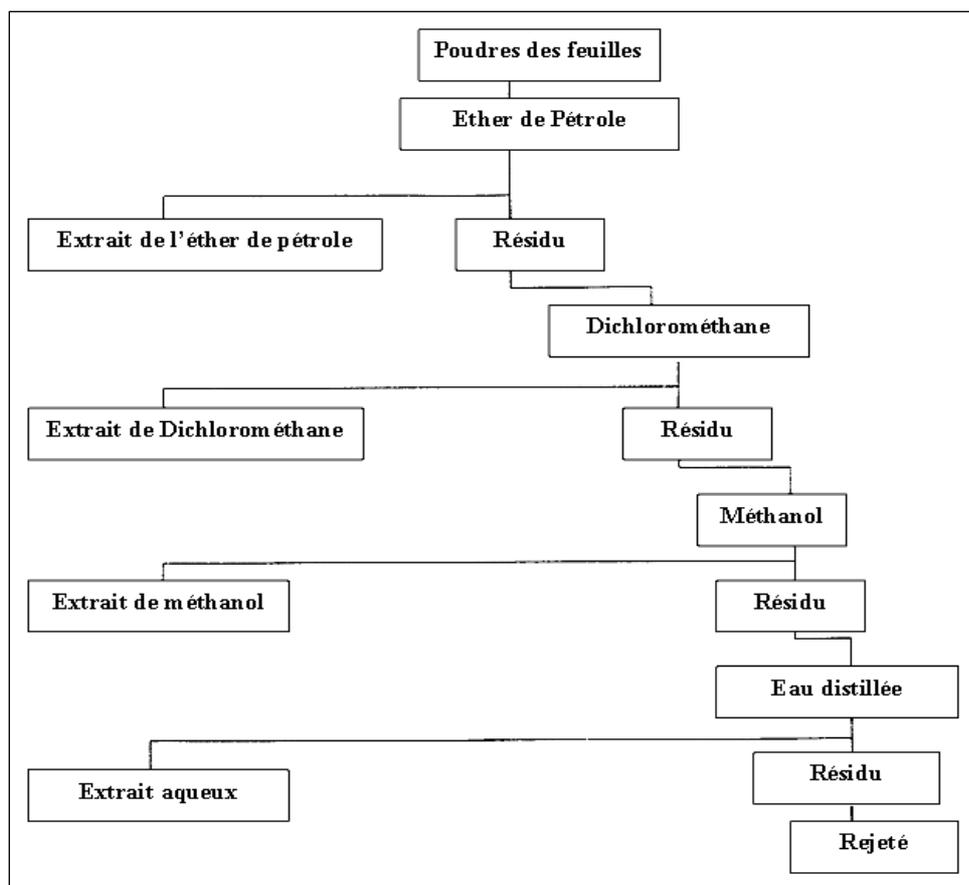
### III.1. Introduction

L'inule visqueuse a fait l'objet de plusieurs projets de recherche à travers le monde, les effets antifongique, antiseptique, antibactérien.... de la plante ont attiré l'attention des chercheurs, médecin, botaniste depuis des milliers d'années.

Ces différentes recherches concernaient à la fois la détermination des modes d'extraction adéquat des essences de la plante, leur composition, puis l'évaluation des différentes activités quelle peuvent contenir.

En 2000, **Maaz et I. Neeman [69]** ont travaillé sur des poudres maintenant le pH à 9,0 (acide borique de 0,1 M avec l'addition de NaOH) dans un autoclave à 121°C pendant 15 mn . Après refroidissement, la phase aqueuse a été extraite au moyen de l'éther de pétrole 40-60°C trois fois .L'extrait récupéré après avoir évaporé d'abord sous vide et puis avec le gaz d'azote l'éther de pétrole a un rendement de 0,485% de la poudre sèche. L'effet antifongique a été mis en évidence sur *Candida albicans*.

En 2001, **Al-Dissi et col [10]** ont fait l'extraction sur la poudre des feuilles de l'inule visqueuse (cueillie à Oman, Jordanie) dans un Soxhlet, utilisant successivement les solvants suivants : éther de pétrole, dichlorométhane, méthanol selon le protocole mentionné sur la **figure III.1**.



**Figure III.1 :** Le fractionnement chimique de l'inule visqueuse.

Les extraits à l'éther de pétrole et au dichlorométhane, ont montré des effets abortifs prononcés. Les résultats de cette étude sont en accord avec la réputation traditionnelle de cette plante comme abortifs. De plus, L'inule visqueuse possède également la faculté d'empêcher la croissance d'un fœtus.

En 2003, une recherche entreprise par une équipe de chercheur israélien [70] de l'université de Bar Ilan en Israël sur des inules cueillies à différentes périodes de l'année, le premier but était de déterminer le pourcentage de partie qu'ont pouvait extraire de la plante pour chaque récolte.

Chaque récolte a subi une extraction par solvant pendant une durée de 3 h avec un mélange d'acétone et de n- Hexane (9 :1 vol / vol) a un rapport de (1:10 poids /vol sec) ; L'extrait a été filtré sous vide à une température de 45 à 50 °C et en utilisant du

papier filtre pour obtenir une pâte huileuse, sèche, verte. La pâte a été pesée pour déterminer le pourcentage de pâte sec.

En résumé, les pouvoirs antifongique, antibiotique, antibactérien, ainsi que ces immenses pouvoirs médicaux montrent l'importance de cette étude.

En 2006 Tédjini [71] a fait l'étude de l'extraction des HE de l'inule visqueuse provenant de la région montagneuse de Beni Chograne (860 m d'altitude) située à l'est de Mascara (380km à l'ouest d'Alger). 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.

#### **Rendement :**

L'extraction dans un soxhlet par n-Hexane a donnée un rendement de 6.51% de la masse sèche.

L'extraction en continu par le même solvant a donnée un rendement de 5.73% de la matière sèche.

L'extraction par entraînement à la vapeur d'eau a donnée un rendement de 1.727%,

L'hydrodistillation a donnée un rendement de 0.491%.

l'entraînement à la vapeur d'eau est plus efficace que l'hydrodistillation car certain phénomènes physiques interviennent pour limiter le rendement de l'hydrodistillation, au cours de l'entraînement à la vapeur les molécules sont facilement extraites et entraînées par la vapeur, alors que dans l'hydrodistillation même si on supposera la diffusion des molécules vers l'extérieur se fait de la même manière, certains phénomènes physiques tel que la solubilisation de certaine fraction de l'huile

dans l'eau, ou le degré d'agitation de l'eau bouillant, qui piège les molécules d'huiles et limite ainsi leur migration vers la surface.

En 2006, l'étude menée par **Zeggwagh [72]** et col. a concerné les parties aériennes de l'inule visqueuse qui ont été préparées selon la méthode traditionnelle employée au Maroc (décoction) ( 1 g 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 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 H<sub>2</sub>O et pH 7.

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

# PARTIE PRATIQUE

# Chapitre I

RECUPERATION DES  
HUILES ESSENTIELLES  
ET DES CONCRETES

### **I.1. Introduction**

Pour récupérer les huiles essentielles il y a plusieurs procédés. Dans ce cas, nous avons utilisé l'entraînement à la vapeur d'eau.

En ce qui concerne la récupération des concrètes, nous avons fait une extraction dans un Soxhlet en utilisant deux solvants :

- Pentane.
- Méthanol.

Notre choix s'est porté sur ces procédés en raison de leurs mises en œuvre faciles d'une part, et pour tester les extraits recueillis d'autre part.

### **I.2. La matière végétale utilisée**

La matière végétale utilisée provient d'un lot de la région montagneuse de Zouaoucha commune d'Ouled Dahmane (850 m altitude) située géographiquement à l'est de Bordj Bou Arréridj (250 Km au sud est d'Alger). La plante a été cueillie durant la première moitié du mois d'Avril que l'on notera lot n°1, le lot n°2 a été cueilli une semaine après.

La plante a été identifiée à l'herbarium de l'Institut Nationale Agronomique comme étant l'inule visqueuse.

Concernant l'extraction par l'entraînement à la vapeur d'eau il y a un autre lot n° 3 qui a été récupéré d'une autre région (Ain Zada route de Sétif 900 m altitude), la distance entre les deux régions est de 50 Km .

Les parties de la plante utilisées sont les feuilles.

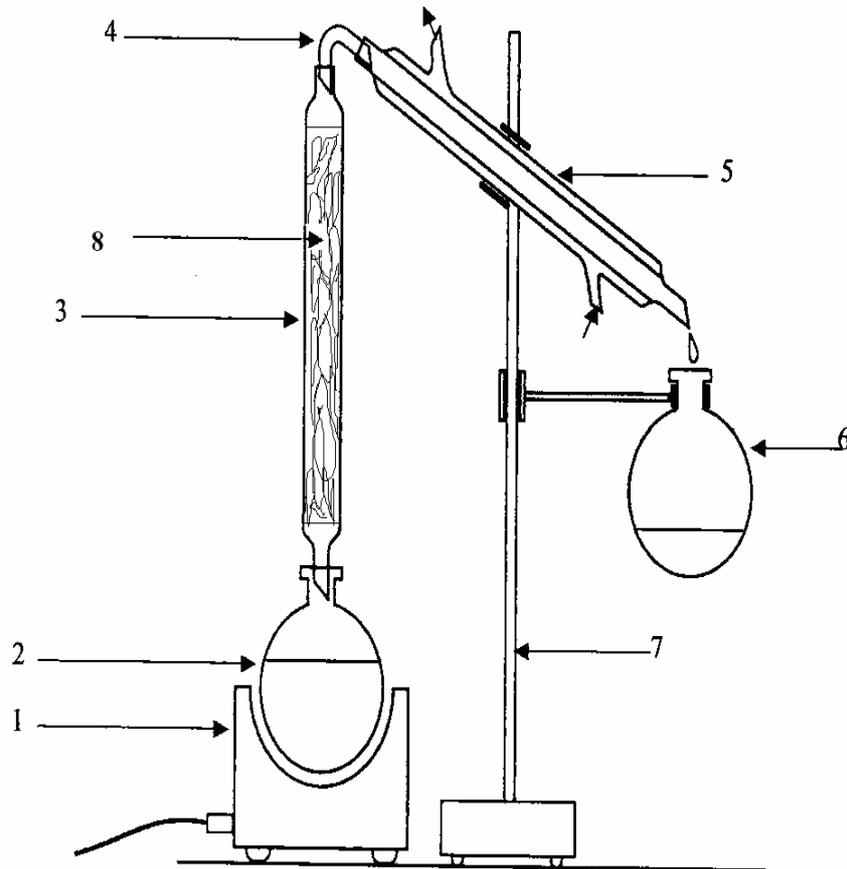
Le taux d'humidité H est déterminé par distillation azéotropique au xylène dans un appareil de DEAN et STARK.

