

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE D'ALGER
DÉPARTEMENT DE GÉNIE CHIMIQUE



Mémoire de **Master En Génie Chimique**

EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES DE L'INULE VISQUEUSE

Naïma LAHOUZI

Proposé et dirigé par : Pr. R. DERRICHE

Soutenu le 15 Juin 2015 devant le jury composé de :

M. E. H. BENYOUSSEF	Professeur à l'ENP	Président
M. A. SELATNIA	Professeur à l'ENP	Examineur
Mme Y. TCHOULAK	Maître assistante classe A à l'ENP	Examinatrice
Mme R. DERRICHE	Professeur à l'ENP	Promotrice
Mlle L. LOUCIF SEIAD	Maître de conférences classe B UMBB	Invitée

Promotion 2015

DÉDICACE



À la mémoire de ma grand-mère **Yemma Tamerroucht**, tu es toujours présente parmi nous et tu le resteras à jamais. Que ton âme repose en paix.

À **mes parents**, afin de justifier leurs nombreux sacrifices et prières.

À mes grandes sœurs **Kahina et Amal** et mon grand frère **Zahir**, afin d'attester que le flambeau qu'ils m'ont transmis continue de brûler...

À mes jeunes frères et sœur : **Abderrahmane, Hakima, Zinedine et Amine** ; afin qu'ils comprennent que le résultat se trouve toujours au bout de l'effort pour qui persévère...

À mon binôme **Saïda**, ce fût un plaisir de travailler avec elle.

À tous **mes professeurs**, pour leur attester mon profond respect et ma loyale considération.

À tous **mes amis** et mes **collègues** pour leur témoigner ma fidélité et mon amitié infinie.

À tous ceux et à toutes celles qui croient au travail et au savoir...



« Ce sont rarement les réponses
qui apportent la vérité, mais
l'enchaînement des questions. »

DANIEL PENNAC

REMERCIEMENTS

*J'exprime tout particulièrement mes profonds remerciements à ma promotrice, la professeur **R. DERRICHE** pour le temps qu'elle m'a consacré, la liberté qu'elle m'a donnée dans mes recherches, l'aide compétente qu'elle m'a apportée et son œil critique qui m'a été très précieux pour structurer le travail et pour améliorer la qualité des différentes sections de mon mémoire, je la remercie vivement.*

*Je remercie également le professeur **E.H. BENYOUSSEF** qui m'a fait l'honneur de présider le jury.*

*Mes remerciements vont aussi à monsieur **A. SELATNIA**, madame **Y. TCHOULAK** et mademoiselle **L. LOUCIF SEIAD**, qui ont accepté de participer à l'évaluation scientifique de mes travaux en tant que membres dans le jury.*

*Je n'oublie pas mademoiselle **S. AMROUCHE**, doctorante en Génie Chimique à l'École Nationale Polytechnique, avec qui j'ai beaucoup échangé lors du travail qu'on a mené en parallèle. Je la remercie pour sa contribution, son aide et ses conseils qui m'ont été très constructifs.*

*Je ne peux pas oublier mes collègues et amis « **les chimistes** » qui ont fait mon quotidien et pour leur aide voire leur secours et la bonne ambiance qui règne dans le département et les laboratoires.*

*Je remercie surtout **Slimane, Nacir et Amir** qui m'ont procuré le matériel végétal à maintes reprises. Merci infiniment.*

*S'il y a des personnes à ne pas oublier, ce sont évidemment **mes parents**. Je les remercie pour tout ce qu'ils ont fait pour moi. Ils se sont beaucoup sacrifiés pour m'offrir toutes les conditions nécessaires afin que je puisse devenir ce que modestement je suis. Ma reconnaissance envers eux est inquantifiable.*

*J'ai une mention très spéciale pour **mes sœurs** : Kahina, Amal et Hakima ; et **mes frères** : Zahir, Abderrahmane, Zinedine et Amine. Ils ont fait preuve d'un soutien sans faille. Toujours présents quand il le fallait, je sais ce que je leur dois.*

*À mes **deux meilleurs amis**, Namira et Missi ; je n'oublie rien de ces bons moments passés ensemble à Oran et à Alger, même si en fin de thèse nous ne parvenions au mieux qu'à nous croiser. Merci.*

*À tous mes autres **amis** que j'ai connus durant ces cinq dernières années. Si j'ai oublié quelqu'un, je le prie de me pardonner.*

Un grand merci à tous.

RÉSUMÉ

Extraction des huiles essentielles de l'inule visqueuse

Cette étude porte sur l'extraction des huiles essentielles et des hydrolats de l'inule visqueuse par trois modes d'extraction, à savoir l'entraînement à la vapeur d'eau, l'hydrodistillation, et l'hydrodiffusion. Le calcul du rendement des essais de chaque mode et de son évolution en fonction du temps d'extraction a été effectué afin de comparer les trois modes en termes de rendement en huile essentielle.