Nous avons mesuré pour chaque essai le taux d'humidité.

### I.3. Extraction par entraînement à la vapeur d'eau

Dans ce cas on s'intéressera à l'étude des cinétiques d'extraction.

**Appareillage :** l'appareillage utilisé est représenté sur la **figure I.1** :



**Figure I.1 :** montage de l'entraînement à la vapeur.

1. chauffe ballon.
2. ballon.
3. colonne contenant la matière végétale.
4. coude.
5. réfrigérant.
6. ballon de recette.
7. statif.
8. matière végétale.

### I.3.1 Mode opératoire

- Introduire dans la colonne d'extraction la masse végétale pesée préalablement.
- Porter à ébullition l'eau contenue dans le ballon de 2 litres.
- Numéroté et peser les tubes à essais vides.
- Prélever pour des intervalles de temps bien défini dans un erlen des quantités de vapeur condensée chargée d'extrait.
- Ajouter une quantité d'éther diéthylique et laisser décanter dans une ampoule à décanter.
- Séparer les deux phases obtenues.
- Mettre les phases organiques (éther diéthylique + huile essentielle) dans les tubes à essais et laisser l'éther se volatiliser.
- Peser à nouveau les tubes à essais, la différence représente la masse de l'huile essentielle récupérée durant l'intervalle de temps considéré.

### I.3.2. Conditions Opératoires

On a fait quatre essais de l'entraînement à la vapeur d'eau, les conditions opératoires sont représentées dans le **tableau I.1** :

**Tableau I.1** : Conditions opératoires des essais.

	<b>Essai n° 1</b>	<b>Essai n° 2</b>	<b>Essai n° 3</b>	<b>Essai n° 4</b>
<b>Lot n°</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>
<b>Taux d'humidité (%)</b>	<b>26,01</b>	<b>21,98</b>	<b>16,04</b>	<b>34,11</b>
<b>Pression</b>	atmosphérique	atmosphérique	atmosphérique	atmosphérique
<b>Durée d'extraction (heure)</b>	<b>4</b>	<b>6</b>	<b>4</b>	<b>4</b>
<b>Masse de la matière végétale (g)</b>	<b>15</b>	<b>15</b>	<b>15</b>	<b>15</b>
<b>Débit moyen (ml/min)</b>	<b>6,73</b>	<b>8,60</b>	<b>7,57</b>	<b>7,92</b>

### I.3.3. Mesure du débit

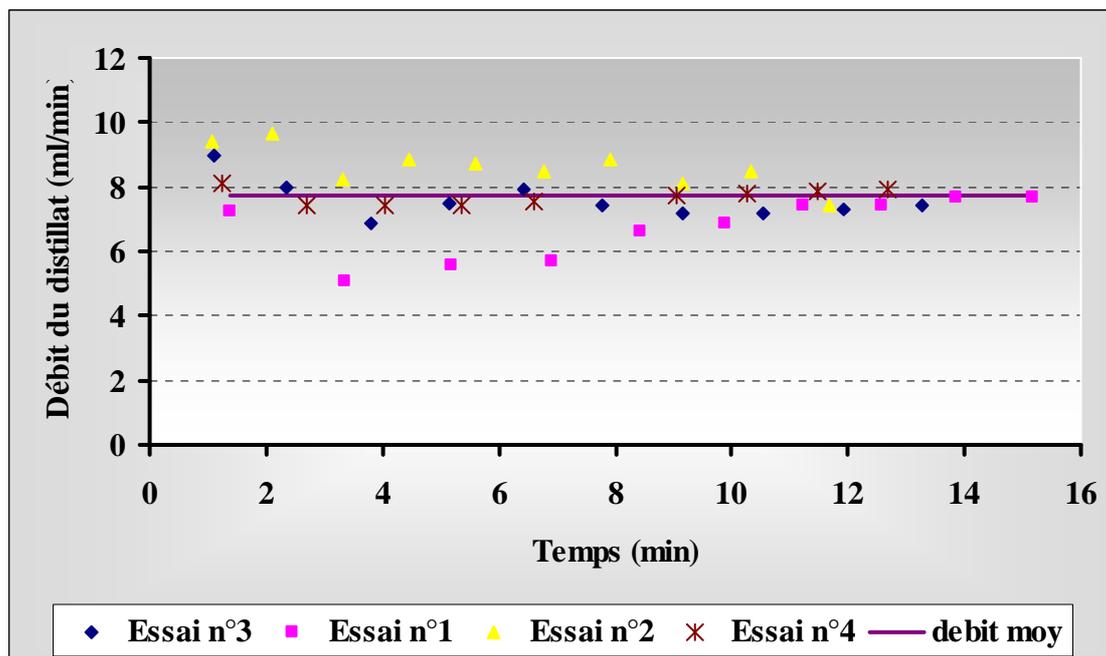
Pour les quatre essais nous avons fixé le même niveau de chauffe, en régime permanent, nous avons mesuré le débit pour chaque essai. Les valeurs obtenues sont données par le **tableau I.2** :

**Tableau I.2** : Débit de distillat.

	<b>Essai n° 1</b>	<b>Essai n° 2</b>	<b>Essai n° 3</b>	<b>Essai n° 4</b>
<b>Volume (ml)</b>	<b>Débit du distillat (ml/min)</b>			
<b>10</b>	<b>7,22</b>	<b>9,37</b>	<b>8,95</b>	<b>8,10</b>
<b>20</b>	<b>5,04</b>	<b>9,67</b>	<b>8,00</b>	<b>6,89</b>
<b>30</b>	<b>5,55</b>	<b>8,21</b>	<b>6,89</b>	<b>7,31</b>
<b>40</b>	<b>5,71</b>	<b>8,82</b>	<b>7,50</b>	<b>7,59</b>
<b>50</b>	<b>6,59</b>	<b>8,69</b>	<b>7,89</b>	<b>8,10</b>
<b>60</b>	<b>6,89</b>	<b>8,45</b>	<b>7,40</b>	<b>8,10</b>
<b>70</b>	<b>7,45</b>	<b>8,82</b>	<b>7,18</b>	<b>8,10</b>
<b>80</b>	<b>7,45</b>	<b>8,10</b>	<b>7,18</b>	<b>8,33</b>
<b>90</b>	<b>7,69</b>	<b>8,45</b>	<b>7,31</b>	<b>8,21</b>
<b>100</b>	<b>7,69</b>	<b>7,40</b>	<b>7,40</b>	<b>8,45</b>
<b>Débit moyenne (ml/min)</b>	<b>6,73</b>	<b>8,60</b>	<b>7,57</b>	<b>7,92</b>
<b>écart maximal (%)</b>	<b>25,10</b>	<b>13,89</b>	<b>18,22</b>	<b>12,97</b>

On remarque des valeurs moyennes différentes, ceci est dû essentiellement à la variation de l'intensité, de courant et du débit d'eau à l'entrée du réfrigérant de condensation lors de l'extraction.

Nous portons dans le **graphe I.2** les débits du distillat de chaque essai en fonction du temps :



**Figure I.2 :** Variation du débit de distillat en fonction de temps.

Nous constatons que le débit du distillat varie avec un grand écart 25%.

Durant la manipulation nous remarquons que le débit d'eau dans le réfrigérant n'est pas constant et s'écoule au hasard ce qui conduit au régime thermique transitoire.

Ces résultats ne permettent pas une comparaison rigoureuse des rendements des quatre essais. En effet, l'évolution des rendements en huiles essentielles en fonction du temps, lors de l'entraînement à la vapeur d'eau, peut être également influencée par la variation du débit. Comme on a fixé le niveau de chauffe pour les quatre essais on peut évaluer le débit moyen de distillat qui est 7,70 ml/mn, l'écart maximal est de 34%.

### I.3.4. Rendement

Le rendement en huiles essentielles est calculé par la relation suivante :

$$R_{HE} = \frac{M_{HE}}{M_{MVS}} * 100$$

Où :

- $R_{HE}$  : le rendement en huiles essentielles (%).
- $M_{HE}$  : la masse d'huile essentielle recueillie (g).
- $M_{MVS}$  : la masse de la matière végétale sèche utilisée (g).

### I.3.5. Résultats et discussions

Essai n° 1 :

**Tableau I.3** : Résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle de l'essai 1 par l'entraînement à la vapeur d'eau.

Tube n°	1	2	3	4	5	6
temps (min)	5	10	20	30	45	60
Masse de l'huile récupérée (g)	0,0013	0,0013	0,0038	0,0025	0,0034	0,0022
Valeurs cumulées (g)	0,0013	0,0026	0,0064	0,0089	0,0123	0,0145
Rendement (%)	0,0117	0,0234	0,0576	0,0801	0,1107	0,1305

Tube n°	7	8	9	10	11	12
temps (min)	80	100	120	150	180	240
Masse de l'huile récupérée (g)	0,0026	0,0051	0,0036	0,0035	0,0042	0,0037
Valeurs cumulées (g)	0,0171	0,0222	0,0258	0,0293	0,0335	0,0372
Rendement (%)	0,1539	0,1998	0,2358	0,2673	0,3052	0,3384

## Essai n° 2:

**Tableau I.4** : Résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle de l'essai 2 par l'entraînement à la vapeur d'eau.

<b>Tube n°</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>
<b>temps (min)</b>	<b>5</b>	<b>10</b>	<b>20</b>	<b>30</b>	<b>45</b>	<b>60</b>
<b>Masse de l'huile récupérée (g)</b>	<b>0,0012</b>	<b>0,0013</b>	<b>0,0016</b>	<b>0,002</b>	<b>0,0032</b>	<b>0,0027</b>
<b>Valeurs cumulées (g)</b>	<b>0,0012</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,0041</b>	<b>0,0061</b>	<b>0,0093</b>	<b>0,012</b>
<b>Rendement (%)</b>	<b>0,0102</b>	<b>0,0213</b>	<b>0,0350</b>	<b>0,0521</b>	<b>0,0794</b>	<b>0,1025</b>

<b>Tube n°</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>	<b>11</b>	<b>12</b>
<b>temps (min)</b>	<b>80</b>	<b>100</b>	<b>120</b>	<b>150</b>	<b>180</b>	<b>240</b>
<b>Masse de l'huile récupérée (g)</b>	<b>0,0042</b>	<b>0,0054</b>	<b>0,006</b>	<b>0,0038</b>	<b>0,0032</b>	<b>0,0036</b>
<b>Valeurs cumulées (g)</b>	<b>0,0162</b>	<b>0,0216</b>	<b>0,0276</b>	<b>0,0314</b>	<b>0,0346</b>	<b>0,0382</b>
<b>Rendement (%)</b>	<b>0,1384</b>	<b>0,1846</b>	<b>0,2358</b>	<b>0,2683</b>	<b>0,2957</b>	<b>0,3264</b>

<b>Tube n°</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>
<b>temps (min)</b>	<b>270</b>	<b>300</b>	<b>360</b>
<b>Masse de l'huile récupérée (g)</b>	<b>0,0012</b>	<b>0,0013</b>	<b>0,0009</b>
<b>Valeur cumulée (g)</b>	<b>0,0388</b>	<b>0,0401</b>	<b>0,0410</b>
<b>Rendement (%)</b>	<b>0,3316</b>	<b>0,3427</b>	<b>0,3504</b>

**Essai n°3****Tableau I.5 :** Résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle de l'essai 3 par l'entraînement à la vapeur d'eau.

<b>Tube n°</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>
<b>temps (min)</b>	<b>5</b>	<b>10</b>	<b>20</b>	<b>30</b>	<b>45</b>	<b>60</b>
<b>Masse de l'huile récupérée (g)</b>	<b>0,0033</b>	<b>0,0031</b>	<b>0,003</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,0034</b>	<b>0,0031</b>
<b>Valeurs cumulées (g)</b>	<b>0,0033</b>	<b>0,0064</b>	<b>0,0094</b>	<b>0,0119</b>	<b>0,0153</b>	<b>0,0184</b>
<b>Rendement (%)</b>	<b>0,0261</b>	<b>0,0507</b>	<b>0,0745</b>	<b>0,0945</b>	<b>0,1213</b>	<b>0,1459</b>

<b>Tube n°</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>	<b>11</b>	<b>12</b>
<b>temps (min)</b>	<b>80</b>	<b>100</b>	<b>120</b>	<b>150</b>	<b>180</b>	<b>240</b>
<b>Masse de l'huile récupérée (g)</b>	<b>0,0039</b>	<b>0,0059</b>	<b>0,0066</b>	<b>0,0046</b>	<b>0,004</b>	<b>0,0032</b>
<b>Valeurs cumulées (g)</b>	<b>0,0223</b>	<b>0,0282</b>	<b>0,0348</b>	<b>0,0394</b>	<b>0,0434</b>	<b>0,0466</b>
<b>Rendement (%)</b>	<b>0,1768</b>	<b>0,2236</b>	<b>0,2760</b>	<b>0,3125</b>	<b>0,3442</b>	<b>0,3696</b>

**Essai n° 4****Tableau I.6 :** Résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle de l'essai 4 par l'entraînement à la vapeur d'eau.

<b>Tube n°</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>
<b>temps (min)</b>	<b>5</b>	<b>10</b>	<b>20</b>	<b>30</b>	<b>45</b>	<b>60</b>
<b>Masse de l'huile récupérée (g)</b>	<b>0,0009</b>	<b>0,0006</b>	<b>0,0003</b>	<b>0,0005</b>	<b>0,0004</b>	<b>0,0013</b>
<b>Valeurs cumulées (g)</b>	<b>0,0009</b>	<b>0,0015</b>	<b>0,0018</b>	<b>0,0023</b>	<b>0,0027</b>	<b>0,004</b>
<b>Rendement (%)</b>	<b>0,0090</b>	<b>0,0151</b>	<b>0,0181</b>	<b>0,0232</b>	<b>0,0272</b>	<b>0,0404</b>

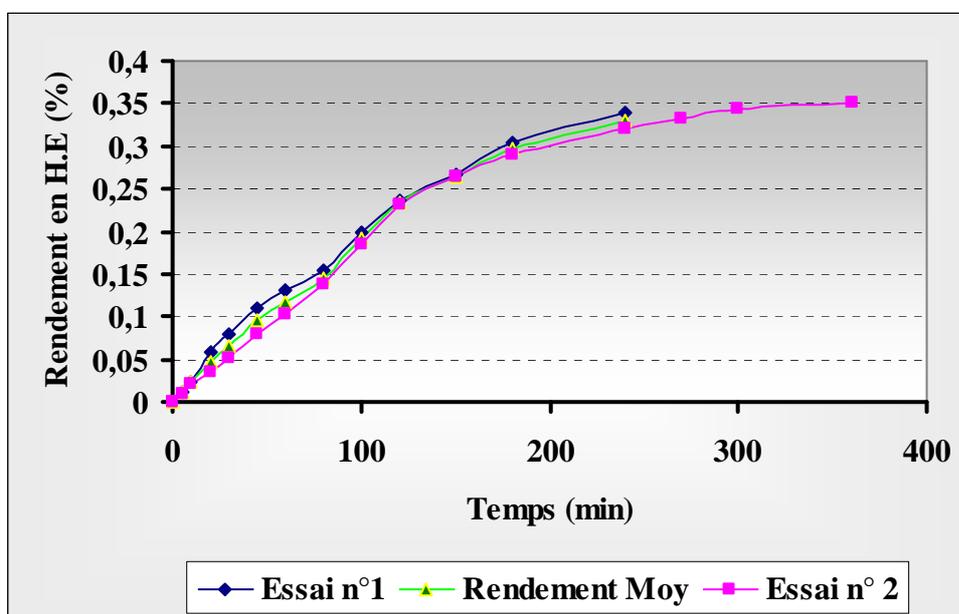
Tube n°	7	8	9	10	11	12
temps (min)	80	100	120	150	180	240
Masse de l'huile récupérée (g)	0,0018	0,0009	0,0016	0,0018	0,0002	0,0018
Valeurs cumulées (g)	0,0058	0,0067	0,0083	0,0101	0,0103	0,0121
Rendement (%)	0,0585	0,0676	0,0838	0,1020	0,1040	0,1222

La comparaison des rendements des différents essais sera faite entre :

- Essais n°1 et n°2.
- Essais n°1 et n°3.
- Essais n°1 et n°4.

#### I.3.5.1. Influence de stockage sur le rendement en H.E (Essais n°1 et n°2)

Nous portons dans le **graphe I.3** les rendements en H.E des essais n°1 et n°2 en fonction du temps :



**Figure I.3** : Evolution au cours du temps du rendement en huile essentielles des essais 1 et 2.

Le rendement de l'essai n°1 avoisine 0,34%, alors que le deuxième essai donne un rendement inférieur (0,33% pour 4 h). Ceci peut être expliqué par l'hypothèse suivante :

- Le deuxième essai a été réalisé une semaine après le premier, cette période est suffisante pour que la plante perde une partie de ces composés volatils (on remarque que la plante n'a perdu que 4% de son humidité). On peut également mentionner la différence entre les débits.

Pour 6 heures d'extraction, l'essai n°2 a donné un rendement de l'ordre de 0,35%, la différence des rendements à 4h et 6 h étant très faible, pour cela nous avons opté pour une durée de 4h pour les autres essais.

Nous remarquons que la durée d'extraction est très longue, nous proposons d'utiliser les micro-ondes pour accélérer l'extraction.

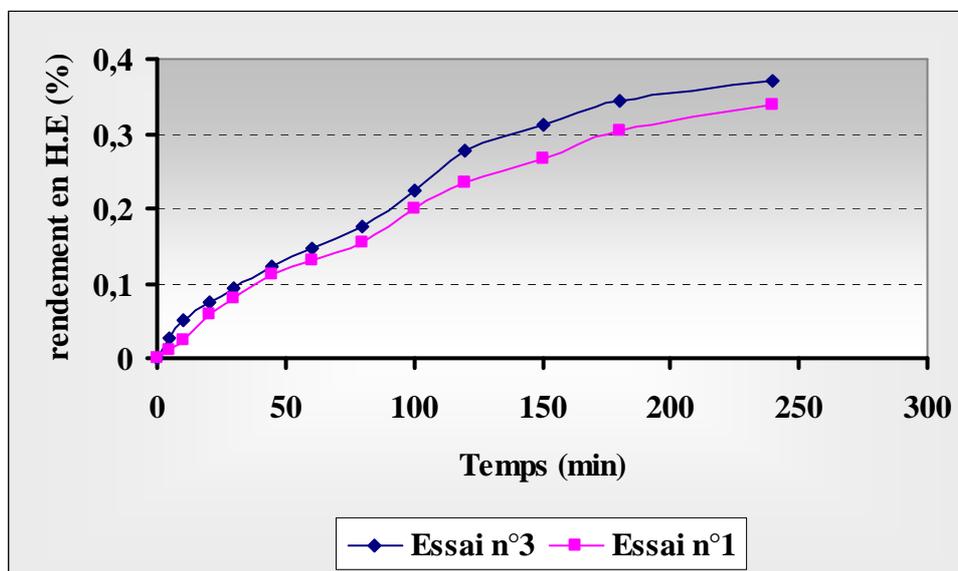
#### **I.3.5.1.1. L'erreur expérimentale**

Les conditions opératoires de ces deux essais étant similaires, nous allons évaluer l'erreur expérimentale.

L'erreur expérimentale maximale est de 3%, ceci peut être expliqué par les pertes en produits lors des différentes opérations de séparation et de décantation. On remarque que le rendement moyen est de 0,329.

### I.3.5.2. influence de l'âge de la plante sur le rendement en H.E (Essais n°1 et n°3)

Nous portons dans le **graphe I.4** les rendements en H.E des essais 1et 3 en fonction du temps :



**Figure I.4 :** Evolution au cours du temps du rendement en huile essentielles des essais 1et 3.

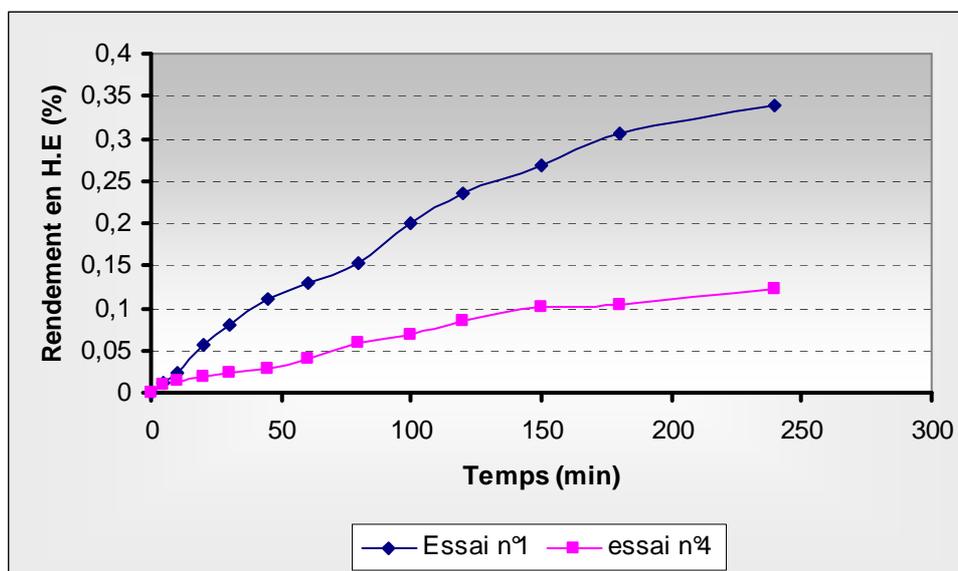
On remarque que les rendements des deux lots sont faibles.