Mots clés : Inule visqueuse, huile essentielle, hydrolat, entraînement à la vapeur d'eau, hydrodistillation, hydrodiffusion.

ABSTRACT

Extraction of essential oils of *Inula viscosa* (L.)

This study is about the extraction of essential oils and distillation waters of *Inula viscosa* (L.), by three methods of extraction, namely: steam distillation, water distillation and hydrodiffusion. The calculation of the essential oil yield by each mode and its evolution as function of extraction time is made in order to compare the three techniques in yield terms.

Keywords: *Inula viscosa* (L.), extraction, essential oil, steam distillation, water distillation, hydrodiffusion, polyphenols, antioxidant activity.

ملخص

استخلاص الزيوت الأساسية لنبته " اينولا فيزكوزا "

هذه الدراسة تتناول استخلاص الزيوت الأساسية ومياه التقطير لنبته " اينولا فيزكوزا " المعروفة في الجزائر باسم " المقرمان " بثلاث طرق: التقطير المائي، التقطير بالبخر والانتشار المائي. تم حساب مردودية كل طريقة ومتابعة المردود المتراكم بدلالة زمن الاستخلاص من أجل مقارنة الطرق الثلاث.

كلمات البحث: اينولا فيزكوزا، استخلاص، زيوت أساسية، التقطير المائي، التقطير بالبخر، الانتشار المائي، مركبات فينولية، نشاط مضاد للأكسدة.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE	I
REMERCIEMENTS	II
RÉSUMÉ	III
TABLE DES MATIÈRES	IV
LISTE DES TABLEAUX	VI
LISTE DES FIGURES	VII
LISTE DES SYMBOLES ET ABRÉVIATIONS	VIII
LISTE DES ANNEXES	IX
INTRODUCTION GÉNÉRALE	1
CHAPITRE 1 PRÉSENTATION DE LA MATIÈRE VÉGÉTALE	2
1.1 Introduction	2
1.2 Description botanique	2
1.3 Localisation	6
1.4 Culture	6
1.5 Quelques espèces du genre « Inula »	6
CHAPITRE 2 LES HUILES ESSENTIELLES ET LES HYDROLATS	10
2.1 Les huiles essentielles	10
2.1.1 Historique	10
2.1.2 Qu'est-ce qu'une huile essentielle ?	11
2.1.3 Localisation des huiles essentielles dans la plante	12
2.1.4 Teneur en huiles essentielles	13
2.1.5 Propriétés physiques et chimiques des huiles essentielles	13
2.1.6 Facteurs influençant la qualité des huiles essentielles	13
2.1.7 Composition chimiques des huiles essentielles	15
2.1.8 Activités biologiques des huiles essentielles	16
2.1.9 Rôle des huiles essentielles dans la plante	18
2.1.10 Toxicité des huiles essentielles	18
2.1.11 Conservation et stockage des huiles essentielles	18
2.2 Les hydrolats	19
2.2.1 Introduction	19

2.2.2	Qu'est ce qu'un hydrolat ?	19
2.2.3	Conservation des hydrolats	19
2.2.4	Composition chimique des hydrolats	19
2.2.5	Activités biologiques des hydrolats.....	20
CHAPITRE 3 LES TECHNIQUES D'EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES.....		21
3.1	Historique	21
3.2	Entraînement à la vapeur d'eau	21
3.3	Hydrodistillation.....	25
3.4	Hydrodiffusion	27
CHAPITRE 4 TRAVAUX ANTÉRIEURS SUR LES HUILES ESSENTIELLES DE L'INULE VISQUEUSE.....		28
CHAPITRE 5 MATÉRIELS ET MÉTHODES.....		33
5.1	Matière végétale	33
5.2	Détermination du taux d'humidité	33
5.3	Rendement en huile essentielle	35
5.4	Extraction des huiles essentielles	35
5.4.1	Entraînement à la vapeur d'eau	36
5.4.2	Hydrodistillation.....	38
5.4.3	Hydrodiffusion	39
CHAPITRE 6 RÉSULTATS ET DISCUSSION.....		41
6.1	Entraînement à la vapeur d'eau	41
6.2	Hydrodistillation.....	43
6.3	Hydrodiffusion	47
6.4	Comparaison entre les trois techniques d'extraction :	48
6.5	Comparaison avec les travaux antérieurs :	49
CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS		50
LISTE DE RÉFÉRENCES		52
ANNEXES		58