Le rendement de l'essai n°3 avoisine 0,37%, et le rendement de l'essai n°1 donne 0,34% ceci peut être expliqué par l'hypothèse suivante :

- Le deuxième lot a été cueilli une semaine après le premier. Les deux lots sont de la même région. Donc, le lot n°1 est plus jeune que lot n°2, la différence entre les deux rendements explique l'effet de l'âge de la plante sur le rendement en H.E.

### I.3.5.3. Influence de la région de la plante sur le rendement en H.E (Essais 1 et 4)

Nous portons dans le **graphe I.5** les rendements en H.E des essais 1 et 4 en fonction de temps :



**Figure I.5 :** Evolution au cours du temps du rendement en huile essentielles des essais 1 et 4.

Le rendement de l'essai n°4 avoisine 0,12% qui est très faible par rapport au rendement de l'essai n°1, ceci peut être expliqué par :

Les deux essais étant réalisés avec des débits et des humidités voisines, la différence serait plutôt due au fait que les lots sont de deux régions différentes (l'état du sol, le climat, l'altitude...)

## I.6. Extraction dans un Soxhlet

### I.6.1. Principe

Le solvant d'extraction est porté à ébullition. Ces vapeurs traversent le Soxhlet, sont condensées au niveau du réfrigérant et s'écoulent au travers de l'échantillon dans la cartouche. Ce système de distillation-condensation assure au solvant une circulation en continu dans l'échantillon. Un siphon permet au solvant de s'écouler de la cartouche

pour retourner dans le ballon. Le solvant peut donc recommencer un nouveau cycle d'évaporation - condensation. Cette méthode est utilisée pour l'extraction des composés non volatils et semi volatils.

Son principal avantage est que l'échantillon est continuellement extrait avec du solvant renouvelé. Un temps d'extraction long et un volume de solvant nécessaire important sont les principaux inconvénients de cette technique manuelle.

### **I.6.2. L'appareillage**

L'appareillage utilisé dans ce mode d'extraction est représenté sur la **figure 20**, il se compose de :

1. un Soxhlet de 125 ml.
2. un ballon de 1 litre.
3. un réfrigérant à boule.
4. un chauffe ballon régulé.
5. cartouche en papier (papier thimble).

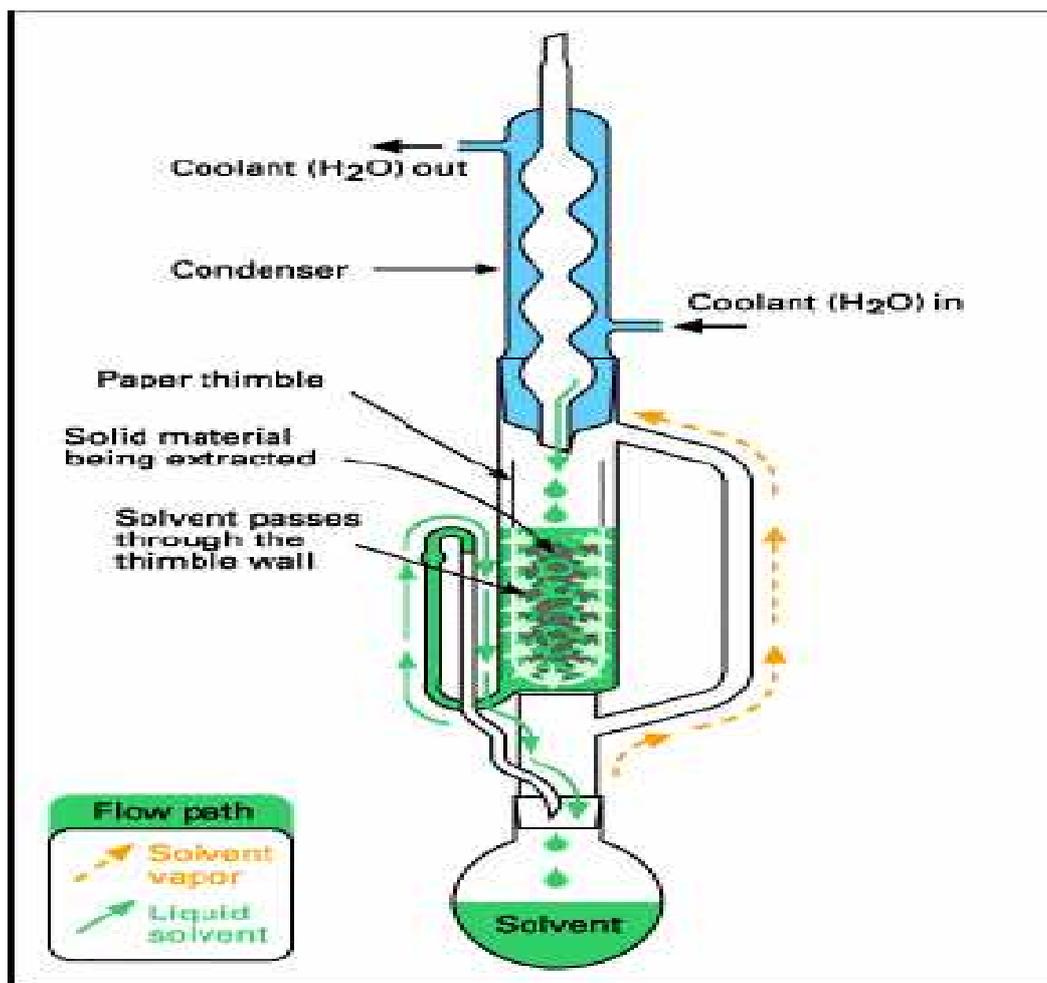


Figure I.6 : Extraction dans un Soxhlet.

### I.6.3. Mode opératoire

On procède lors de cette manipulation comme suit :

- On pèse une quantité suffisante de matière végétale pour remplir la cartouche (10 g).
- Mettre la matière pesée dans la cartouche ;
- Placer la cartouche dans le Soxhlet ;
- Remplir au 2/3 le ballon avec du solvant ;
- Assembler le montage de la figure 20 ;
- Mettre en marche le chauffe ballon ;
- Ouvrir le robinet d'eau passant par le réfrigérateur ;
- Le solvant est porté à ébullition ;

- Les vapeurs de solvant se condensent dans le réfrigérant ;
- Les gouttelettes de solvants s'écoulent dans le récipient du Soxhlet et entre en contact avec la matière végétale ;
- Quand le solvant condensé atteint son plus haut niveau, il retourne par le trop-plein du ballon et le cycle évaporation – condensation se poursuit jusqu'à épuisement de la matière végétale ;
- L'extrait avec le solvant est recueilli dans le ballon ;
- Après épuisement total de la matière végétale (8h), le solvant chargé d'extrait subit une distillation atmosphérique suivi d'une distillation sous vide pour récupérer l'extrait.

#### I.6.4. Extraction par pentane

##### I.6.4.1 Condition opératoire

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

Lot n°	2
Quantité de matière végétale	10 g
Taux d'humidité	10.26%
Pression	atmosphérique
Volume du solvant	0.66 litre environ
Durée d'extraction	8 heures

Le rendement en masse de cette méthode a donné une quantité de substance huileuse de 0,36g, soit 4.00% de la masse sèche.

### I.6.5. Extraction par méthanol

#### I.6.5.1. Condition opératoire

**Tableau I.8 :** conditions opératoires de l'extraction par le méthanol.

Lot n°	2
Quantité de matière végétale	10 g
Taux d'humidité	10.26%
Pression	atmosphérique
Volume du solvant	0.66 litre environ
Durée d'extraction	8 heures

Le rendement en masse de cette méthode a donné une quantité de substance huileuse de 1,7878g, soit 19,92% de la masse sèche.

#### I.6.6. Discussion des résultats

On remarque que la concrète récupérée au pentane est limpide et de couleur jaune pale, alors que celle obtenue avec le méthanol est opaque et de couleur brun foncé.

Les deux concrètes ne sont pas composées seulement d'huiles essentielles, il existe d'autres composés tel que : cires, colorants,...

Nous remarquons que l'extraction par le méthanol donne un meilleur rendement. Ceci peut être expliqué par les hypothèses suivantes :

- Le méthanol est un solvant polaire par contre le pentane est un solvant apolaire donc les composés extraits par le méthanol sont plus nombreux par rapport aux composés obtenus par le pentane.
- Le méthanol a une grande capacité de dissolution par rapport au pentane.

- La température de vaporisation du méthanol est presque, deux fois supérieure à celle du pentane ce qui explique l'effet de la température sur l'accroissement de la solubilité et de la diffusivité du soluté.

### I.7. Conclusion

L'analyse de la cinétique d'extraction (rendement) de l'entraînement à la vapeur d'eau montre l'influence des trois paramètres sur le rendement en huile essentielle :

- Le taux d'humidité ; lors du séchage, la plante perd une partie des produits volatils (H.E).
- la période de cueillette ; la production des huiles essentielles augmente en fonction de l'âge.
- La région de la plante ; l'état de sol, le climat et l'altitude.

Les résultats obtenus lors de l'extraction dans un Soxhlet, montre que le rendement en concrète en utilisant un solvant polaire (méthanol) est supérieur à celui obtenu en utilisant un solvant apolaire (pentane).

La comparaison entre ces deux rendements montre l'influence de la nature du solvant (pouvoir de dissolution, la température de vaporisation, sélectivité par rapport aux produits à extraire).