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1: Classification botanique de l'inule visqueuse.....	4
Tableau 4.1: Rendements des huiles essentielles extraites par hydrodistillation et entraînement à la vapeur d'eau.	29
Tableau 4.2: Conditions opératoires et résultats des essais d'extraction de l'inule visqueuse par entraînement à la vapeur d'eau.....	29
Tableau 4.3: Conditions opératoires et résultats des essais d'extraction des HE par EVE et HD.	30
Tableau 4.4: Conditions opératoires et résultats des essais d'extraction par EVE à l'échelle laboratoire et semi pilote.	32
Tableau 5.1: Caractéristiques des lots d'inule visqueuse utilisés dans l'étude.....	33
Tableau 5.2: Les conditions opératoires des essais de l'entraînement à la vapeur d'eau	37
Tableau 5.3: Les conditions opératoires des essais de l'hydrodistillation	39
Tableau 5.4: Les conditions opératoires des essais de l'hydrodiffusion	40
Tableau 6.1: Résultats des différents essais d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau	41
Tableau 6.2: Résultats des différents essais d'extraction par hydrodistillation	44
Tableau 6.3: rendement des essais d'extraction par hydrodistillation utilisant les eaux de distillation et l'eau distillée.	46
Tableau 6.4: Rendement des essais d'extraction par hydrodiffusion.	47
Tableau 6.5: Tableau comparatif des rendements obtenus dans les mêmes conditions opératoires lors des trois procédés d'extraction :.....	48
Tableau 6.6: Tableau comparatif des rendements obtenus pour l'extraction des HE de l'inule visqueuse par EVE et HD avec les travaux antérieurs.	49

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1: L'inule visqueuse.....	3
Figure 1.2: L'aspect général de l'inule visqueuse.....	4
Figure 1.3: Les feuilles de l'inule visqueuse.....	4
Figure 1.4: Résine protectrice sécrétée à partir de poils glandulaires sur la surface des feuilles de l'inule visqueuse	5
Figure 1.5: Les fleurs de l'inule visqueuse	5
Figure 2.1: Structure chimique de l'isoprène.....	15
Figure 3.1: Schéma type d'une installation d'entraînement à la vapeur d'eau avec cohobage.....	22
Figure 3.2: Évolution des températures de distillation de l'eau et l'huile essentielle, et du mélange « eau-huile essentielle » en fonction de la pression du milieu	25
Figure 3.3: Schéma type d'une installation d'hydrodistillation sans cohobage.....	26
Figure 3.4: Schéma type d'une installation d'hydrodiffusion.....	27
Figure 5.1: Dispositif de Dean et Stark pour la mesure du taux d'humidité.....	34
Figure 5.2: Dispositif expérimental d'entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle laboratoire.	36
Figure 5.3: Dispositif expérimental d'hydrodistillation à l'échelle laboratoire.....	38
Figure 6.1: Rendement total des différents essais d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau.	42
Figure 6.2: Rendement cumulé en huile essentielle extraite par entraînement à la vapeur d'eau	43
Figure 6.3: Rendement total des différents essais d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau	44
Figure 6.4: Rendement cumulé en huile essentielle extraite par entraînement à la vapeur d'eau	45
Figure 6.5: Influence de l'extraction par hydrodistillation utilisant les eaux de distillation et l'eau distillée sur le rendement en huile essentielle.	46
Figure 6.6: Influence du débit et du temps d'extraction sur le rendement lors de l'hydrodiffusion	47
Figure 6.7: Rendement des différentes techniques d'extraction sous les mêmes conditions opératoires	48

LISTE DES SYMBOLES ET ABRÉVIATIONS

HE	Huile essentielle
EVE	Entraînement à la vapeur d'eau
HD	Hydrodistillation
Hdiff	Hydrodiffusion
R	Rendement en huile essentielle en %
H	Taux d'humidité en %,
M	Masse de la matière végétale humide en g.
M_{HE}	Masse de l'huile essentielle récupérée en g
M_S	Masse de la matière végétale sèche en g

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A - PHOTOS DE QUELQUES ESPÈCES DU GENRE « INULA »	58
ANNEXE B - EXEMPLES DE QUELQUES MONOTERPÈNES	60
ANNEXE C - EXEMPLES DE QUELQUES SESQUITERPÈNES.....	60
ANNEXE D - EXEMPLES DE QUELQUES DITERPÈNES	61
ANNEXE E - EXEMPLES DE QUELQUES TRITERPÈNES	61
ANNEXE F - EXEMPLES DE QUELQUES COMPOSÉS AROMATIQUES.....	61

INTRODUCTION GÉNÉRALE

L'utilisation des plantes pour la nourriture, les soins, la religion et les rites spirituels remonte à la nuit des temps ; au fait, les égyptiens, les grecs et les perses les utilisaient pour leurs propriétés aromatisantes et médicinales...En plus de ces vertus médicinales et culinaires, elles occupent une place considérable dans la cosmétique et particulièrement dans la composition des parfums.

De nos jours, les scientifiques essaient de démontrer les vertus thérapeutiques de ces plantes et de déterminer leurs activités physico-chimiques et biologiques.

Parmi les plantes aromatiques et médicinales, nous nous sommes intéressées à l'*Inula viscosa* (L.) Aiton ou *Dittrichia viscosa* (L.) Greuter., en effet, cette plante s'est avérée d'un grand intérêt dans le domaine biologique depuis longtemps, ses huiles ont été utilisées pour leurs effets antipyrétique, anti-inflammatoire, antiseptique, ses activités antiphlogistiques et dans le traitement du diabète. Elle est récemment connue pour ses propriétés anti-oxydantes.

L'inule visqueuse est répartie sur tout le pourtour méditerranéen. Son huile essentielle (HE) et ses extraits ont fait l'objet de plusieurs travaux de recherches dans le monde, par contre son hydrolat a été jusqu'à présent très peu étudié.

Compte tenu de l'abondance de cette plante à Alger, nous en avons entrepris l'étude et ce dans le but de comparer les rendements de son huile essentielle par les différentes techniques et avec celles des autres régions d'Algérie dans le cadre de ce master.

Après une présentation de la matière végétale, nous présenterons des généralités sur les HE et les hydrolats, et les méthodes d'extraction à savoir l'entraînement à la vapeur d'eau (EVE), l'hydrodistillation (HD) et l'hydrodiffusion (Hdiff). Ensuite, nous exposerons les travaux antérieurs sur les HE de l'inule visqueuse.

La présente étude s'intéresse dans la partie expérimentale à l'étude de l'extraction des HE des feuilles (sèches ou fraîches) de l'inule visqueuse d'Alger par 3 techniques à l'échelle laboratoire : l'EVE, l'HD et l'Hdiff. Le dernier chapitre regroupe les résultats expérimentaux relatifs aux rendements en HE, ainsi qu'une comparaison des trois méthodes.

Dans une seconde étude dans le cadre du projet de fin d'étude [1], nous allons évaluer les propriétés antioxydantes et la teneur en polyphénols de ces HE et leurs hydrolats.

CHAPITRE 1 PRÉSENTATION DE LA MATIÈRE VÉGÉTALE

1.1 Introduction

Bien que peu connue en dehors de sa région d'origine de la Méditerranée et non promue commercialement, la plante médicinale « inule visqueuse » a été considérée depuis des milliers d'années comme l'une des plus importantes plantes médicinales en Algérie et autour du bassin méditerranéen.

Le nom du genre « inule », est dû à Carl Von Linné (1753). Le genre inule comprend une variété d'environ 90 espèces et appartient à la famille des Astéracées : une importante famille de plantes dicotylédones qui regroupent 20000 espèces. Ce sont des plantes herbacées vivaces, à feuilles alternes, capitules jaunes, contenant à la fois des fleurs tubuleuses et des fleurs ligulées, bractées en plusieurs séries de fleurs périphériques pistillées, à ligules tridentées, anthères sagittées à la base, à chaînes munis de côtes, aigrette simple. Elles ne demandent aucun soin particulier mis à part un sol sec et se propagent là où la terre ne reste pas trop mouillée.

Les inules sont largement utilisées dans la médecine traditionnelle : comme remède familial (tisane) au Japon ; comme diaphorèse en Europe, et comme agent thérapeutique pour la tuberculose et l'entrogastrique chronique en Taïwan et Chine. Elle a aussi des propriétés antiseptique, antibiotique, antispasmodique, anti-inflammatoire et antidiabétique [2-4].

Dans la médecine traditionnelle, les feuilles de l'inule visqueuse ont été utilisées dans le confinement des saignements, dans la réparation de fractures d'os et dans le traitement : des plaies, de l'ulcère, des douleurs articulaires, des infections des voies respiratoires, le pied d'athlète, de la peau dure et fissure, des hémorroïdes, des vers intestinaux, de la tension artérielle et du diabète, de maux de dos et des champignons de la peau [6].

1.2 Description botanique

1.2.1 Présentation de la plante

Cette plante, de 50 cm à 1 mètre de hauteur, croît en touffes et forme comme de petits buissons dans les endroits incultes, pierreux ou parmi les bois de pins, dans la région méditerranéenne, dont elle constitue une des espèces caractéristiques qui fleurissent abondamment pendant la saison sèche. Ses capitules jaunes, à fleurs en languettes rayonnantes, nombreux au

sommet de la tige et des rameaux, se montrent depuis la fin du mois d'août jusqu'au commencement d'octobre [7-9].