La plante de Bordj Bou Arréridj a un faible rendement en huiles essentielles et en concrète par rapport à la plante de Mascara.

Nous suggérons une suite à cette étude concernant l'influence d'autres paramètres, nous citerons :

**Les paramètres technologiques :** débit, température, pression, granulométrie.

Les paramètres liés à la plante, parties, l'âge,

# Chapitre II

ETUDE DU TRANSFERT  
DE MATIERE

## II.1. Introduction

L'extraction est la première opération de séparation d'un ensemble de filières de transformations (huilerie, sucrerie, jus de fruits, boissons alcoolisées, etc.).

Issu du mot latin extraher (tirer hors de), le verbe extraire évoque une séparation sélective dans laquelle l'une des phases est retenue (l'extrait) et l'autre est rejetée (le résidu). Cependant dans le but de valoriser le résidu, il arrive que celui-ci subisse une extraction tels que l'extraction des protéines de tourteaux d'oléagineux ou le séchage de nombreux sous-produits (le séchage peut être considéré comme un type particulier d'extraction) [73].

Les mécanismes mis en jeu lors de l'extraction peuvent être relatifs à un transfert de quantité de mouvement, comme c'est le cas de l'extraction par pression (préparation de jus de fruits), ou transfert de masse lors de l'extraction solide-fluide, le fluide pouvant être un liquide ou un gaz. L'extrait migre par diffusion moléculaire de la phase solide à la phase fluide à une vitesse proportionnelle au gradient de concentration régnant entre les deux phases [73].

Dans de nombreux cas (huilerie, sucrerie de canne...), l'extraction par pression et l'extraction solide-liquide sont couplées. Le premier procédé permet de récupérer la majeure partie de l'extrait. Quand au second il permet d'épuiser à l'aide d'un solvant le résidu en extrait utile.

## II.2. Généralités [73] [74]

Toute quantité de matière est caractérisée par sa masse ou par le nombre de moles qui la constituent. Lorsqu'une espèce moléculaire est mélangée à d'autres, sa concentration peut être définie soit :

- Par sa concentration volumique qui est sa quantité rapportée au volume total du mélange dans lequel elle entre en composition ( $\text{kg/m}^3$  ou nombre de moles/ $\text{m}^3$ ) ;
- Par sa concentration massique définie comme étant sa quantité rapportée à la masse totale du mélange dans le quel elle entre en composition ; c'est un rapport sans dimension qui correspond à la fraction molaire dans le cas où la quantité de matière est exprimée en nombre de moles.

### II.3. Flux de transfert de matière

Le transfert de matière représente l'évolution spontanée vers l'uniformité de toute hétérogénéité de concentrations d'une espèce moléculaire. La vitesse de transfert est mesurée par le débit massique ou le débit molaire, selon que la quantité transférée est exprimée en masse ou en nombre de moles. C'est donc la quantité de matière transférée par unité de temps.

La densité de flux du transfert de matière est donnée par la relation suivante :

$$N_j = C_j v_j \quad (1)$$

Avec :

$N_j$  : La densité de flux du transfert de matière (moles/m<sup>2</sup>s) ;

$C_j$  : la concentration du constituant j (moles/m<sup>3</sup>) ;

$v_j$  : la vitesse absolue locale du constituant j (m/s).

La matière peut se déplacer par diffusion, par transport, ou par la combinaison des deux phénomènes. La diffusion moléculaire est un processus lent qui s'applique à une molécule migrant dans un milieu immobile (solide) ou dans un fluide s'écoulant en régime laminaire perpendiculairement à la direction de la diffusion. Le transport est au contraire un processus rapide dans lequel la molécule est entraînée dans un courant fluide. La densité de flux de transfert de matière d'un constituant j est donnée par la relation suivante :

$$\overline{N_j} = \overline{J_j} + \overline{T_j} \quad (2)$$

Avec :

$\overline{J_j}$  : La densité de flux de transfert de matière par diffusion (moles/m<sup>2</sup>s) ;

$\overline{T_j}$  : La densité de flux de transfert de matière par transport (moles/m<sup>2</sup> s).

#### II.4. Transfert de matière par diffusion

Le transfert de matière par diffusion entre deux phases (une phase solide et une autre liquide, ou deux phases liquides non miscibles séparées par une membrane) d'un constituant  $j$  est décrit par la loi de Fick :

$$\overline{J}_j = - D_j \overline{\text{grad}} C_j \quad (3)$$

$\overline{J}_j$  : la densité de flux de transfert de matière par diffusion (moles/m<sup>2</sup> s)

$D_j$  : la diffusivité du constituant  $j$  dans le milieu (m<sup>2</sup>/s) ;

$\overline{\text{grad}} C_j$  : le gradient de concentration du constituant  $j$  (moles/m<sup>4</sup>).

Dans le cas d'un transfert unidirectionnel, l'équation (3) s'écrit sous la forme :

$$J_j = - D_j \frac{dc}{dx} \quad (4)$$

$\frac{dc}{dx}$  : le gradient de concentration du constituant (moles/m<sup>4</sup>).

Dans les systèmes gazeux, la diffusion des molécules est rapide et il est difficile d'éviter les mouvements de convection. Par conséquent, la détermination des diffusivités n'est pas aisée. Par contre en phase liquide, la diffusivité dépend à la fois de la nature de la molécule et du milieu dans lequel elle se déplace.

Dans un solide hétérogène tel qu'un produit alimentaire, le comportement diffusionnel des molécules est perturbé par plusieurs phénomènes annexes, on parle alors de diffusivité apparente.

#### II.5. Transfert matière par transport

La loi de Fick ne s'applique qu'à un milieu immobile ou à un fluide en écoulement laminaire.

En régime agité ou turbulent, le mouvement du fluide entraînant les molécules étant rapides par rapport aux processus diffusionnel, ces derniers ne peuvent plus être

pris en compte. Dans un système à une seule phase, l'agitation entraîne l'uniformité quasi immédiate des concentrations.

Dans un système à deux phases, le transfert externe de masse entre les deux phases est régi par des phénomènes de transport et est décrit par la loi suivante :

$$T_j = C_j v \quad (5)$$

Avec :

$T_j$  : le flux de transfert de matière par transport (moles/s m<sup>2</sup>) ;

$C_j$  : la concentration du constituant j (moles/m<sup>3</sup>) ;

$v$  : la vitesse moyenne locale (m/s).

Dans le cas d'un transfert unidirectionnel et d'un coefficient de diffusion constant l'équation générale de continuité s'écrit:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D_s \Delta C \quad (6)$$

Avec  $\nabla C$  égal à :

$$\begin{aligned} \frac{\partial^2 C}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial C}{\partial r} & \text{ Pour une sphère ;} \\ \frac{\partial^2 C}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial C}{\partial r} & \text{ Pour un cylindre ;} \\ \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} & \text{ Pour une plaque plane.} \end{aligned}$$

Les hypothèses que nous posons pour aboutir à la solution analytique sont:

- les dimensions du solide sont uniformes,
- le coefficient de diffusion est constant,
- la température est constante,
- le terme de transport est négligeable,
- le solide est poreux et inerte et de structure uniforme,
- la masse volumique du solide reste constante durant toute l'opération d'extraction.

## II.6. Diffusion dans une plaque plane en régime transitoire [75] [76]

Soit une plaque d'épaisseur  $2L$ , le transfert du soluté ne se fait qu'à travers les faces de la plaque. La diffusion est unidirectionnelle selon l'axe des abscisses et le coefficient de diffusion est supposé constant. Les solutions des équations de diffusion sont obtenues soit par la méthode de séparation des variables soit par la transformée de Laplace. Selon la distribution des concentrations plusieurs cas peuvent se présenter. Nous donnons, dans ce chapitre, les relations relatives aux conditions de notre étude.

Les conditions initiales et aux limites sont les suivantes :

- $t=0 \quad \forall x \quad C = C_0$
- $t>0 \quad x = \pm L \quad C = C_i = 0$  (concentration à l'interface est supposé constante)  
l'huile essentielle est instantanément emportée par la vapeur d'eau.
- $t>0 \quad x = 0 \quad (\partial C / \partial x) = 0$  (symétrie du système).

La solution analytique  $C(x,t)$  de l'équation de diffusion donnée par Cranck est :

$$\frac{C(x, t) - C_0}{C_i - C_0} = \frac{4}{\pi} \sum_0^{\infty} \frac{(-1)^n}{2n+1} \cos \frac{(2n+1)\pi x}{L} \exp\left(-\frac{(2n+1)^2 \pi^2}{L^2} Dt\right)$$

La quantité de matière  $M_t$  ayant diffusée à travers la plaque au temps  $t$  est :

$$M^* = \frac{M_{\infty} - M_t}{M_{\infty}} = \frac{8}{\pi^2} \sum_0^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp\left(-\frac{(2n+1)^2 \pi^2}{L^2} Dt\right)$$

Où :

$M_{\infty}$ , est la quantité de matière ayant diffusée a un temps infini.

La concentration  $C(x,t)$  peut également s'exprimer par l'expression suivante :

$$\frac{C(x, t) - C_0}{C_i - C_0} = \sum_0^{\infty} (-1)^n \operatorname{erfc}\left(\frac{(2n+1)L - 2x}{4\sqrt{Dt}}\right) + \sum_0^{\infty} (-1)^n \operatorname{erfc}\left(\frac{(2n+1)L + 2x}{4\sqrt{Dt}}\right)$$

La quantité de substance diffusante  $M_t$  au temps  $t$  est alors donnée par :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = \frac{4}{L} (Dt)^{1/2} \left( \pi^{-1/2} + 2 \sum_{n=0}^{\infty} (-1)^n \operatorname{ierfc} \left( \frac{nL}{2\sqrt{Dt}} \right) \right)$$

## II.7. Présentation du logiciel utilisé EXDIF [77]

Le logiciel **EXDIF** est un programme de régression, qui laisse adapter le meilleur profil de diffusion sur des données expérimentales et calculer facilement le coefficient de diffusion.

Bien que les solutions analytiques des équations qui décrivent les procédés de diffusion soient connues et pouvant être trouvées dans beaucoup d'ouvrages, il est souvent difficile d'extraire le coefficient de diffusion à partir des données expérimentales.

D'une façon générale l'expérimentateur doit développer son propre programme de calcul pour obtenir le coefficient de diffusion D.

Ce programme devrait être utile pour analyser les mesures expérimentales de diffusion qui sont effectuées par des méthodes standards.

### II.7.1. Limitation du programme

Le processus de diffusion est un phénomène compliqué, particulièrement dans sa détermination pratique. La diffusion peut être influencée par différents facteurs tels que l'interaction entre le soluté et les phénomènes de surface.