Figure 1.1: L'inule visqueuse

Les feuilles sont glanduleuses-visqueuses sur les deux faces, ondulées et dentées, rudes au toucher sur les bords, aiguës au sommet, embrassant à moitié la tige par leur base. L'involucre est à folioles très inégales ; les extérieures poilues et visqueuses sur leur face externe, membraneuses sur les bords ; les intérieures membraneuses, en pointe au sommet et ciliées sur les bords. Les fruits mûrs sont blanchâtres, velus, rétrécis en col vers leur sommet, surmontés d'une aigrette de poils doublée à la base par une couronne membraneuse finement crénelée.

C'est une plante vivace, exhalant une odeur forte, à tiges presque ligneuses dans leur partie inférieure, dressées, raides, très feuillées.

1.2.2 Classification botanique

Elle est connue au Maghreb sous les noms vernaculaires : Mersitt, Terhalâ, Mâgrâmân, Bagramane ou encore Amagramane.

Origine du nom : [7]

Inula : dérive du grec qui signifie « purifier » car certaines inules ont des propriétés diurétiques.

Viscosa : gluant, se reporte essentiellement à la substance collante qui se dégage des poils glandulaires.

Tableau 1.1: Classification botanique de l'inule visqueuse

Noms scientifiques	Famille	Genre	Ordre	Règne	Division	Classe
<i>Dittrichia viscosa</i> (L.) ; <i>Inula viscosa</i> (L.)	Astéracées	Dittrichia	Astérales	Plantae	Magnoliophyta	Magnoliopsida

1.2.3 Structure générale de la plante

➤ **Structure de la plante :** [7]

L'inule visqueuse se caractérise par une forme de croissance droite verticale à partir de la terre. Elle forme généralement plusieurs branches le long de la tige commune principale et chaque branche développe de nombreuses feuilles et de denses panicules de fleurs jaunes.



Figure 1.2: L'aspect général de l'inule visqueuse

Les grandes plantes matures peuvent prendre la forme d'un petit arbuste. La base de la tige devient ligneuse, épaisse et de couleur brun foncé, pouvant atteindre 30 cm de long. Sa surface possède des cheveux appelés poils glandulaires qui soutiennent des glandes ou des gonflements à leur bout.

➤ **Feuilles :**

Les feuilles ont une forme allongée, lancéolées avec un sommet pointu. Elles possèdent des dents pointues inclinées comme une scie. Les feuilles les plus grandes mesurent environ 70 mm x 18 mm. Elles sont caractérisées par un contour dentelé et des poils glandulaires qui libèrent une résine odoriférante et collante, qui peut être ressentie lorsque la face inférieure des feuilles est frottée [7].



Figure 1.3: Les feuilles de l'inule visqueuse



Figure 1.4: Résine protectrice sécrétée à partir de poils glandulaires sur la surface des feuilles de l'inule visqueuse

➤ **Fleurs :**

Les fleurs, de couleur brun lumineux, possèdent une odeur douce et aromatique. Elles sont constituées de nombreux pétales (entre 12 et 18) rayonnant autour de nombreuses et minuscules fleurs emballées assises sur un réceptacle commun. Le nombre de pétales dépend de la taille de la fleur variant entre 20 à 22 mm en moyenne. Les sépales sont au nombre de 30 à 40 en moyenne [7].



Figure 1.5: Les fleurs de l'inule visqueuse

➤ **Graines et fruits :**

Les graines, de couleur brun clair et de 2 mm de long, varient entre 40 et 50 par fruit (de couleur marron ou beige). Ayant une structure apicale de rayonnante aigrette (constituée d'environ 15 poils rigides non ramifiés de 5 mm de long), elles sont attachées à un réceptacle commun et en murissant, elles se détachent et se dispersent par le vent [7].

➤ **Parties souterraines :**

La partie souterraine est un système d'enracinement où il y a une principale racine descendante de la plante ayant une seule grande structure dominante d'où émerge un réseau de petites et longues racines [7].

1.3 Localisation

L'inule visqueuse se trouve surtout en région méditerranéenne sur les bords de chemins, les décombres, les terrains abandonnés, jachères, arrière dunes ou garrigues bien ouvertes. Elle affectionne les milieux fraîchement perturbés par des travaux ou le passage du feu. Elle se rencontre autant sur sols argileux que sableux. En Algérie, l'espèce est localisée en général dans les régions de moyenne altitude du tell [10].

1.4 Culture

Les inules ne se cultivent que dans les jardins de botanique, quoique quelques espèces soient assez remarquables pour entrer dans la décoration des jardins paysagers [11]. Dans un sol argileux, frais et ombragé ; la meilleure période pour planter l'inule est le début de l'automne avant l'arrivée des pluies. Les pluies automnales suffisent alors à l'arrosage, et il n'y a pas besoin de suivi d'irrigation.

1.5 Quelques espèces du genre « *Inula* » [8, 11-13]

– *Dittrichia graveolens* L. Greuter : C'est une plante entièrement poilue-glanduleuse, à odeur forte et assez désagréable, de 20 à 50 cm de hauteur. Ses fleurs jaunes se montrent depuis le mois d'août jusqu'au mois d'octobre. Les feuilles sont sans pétiole, allongées, étroites, entières, souvent un peu ondulées sur les bords. Les fleurs en languette ne sont pas rayonnantes ; elles sont assez peu nombreuses, à languette courte, dressée, dépassant peu l'involucre. Les fruits mûrs sont blanchâtres, velus, et sont surmontés d'une aigrette de poils. C'est une plante annuelle, à tige dressée, garnie de nombreux rameaux plus ou moins dressés, à racine principale développée [Annexe A].

– *Inula conyza* D.C. : C'est une grande plante de 40 cm à 110 cm de hauteur. Ses fleurs jaunes se montrent depuis le mois de juin jusqu'au mois de septembre. Les feuilles, couvertes de petits poils, sont plus ou moins ondulées et denticulées sur les bords, à contour en ellipse et aiguës au sommet. Les fruits sont surmontés d'une aigrette de poils disposés sur un seul rang sans couronne à la base. C'est une plante bisannuelle, d'un vert pâle, d'une odeur un peu fétide, à tige dressée, velue, très rameuse [Annexe A].

– *Inula crithmoides* L. : C'est une plante dont les tiges peuvent mesurer de 10 à 90 cm de longueur. Ses fleurs jaunes en languettes sont étalées-rayonnantes et beaucoup plus longues que l'involucre, et s'épanouissent en août et septembre. Les feuilles sont épaisses, étroites, allongées, entières ou présentant 3 dents à leur sommet. Les fruits sont velus et surmontés d'une aigrette

simple composée de poils d'une couleur roussâtre. C'est une plante vivace, à tiges, feuilles et bractées de l'involucre sans poils [Annexe A].

– ***Inula montana* L.** : C'est une plante de 10 à 40 cm, remarquable par ses feuilles blanches et soyeuses en dessous. Ses capitules de fleurs jaunes se montrent en juin et juillet. Les feuilles sont entières ou à peine denticulées sur les bords, couvertes en dessous de longs poils soyeux et, en dessus, de poils plus courts. Les fruits sont velus. C'est une plante vivace, à tige souterraine plus ou moins ligneuse et rameuse [Annexe A].

– **Inule à feuilles de Saule ou *Inula salicina* L.** : C'est une plante de 20 à 60 cm. Ses fleurs jaunes se montrent depuis la fin de juin à août. Ses feuilles, très étalées et parfois presque renversées, sont assez fermes mais non coriaces, sans poils ou avec quelques poils en dessous, rudes au toucher sur les bords. Les fruits sont sans poils et surmontés d'une aigrette simple formée de poils blanchâtres. C'est une plante vivace dont les tiges souterraines sont peu ligneuses et donnent des ramifications très allongées [Annexe A].

– **Inule britannique L.** : C'est une plante de 30 à 80 cm. Ses fleurs jaunes en languette étalées et rayonnantes, se montrent depuis juillet jusqu'à septembre. Les feuilles sont de consistance molle, allongées, aiguës, un peu velues, rudes au toucher sur les bords, embrassant la tige par leur base. Les fruits sont velus et surmontés chacun d'une aigrette simple. C'est une plante vivace, d'un vert assez sombre, plus ou moins couvertes de petits poils fins, allongés, articulés et renflés à leur base. La tige souterraine n'est pas ligneuse [Annexe A].

– ***Inula helenium* L.** : C'est une grande plante de 80 cm à 150 cm de hauteur. Ses capitules de fleurs jaunes, nombreuses, étalées et à languettes longues et étroites, s'épanouissent depuis juin jusqu'à septembre. Ses feuilles moyennes de plus de 6 cm de largeur en général, sans pétiole, vertes et un peu rudes sur la face supérieure, d'un blanc grisâtre et comme cotonneuses en dessous. Les fruits sont brunâtres ou d'un blond assez foncé ; ils sont à 4 angles plus ou moins nets et surmontés d'une aigrette roussâtre. C'est une plante vivace, à tige dressée, robuste, rameuse dans sa partie supérieure [Annexe A].