Ce programme ne tient pas compte de toutes les situations possibles et ne prévoit pas que les données à adapter soient obtenues à partir des expériences conçues pour éliminer l'influence sur la mesure.

Par conséquent, ce modèle est simple et pratique il faut considérer les conditions suivantes :

- Le procédé de diffusion dans l'expérience est Fickian (suit la loi de Fick).
- Le coefficient de diffusion est constant pendant l'expérience.
- Aucune autre étape de cinétique ne se produit dans le transfert de matière (par exemple l'évaporation, réaction chimique).

### II.7.2. Le modèle mathématique

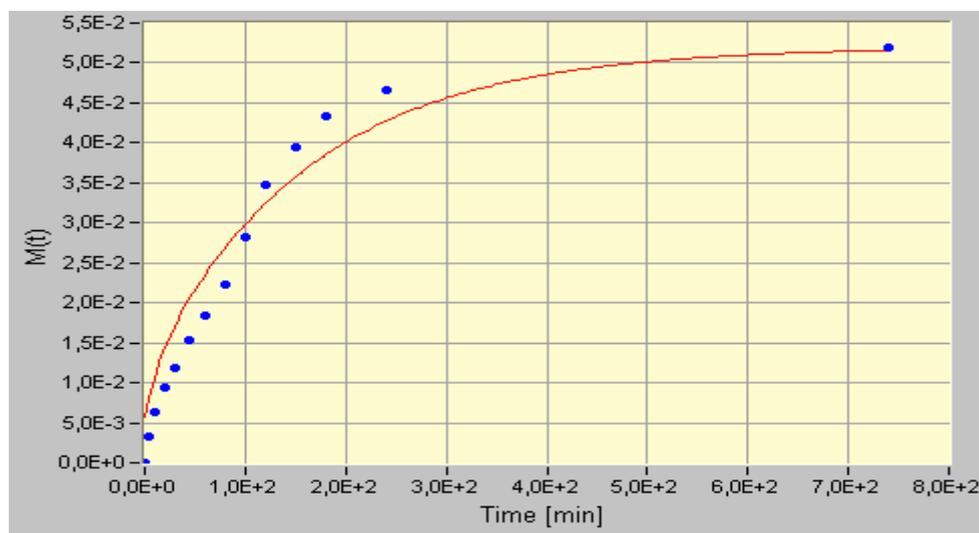
Il dépend de la technique de mesure disponible, les expériences de diffusion sont effectuées avec différentes options. Pour obtenir le coefficient de diffusion, il est nécessaire de mesurer une courbe ou un profil de diffusion, en fonction du temps de diffusion ou en fonction du chemin de diffusion.

Habituellement, la quantité de substance qui a émigré  $M(t)$  est mesurée en fonction du temps, ou la concentration de cette substance est mesurée le long du chemin de diffusion à un moment donné  $[ C(x, t) ]$ . Une autre option expérimentale est la géométrie. Le plus simple est la feuille plate mais le programme considère également la sphère et le cylindre de longueur finie.

### II.8. Détermination du coefficient de diffusion d'huile essentielle

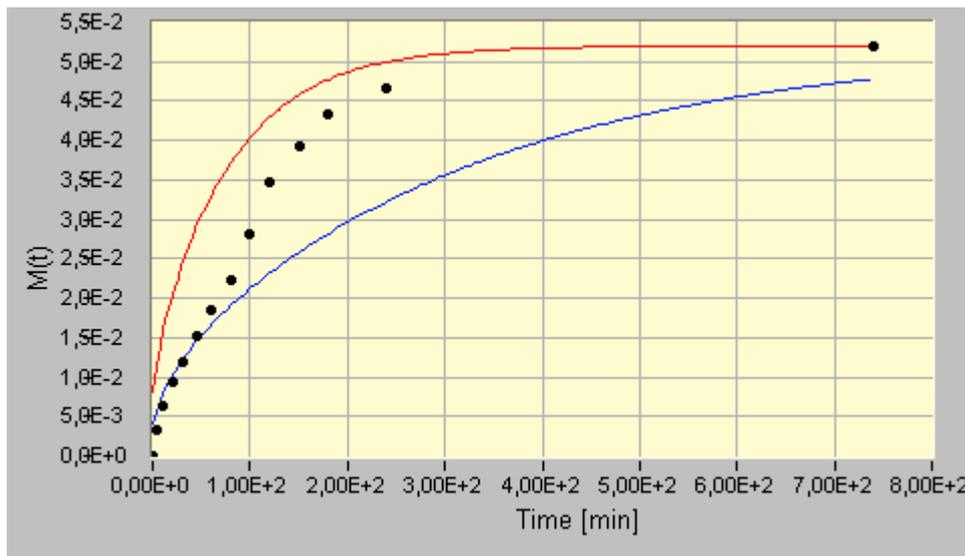
Lors de l'application de ce logiciel, la valeur  $L$  appliquée est l'épaisseur de la feuille. La grandeur mesurée, utilisant le pied à coulisse, est de l'ordre de  $0,04\text{mm}$ .

Nous avons choisis l'essai n°3(chapitre 1.pratique) pour faire l'étude du transfert de matière. A l'aide de l'EXDIF, nous portons la masse d'huile cumulée en fonction du temps sur le **graphe II.1**.



**Figure II.1 :** Evolution de la masse d'huile récupérée en fonction de temps de l'essai 3 et la simulation de l'EXDIF.

L'utilisation de l'EXDIF a donné la simulation représentée par la **figure II.1**, qui donne pour une masse infinie de 0,052g un coefficient de diffusion de  $1,68 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2/\text{s}$ . Ce coefficient de diffusion est une valeur moyenne, en effet comme le montre la **figure II.2** cette courbe est la moyenne entre les courbes simulées avec les coefficients de diffusion  $D=3,35 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2/\text{s}$  pour la courbe en rouge,  $D=8,2 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{s}$  pour la courbe en bleu.



**Figure II.2.** Evolution de la masse d'huile récupérée en fonction de temps de l'essai 3 et la simulation de l'EXDIF.

Nous remarquons qu'il n'y a pas une bonne concordance entre points expérimentaux et points calculés. Pour cela nous allons émettre des hypothèses pour mieux comprendre les phénomènes.

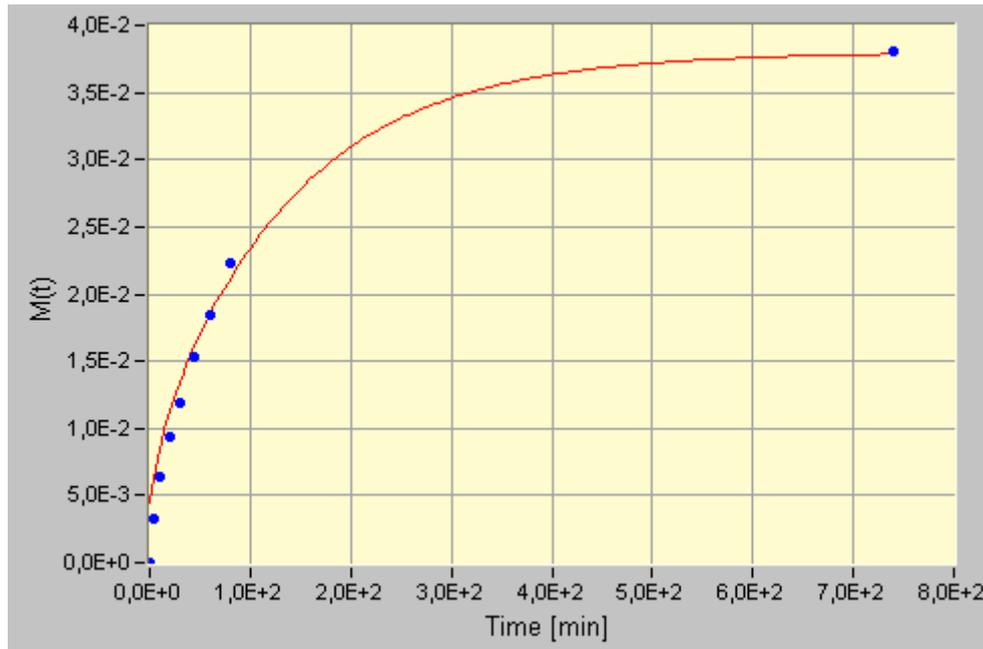
Nous remarquons que la courbe contient deux formes différentes :

1. **Période 1** ; De 0 à 80 mn.
2. **Période 2** ; De 80 à 240 mn.

Nous traitons chaque partie de la courbe et nous calculons les coefficients de diffusion correspondants :

➤ **période 1 ; [0 ,80] mn.**

A l'aide de l'EXDIF, nous portons la masse d'huile cumulée en fonction du temps sur le **graphe II.3**.



**Figure II.3 :** Evolution de la masse d'huile récupérée en fonction de temps de la période 1 de l'essai 3 et la simulation de l'EXDIF.

On a supposé que  $M_{\infty}$  est de 0,038 g pour que la courbe atteigne le palier avec une durée de 740 mn.

Notre choix sur ce point correspond à une bonne concordance entre points expérimentaux et courbe simulée.

L'EXDIF a donné un coefficient de diffusion de  $D_1 = 1,95 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2/\text{s}$ .

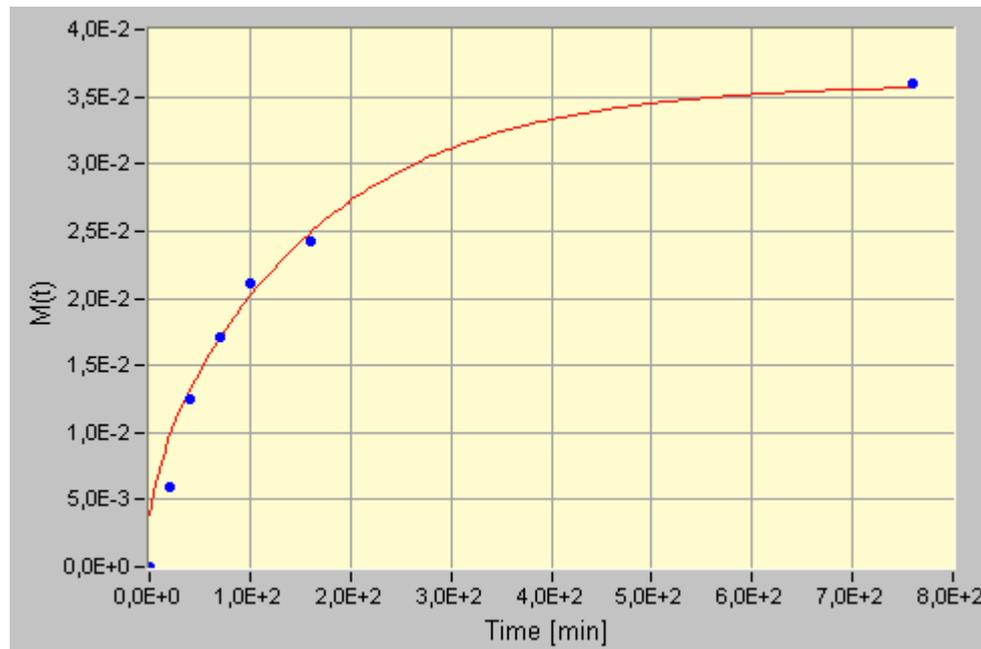
➤ **Période 2 ; [80 ,240] mn.**

Nous supposons qu'à partir de 80 mn il y a une autre période de récupération des huiles essentielles qui est indépendante de la première période. Les résultats obtenus sont représentés dans le **tableau II.1**:

**Tableau II.1:** Résultats de la cinétique d'extraction des H.E de la période 2.

Tube n°	7	8	9	10	11	12
temps (min)	80	100	120	150	180	240
Nouveau temps	0	20	40	70	100	160
Masse de l'huile récupérée (g)	0	0,0059	0,0066	0,0046	0,004	0,0032
Valeur cumulée (g)	0	0,0059	0,0125	0,0112	0,0211	0,0243

A l'aide de l'EXDIF, nous portons la masse d'huile cumulée en fonction du temps sur le **graphe II.4**.



**Figure II.4 :** Evolution de la masse d'huile récupérée en fonction de temps de la période 2 de l'essai 3 et la simulation de l'EXDIF.

$M_{\infty}$  choisie est de 0,036 g pour que la courbe atteigne le palier avec une durée de 760 mn.

L'EXDIF a donné un résultat du coefficient de diffusion de  $D_2 = 1,59 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2/\text{s}$ .

### II.9. Discussion des résultats

D'après les résultats du coefficient de diffusion on remarque que  $D_1$  est supérieur à  $D_2$  ceci peut être expliqué par l'hypothèse suivante :

La première période de 80 premières minutes de l'extraction concerne la récupération des extraits en H.E légers, cela signifie que la diffusion de ces huiles se fait avec une vitesse rapide et serait régie par des simples phénomènes de diffusion. Lors de cette période il y a une dissolution des produits lourds.

La seconde période correspond à la récupération des extraits en H.E lourdes, donc la diffusion de ces huiles se fait avec une vitesse inférieure à celles des huiles légères.

### II.10. Conclusion

L'étude du transfert de matière a montré que l'entraînement à la vapeur d'eau se fait en deux étapes, l'une correspond à l'extraction des H.E légères et l'autre correspond à l'extraction des H.E lourdes.

Les H.E légères diffusent plus rapidement que les huiles essentielles lourdes.

Un logiciel EXDIF a été utilisé pour analyser le phénomène de transfert, ce logiciel a permis de déterminer le coefficient de diffusion des extraits en H.E de l'inule visqueuse.

# CONCLUSION GENERALE

Deux procédés ont été testés sur l'inule visqueuse, l'entraînement à la vapeur d'eau et l'extraction par solvant dans un Soxhlet. Lors de la dernière on a utilisé deux solvants : le pentane et l'éthanol.

La comparaison des résultats de l'extraction par l'entraînement à la vapeur d'eau a été difficile vu la non reproductibilité des conditions opératoires surtout concernant le débit de distillat. Toutefois si on accepte l'erreur sur le débit, on a établi l'influence de trois paramètres : le taux d'humidité, l'âge, et la région de la plante sur le rendement en huiles essentielles.

Le rendement est nettement influencé par la région, nous avons obtenus 0,37% le meilleur rendement concernant le lot de Bordj Bou Arréridj, 0,122% pour le lot de Ain Zada, contre 1,86% pour Mascara).

L'extraction par le méthanol donne le meilleur rendement en concrète (19,93%), que celui obtenue par le pentane (4,00%), la différence entre ces deux rendements est due au fait que les extraits obtenus par le méthanol sont plus riches que ceux obtenus par le pentane.

Cependant, le rendement pour les deux solvants ne permet pas de justifier le choix du solvant, car les concrètes obtenus nécessitent le recours à d'autres procédés afin de les purifier ce qui permet de diminuer le pourcentage. Le choix sera fait plutôt en fonction de l'activité de l'extrait.

L'EXDIF a permis de déterminer le coefficient de diffusion de l'extraction par l'entraînement à la vapeur d'eau. La cinétique d'extraction est scindée en deux étapes : la première à une huile essentielle légère et la deuxième à une huile lourde.

Il aurait été souhaitable d'analyser les extraits obtenus par CG/SM (chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectroscopie de masse) pour une éventuelle étude qualitative, surtout identifier les constituants chimiques de l'huile essentielle ainsi que ceux de la concrète, pour mieux expliquer les résultats obtenus.

Les régulateurs du débit d'eau et de la tension d'électricité sont nécessaires, pour maintenir un régime permanent de débit de distillat, permettant de trouver des résultats plus précis.

L'extraction étant très lente lors de l'entraînement à la vapeur d'eau nous conseillons l'utilisation des micro-ondes qui ont déjà fait leur preuve.

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

**[1] ENAM A. KHALIL, FATMA U. AFIFI AND MAYSA AL-HUSSAINI**

Evaluation of the wound healing effect of some Jordanian traditional medicinal plants formulated in Pluronic F127 using mice (*Mus musculus*), *Journal of Ethnopharmacology*, Volume 109, Issue 1, Pages 104-112, 3 January 2007.

**[2] T.BAYTOP**

Therapy with Medicinal Plants in Turkey. SanalPress, Istanbul, (p. 167), 1984.

**[3] D.AL-EISAWI**

Field Guide to Wild Flowers in Jordan and Neighboring Countries. Jordan Foundation Press, Amman, (p.97), 1998.

**[4] P.BARBETTI, I.CHIAPPINI, G.FARDELLA, A.MENGHINI**

A new eudesmane acid from *Dittrichia (Inula) viscosa*, *Planta Medica* 51, 471, 1985.

**[5] L.LAURO, C.ROLIH**

Observations and research on an extract of *Inula viscosa*, *Bollettino Societa Italiana Biologica Speri-mentale* 66, 829–834, 1990.

**[6] Z.YANIV, A.DAFNI, J.FRIEDMAN, D.PALEVITCH**

Plants used for treatments of diabetes in Israel. *Journal of Ethnopharmacology* 19, 145–151, 1987.

**[7] C.LASTRA, A.LOPEZ, V.MOTIVA**

Gastroprotection and prostaglandin E2 generation in rats by flavonoids of *Dittrichia viscosa*. *Planta Medica* 59, 497–501, 1993.

**[8] F.KARIM, S.QURAAN**

Medicinal Plants of Jordan. Jordan Natural History Museum, Irbid (p. 65), 1986.

**[9] S.AL-KHALIL, D.AL-EISAWI, N.FISCHER**

Phytochemical analysis of Jordanian *Inula viscosa*. *Journal of Pharmaceutical Sciences* 6, 307–309, 1992.

**[10] NISREEN M. AL-DISSI, ABDULAZIM S. SALHAB AND HAMEED A. AL-HAJJ**

Effects of *Inula viscosa* leaf extract on abortion and implantation in rats  
Journal of Ethnopharmacology, Volume 77, Issue 1, September 2001, Pages 117-121.

**[11] Prof. DAN PALEVITZ et Dr. ZOA HARA YANIV**

Les plantes médicinales de la sainte terre; L'Administration Israélienne De Recherches Agricole. Israël, p 157, 1991.

**[12] H .COSTE**

Flore descriptive et illustrée de la France du corse, Société de la botanique de France, page 627, Paris 1983.

**[13] [http://fr.wikipedia.org/wiki/Inule\\_visqueuse](http://fr.wikipedia.org/wiki/Inule_visqueuse), page web.**

**[14] P.GUEZEL ET S.SANTA**

Nouvelle flore de l'Algérie, tome 1 l'édition du centre national de la recherche scientifique 1962.

**[15] LOUFTY BOULUS**

Plantes médicinales de l'Afrique du Nord. Édité par « Référence Publications », Etats-Unis, 1983.

**[16] [http://crdp2.ac-besancon.fr/flore/flore/nom\\_com/inules.htm](http://crdp2.ac-besancon.fr/flore/flore/nom_com/inules.htm), page web.**

**[17] R.R. PARIS, H.MOYSE**

Matière médicale, Masson, Paris, 1976.

**[18] J.BRUNTON**

« Pharmacognosie. Phytochimie. Plantes médicinales », 2<sup>ème</sup> édition, tech. & Doc, Lavoisier, Paris, 1993.

**[19] AFNOR**, association Française de normalisation.

Huile essentielle, 2<sup>ème</sup> édition, 1986.

**[20] BRUNETON.J**

Pharmacognosie. Phytochimie. Plantes médicinales 3<sup>ème</sup> édition, Tech et Doc, Lavoisier, paris, page 488, 1999.

**[21] HURABIELLE.M**

Abrégé de matière médicale pharmacognosie, tome, ed, masson.paris, page (182-194), 1981.

**[22] KHAIDER. F**

Extraction et analyse de huile essentielle de romarin et contribution a la formulation d'antirhumatismale .Mém.Ing.d'état, Univ.M'sila .26p, 2004.

**[23] DAHMANE.D**

Chemical composition of the essential oil of pistacia from algeria. 2éme séminaire nationale de chimie, Tébessa, 18 et 19 mai 2004.

**[24] DAHEB, N., DJEBALI, F**

Extraction des huiles essentielles de la menthe poivrée et thym commun, mém.de fin d'étude diplôme d'état en pharmacie, univ.setif, 2002.

**[25] J. PELLECUER., J.L ROUSSEL C. ANDARY**

Recherche du pouvoir antifongique de quelques huiles essentielles. Rivista Italiana Essenzo (EPPOS). 23, 45-50, 1980.

**[26] C. VIOLLON., J.P. CHAUMONT**

Antifungal properties of essential oils and their main components upon *Cryptococcus neoformans*. Mycopathologia. 128(3), 15 1-153, 1994.