– **Inule hérissée ou *Inula hirta* L.** : C'est une plante de 10 à 50 cm. Ses capitules de fleurs jaunes, souvent rayées de rouge en dessous, sans poils, non glanduleuses et étalées-rayonnantes, s'épanouissent depuis mai jusqu'à juillet. Les feuilles sont d'un vert gai, de consistance coriace, rudes au toucher, velues et ciliées, entières ou vaguement dentées. Les fruits sont sans poils et surmontés par une aigrette simple formée de poils d'un blanc grisâtre. C'est une plante vivace, dont la tige florifère, simple, est couverte de poils articulés et renflés à leur base. La tige, très feuillée, porte, dans sa partie inférieure, des feuilles réduites à des écailles [Annexe A].

-
- ***Inula bifrons L.*** : C'est une plante de 30 à 90 cm. Ses fleurs jaunes s'épanouissent de juillet à septembre. Ses feuilles sont sans poils mais glanduleuses et visqueuses sur les deux faces, ondulées, denticulées et rudes sur les bords. Les fruits sont surmontés d'une aigrette de poils disposés sur un seul rang, et sans couronne à leur base ; ces fruits sont bruns à la maturité et couverts de petits poils raides sur leurs côtes longitudinales. C'est une plante bisannuelle à tige dressée, visqueuse, très rameuse, à racine principale développée [Annexe A].
 - ***Inula helenioides D.C.*** : C'est une plante entièrement velue-blanchâtre ou velue-grisâtre, de 20 à 50 cm. Ses fleurs jaunes, en languettes, étalées en dehors, étroites et allongées, s'épanouissent en juin et juillet. Les feuilles sont de consistance molle, denticulées sur les bords, à poils longs en dessous. Les fruits sont couverts de poils. C'est une plante vivace, dont les tiges florifères sont dressées, revêtues, comme les feuilles, de poils qui sont articulés et portent un renflement à leur base [Annexe A].
 - ***Inule dysentérique ou Inula dysentérica L.*** : C'est une plante de 30 à 60 cm. Ses fleurs jaunes épanouissent de juillet à septembre. Ses feuilles sont de consistance molle, plus longues que larges, ondulées ou vaguement dentées sur les bords, vertes et rudes en dessus, velues-blanchâtres et un peu cotonneuses en dessous. Les fruits mûrs sont bruns, velus et surmontés d'une aigrette rousse entourée à sa base d'une petite couronne membraneuse dentée. C'est une plante vivace, à tige souterraine épaisse et produisant de nombreux rameaux souterrains rougeâtres et portant des feuilles réduites à de petites écailles [Annexe A].
 - ***Inule odorante ou Inula odora L.*** : C'est une plante de 30 à 90 cm de long. Ses fleurs jaunes, étalées, rayonnantes et dépassant longuement l'involucre, s'épanouissent depuis août jusqu'à juin. Ses feuilles sont de consistance molle, sinuées et parfois dentelées sur les bords, courtement poilues en dessus, velues et comme laineuses en dessous. Les fruits mûrs sont blanchâtres, revêtus de poils courts, à aigrette rousse, doublée à la base par une couronne membraneuse dentelée. C'est une plante vivace dont la tige souterraine est renflée en tubercules, couverte de feuilles réduites à des écailles, d'une odeur assez prononcée, portant des racines adventives allongées et peu ou pas rameuses [Annexe A].
 - ***Inule de Vaillant ou Inula vaillantii L.*** : C'est une plante de 40 à 80 cm. Ses fleurs jaunes, sans poils, étalées-rayonnantes, se développent depuis juillet jusqu'à septembre. Les feuilles sont grisâtres et velues-cotonneuses en dessous, vertes et garnies de petits poils en dessus ; elles sont nombreuses le long de la tige, entières ou vaguement dentées, aiguës et en pointe à leur sommet. Les fruits sont sans poils et surmontés d'une aigrette simple formée de poils blanchâtres. C'est une plante vivace, à tige florifère dressée, ferme, poilue, assez souvent très ramifiée dans sa partie supérieure [Annexe A].