**[27] J.P. CHAUMONT. D. LEGER**

Propriétés antifongiques de quelques phénols et de composés chimiquement très voisin. Relation structure –activité. Plant Med. Phyto. 23(2), 124-126, 1989.

**[28] A. SIVROPOULOU, E; PAPANIKOLAOU, C. NIKOLAOU, S. KOKKINI, T. LANARAS AND M. ARSENAKIS**

Antimicrobial and cytotoxic activities of origanum essential oils. J. Agric. Food Chem. 44, 1202-1205, 1996.

**[29] A. ZAMBONELLI, A.Z. D'AURELIO., A. SEVERI., E. BENVENUTI., L. MAGGI., A. BIANCHI. 2**

Chemical composition and fungicidal activity of comercial essential oils of *thymus vulgaris* L. J. Essent. Oil Res 16(1), 69-74.

**[30] T. MANGENA., N.Y.O. MUYIMA**

Comparative evaluation of the antimicrobial activities of essential oils of *artemisia afra*, *pteronia incana* and *rosmarinus officinalis* on selected bacteria and yeast strains. *Lett. Appli. Microbiol.* 28(4) 29 1-296, 1999.

**[31] D. CACCIONNI., M. GUIZZARDI., D. BIONDI, R. AGANTIO., R. GUISEPPE**

Relationship between volatile components of citrus fruit essential oils and antimicrobial action on *penicillium digitatum* and *penicillium italicum*. *International J. Food Microbiol.* 43(12), 73-79, 1998.

**[32] M. HUDAIB., E. SPERONI., M DI PIETRA., V. CAVRINI. 2002**

GC/MS ecaluation of thymus (*Thymus vulgaris* L.) oil composition and variations during the vegetative cycle, *J. Pharma. Biom. Analysis.* 29(4), 691-700, 1998.

**[33] LEON RAUL HERNANDEZ OCHOA**

Substitution des solvants et matières actives de synthèses par un combine«solvant/actif» d'origine végétale, thèse de doctorat : L'institut polytechnique de Toulouse, octobre 2005.

**[34] KURITA, M. MIYAJI., R. KURANE, Y. TAKAHARA**

Antifungal activity of components of essential oils. *Agric. Biol. Chem.* 45(4), 945; (1981)

**[35] N. KURITA., M. MIYAJI., R. KURANE., Y. TAKAHARA., K. ICHIMURA**

Antimicrobial activity of dalmatian sage oil from differents regions of the Yugoslav Adriatic coast, *Agric, Biol, Chem.* 43 (11), 2365. (1979).

**[36]ZAKARYA; T. FATHALLAH; M. CHASCTRETTE**

Use of multifunctional autocorrelation method to estimate molar volumes of alkanes and oxygenated compounds, Comparison between components of autocorrelation vectors and topological indices, *J. Phys. Org. Chem,* 6(10), 574-582, 1993.

**[37] J.L.ROSUA ; A.GARCIA-GRANADOS**

*Plant.Médecin.Phytother.*, 1987.

**[38] J.BRUNTON**

Pharmacognosie. Phytochimie. Plantes médicinales 2ème édition, Tech et Doc, Lavoisier, paris, 1998.

**[39] J.BRUNTON**

Pharmacognosie. Phytochimie. Plantes médicinales 2ème édition, Tech et Doc, Lavoisier, paris, 1995.

**[40] J.BRUNTON**

Pharmacognosie. Phytochimie. Plantes médicinales 3ème édition, Tech et Doc, Lavoisier, paris, 1999.

**[41] J.ABRASSART**

Mille e un vertus des huiles essentielles, Ed Guy Trédaniel, 1988.

**[42] ROUESSAC**

Analyse chimique (Méthode et technique), Ed.dunod-paris, 1998.

**[43] T. C ZERARKA**

Méthodes spectrométriques d'analyses chimiques, Ed O.P.U, Alger, 1994.

**[44] 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, Faculté des Sciences et Technologies, 2005.

**[45] D.L. PAVIDA. G.M. LAMPMAN. G.S. KRIZ.**

Introduction to organic laboratory techniques. W.B. Sauders Co. Philadelphia, USA. 567-573, 1976.

**[46] E.BOCCHIO**

Parfums, cosmétiques, aromes, 63, 1985.

**[47] Normes AFNOR**

Recueil des normes françaises. Huiles essentielles. AFNOR, Paris, 1992.

**[48] PHARMACOPEE EUROPEENNE 1**

Conseil de l'Europe, Maisonneuve S.A. Editions, Sainte Ruffine, 1996.

**[49] J.F.CLEVINGER**

Apparatus for volatile oil determination, Description of New Type American perfumer & essential oil review, 467-503, 1928.

**[50] E. BOCCHIO**

Hydrodistillation des huiles essentielles–Théorie et applications, Parfums, Cosmétiques, Arômes, **63**, 61-62, 1985.

**[51] G. TOURNAIRE**

Les économies d'énergie dans les techniques de production des huiles essentielles, Parfums, Cosmétiques, Arômes, **35**, 43-46, 1980.

**[52] B. MEYER-WARNOD**

Natural essential oils: extraction processes and applications to some major oils. Perfumer & Flavorist, 9, 93-103, 1984.

**[53] F. PERINEAU, H.ZIOUANI, M. DELMAS, A. GASET, G. LEVY**

Huile essentielle de Céleri – Turbo-extraction industrielle, Parfums, Cosmétiques, Arômes, 90, 85-92, 1989/1990.

**[54] J.Q. CU, H. ZIOUANI, J.P. MARTEL, F. PERINEAU**

Production d'huile essentielle de. Badiane de Chine par turbo-distillateur, Parfums, Cosmétiques, Arômes, 93, 67-74 ,1990 .

**[55] G.B. NICKERSON, S.T. LICKENS**

Gas Chromatographic evidence for the occurrence of hop oil in beer, Journal of Chromatography, 21, 1-3, 1966.

**[56] F. PENG, L. SHENG, B. LIU, H. TONG, S. LIU**

Comparison of different extraction methods: steam distillation, simultaneous distillation and extraction and headspace co-distillation, used for the analysis the volatile components in aged flue-cured tobacco leaves, Journal of Chromatography A, 1040, 1-17, 2004.

- [57] **F. SIANO, C. GHIZZONI, F. GIOFRIDDO, E. COLOMBO, L. SERVILLO, D. CASTALDO**

Determination of estragole, safrole and eugenol methyl ether in food products, *Food Chemistry*, **81**, 469-475, 2003.

- [58] **L. MIGNAL, P. PIBAROT, G. BONETTI, A. CHAINTREAU, J.P. MARION**

Simultaneous distillation-extraction under static vacuum: isolation of volatile compounds at room temperature, *Journal of Chromatography*, **606**, 87-94, 1992.

- [59] **E. VAGI, B. SIMANDI, A. SUHAJDA, E. HETHELYI**

Essential oil composition and antimicrobial activity of *Origanum marjorana* L. Extracts obtained with ethyl alcohol and supercritical carbon dioxide, *Food research international*, **38**, 51-57, 2005.

- [60] **R. ZARNOWSKI, Y. SUZUKI**

Expedient Soxhlet extraction of resorcinolic lipids from wheat grains *Journal of Food Composition and analysis*, **17**, 649-663, 2004.

- [61] **J.L. LUQUE-GARCIA, M.D. LUQUE DE CASTRO**

Focused microwave-assisted Soxhlet extraction: devices and applications, *Talanta*, **64**, 571-577, 2004.

- [62] **J.L. LUQUE-GARCIA, M.D. LUQUE DE CASTRO**

Ultrasound-assisted Soxhlet extraction: an expeditive approach for solid sample treatment. Application to the extraction of total fat from oleaginous seeds, *Journal of Chromatography A*, **1034**, 237-242, 2004.

- [63] **JEAN-CLAUDE LIQUET, BERNARD WEYNANS**

Les différentes visions des arômes alimentaires, université de Lille 1, Lille, France, 2002.

- [64] **C.BACHELOT, A.BLAISE, T.CORBEL ET A.LE GUERNIC**

Les huiles essentielles, U.C.O Bretagne Nord, France 2006.

**[65] J.S.T.CHOU**

Analytical results on the volatile components of cardamom oil, caraway oil and coriander oil by gas chromatography, IR spectroscopy. *Koryo*. 106: 55-60, 1974.

**[66] M.COLIC**

Molecular Mechanisms of Magnetic Water Treatment, In 3 rd symposium on Anti-scale Magnetic Treatment and Physical Conditions, Stafford Cripps, Cranfield University, Cranfield, Bedfordshire, UK, 1-12, 1999.

**[67] M.COLIC, D.W.FUERSTENAU**

The influence of Surfactants Impurities on Colloids Stability and Dispersions of powders in Aqueous Suspensions, *Powder Technol.* 97: 129-138, 1998.

**[68] M.COLIC, D.MORSE**

Effects of Amplitude of the Radiofrequency electromagnetic Radiation on Aqueous Suspensions and Solutions, *J. Coll. Interface Sci.* 200: 265-272, 1998.

**[69] M. MAOZ and I. NEEMAN**

Effect of *Inula viscosa* extract on chitin synthesis in dermatophytes and *Candida albicans*  
*Journal of Ethnopharmacology*, Volume 71, Issue 3, August 2000, Pages 479-482

**[70] WENQIAO WANG B, H. BEN-DANIEL, et YIGAL COHEN**

Control of Plant Diseases by Extracts of *Inula viscosa*, Faculty of Life Sciences of Bar-Ilan University, Ramat-Gan 52900, Israel, publiée le 24May 2004.

**[71] B.TEDJINI**

Extraction des huiles essentielles et des concrète de l'inule visqueuse, mémoire de fin d'étude, ENP, Alger, Algérie, 2006.

**[72] N.-A. ZEGGWAGH, M.-L. OUAHIDI, A. LEMHADRI and 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 November 2006, Pages 223-227

**[73] P.MAFART, E.BELAIRD**

« Génie industriel Alimentaire », Tome II, Ed. Tech. & Doc, Lavoisier. Paris ,1992 .

**[74] R.BUGAREL, M.HEMATI**

« Notes de cours de transfert de matière », ENSIGC. Toulouse ,1988.

**[75] J.CRANCK**

« The mathematics of diffusion », Ed. Oxford and the Clarendon, 1956.

**[76] J.M. VERGNAUD**

« Liquide Transport Process in polymeric Materials, Modeling and industrial application », University of Saint-Etienne. Prentice Hall, New Jersey, 1991.

**[77] ROTH .T**

Experimental diffusion fit Swiss federal office of public health, division of food science, Bern, 2004.