-
- **Inule tubéreuse ou *Inula tuberosa* Lam. :** C'est une plante de 10 à 40 cm. Ses fleurs jaunes, en languette, peu nombreuses, fleurissent depuis juin jusqu'à août. Les fruits sont d'un gris brun à la maturité, très velus, non glanduleux à leur partie supérieure ; ils portent une aigrette rousse doublée en dehors et à sa base par une petite aigrette supplémentaire formée de poils courts. C'est une plante vivace, à tige souterraine noire et renflée en tubercule [**Annexe A**].
 - **Inule des rochers ou *Inula saxatilis* Lam. :** C'est une plante, de 10 à 30 cm, d'un vert un peu glauque, entièrement glanduleuse et visqueuse. Ses fleurs jaunes s'épanouissent en juillet et août. Les feuilles sont sans pétiole, un peu fermes, entières et très aiguës. Les fruits sont blanchâtres ou jaunâtres et surmontés d'une aigrette double, de couleur rousse, l'aigrette extérieure étant formée de poils beaucoup plus courts que ceux de l'aigrette intérieure ; les parois du fruit sont garnies de poils raides sauf au sommet où elles sont glanduleuses. C'est une plante vivace à tige souterraine ligneuse, épaisse et renflée [**Annexe A**].
 - **Inule de Sicile ou *Inula sicula* N :** C'est une plante, de 30 à 60 cm. Ses fleurs jaunes, en languette très courte, se montrent en août et septembre. Ses feuilles embrassent un peu la tige par leur base ; elles sont velues en dessous, couvertes de petits poils et rudes au toucher sur la face supérieure. Les fruits mûrs sont blanchâtres et velus et sont surmontés à leur sommet par une aigrette de poils qui est entourée à la base par une petite couronne membraneuse, souvent fendue. C'est une plante annuelle à tige dressée, à rameaux grêles portant de petites feuilles qui deviennent peu à peu des bractées placées sur les ramuscules qui portent directement les capitules [**Annexe A**].
 - **Inule à feuilles de Spirée ou *Inula spiraeifolia* L. :** C'est une plante de 20 à 70 cm. Ses fleurs jaunes, en languette, étroites et rayonnantes, s'épanouissent en juillet et en août. Les feuilles sont serrées, dressées, sans poils, mais bordées de petits cils épineux, assez coriaces, rudes au toucher. Les fruits sont sans poils, et surmontés d'une aigrette simple formée de poils un peu grisâtres. C'est une plante vivace, dont la tige florifère, non rameuse sauf au sommet, est anguleuse dans sa longueur et porte dans sa partie inférieure des feuilles réduites à des écailles [**Annexe A**].

CHAPITRE 2 LES HUILES ESSENTIELLES ET LES HYDROLATS

2.1 Les huiles essentielles

2.1.1 Historique

Les végétaux furent pendant des millénaires utilisés pour combattre les maladies. L'un des premiers « ouvrages », traitant de leurs propriétés, a été rédigé en Chine, environ 1 500 ans avant J. C., intitulé Pen Tsao. Les plantes aromatiques étaient brûlées, ou mises à infuser ou à macérer dans des huiles végétales [14].

Les premières extractions d'HE sont difficiles à dater précisément. Depuis des millénaires, les aromates, les baumes et les résines sont utilisés pour l'embaumement, les cérémonies religieuses ou les sacrifices. Cependant, aucun document ne permet de conclure à la préparation de véritables HE. Les Hindous ont maîtrisé la fermentation et obtenu des huiles à partir d'appareils de distillation rudimentaires.

En Egypte, l'utilisation de baumes et résines aromatiques remonte à l'époque des pharaons. Les grands prêtres et médecins égyptiens ont transcrit leurs connaissances sur des papyrus qui ont ensuite été diffusées par les médecins grecs de la Rome antique et par Hippocrate [15].

Les Perses ont fabriqué des parfums et ont utilisé l'essence de térébenthine. Les romains eux, ont connu les HE sous forme de graisse aromatique ou d'huile parfumée.

Au I^{er} siècle après JC, on a trouvé des ouvrages de Dioscoride et Galien, médecins grecs, qui ont légué ainsi leurs connaissances sur les plantes aromatiques.

L'étape byzantine de la civilisation a permis l'instauration des bases de la distillation et, avec l'ère arabe de la civilisation, l'HE devient un des principaux produits de commercialisation internationale. Ainsi, vers l'an 1000, Avicenne, médecin et scientifique persan, a défini précisément le procédé d'EVE. L'Iran et la Syrie deviennent les principaux centres de production de divers types d'extraits aromatiques [16].

Vers 1200, les arabes ont inventé le premier alambic digne de ce nom pour distiller les plantes aromatiques, apporté à l'Europe durant les invasions arabes et les croisades.

La première description de distillation d'HE a été faite par Arnold Villanova de Bachuone au XIII^e siècle pour la térébenthine et le romarin. Au début du XIV^e siècle, les appareils de

distillation ont fait leur apparition dans les laboratoires médicaux et alchimiques et furent perfectionnés. Au XV^e siècle, de nombreuses HE ont été distillées.

Après bien des ouvrages sur l'art de la distillation, il a fallu en effet attendre le "Liber de distillatione" écrit par Giovanni Battista Della Porta en 1563 pour spécifier clairement les huiles grasses, les HE et la manière de séparer les essences des eaux distillées aromatiques. Ce n'est de fait qu'au cours des XVI^e et XVII^e siècles que les HE ont reçu leurs premières applications en tant que telles et leur introduction dans le commerce.

À partir du XIX^e siècle, plusieurs principes actifs odorants des HE furent isolés, d'où leur utilisation spécifique. C'est dans les années 1930 que le chimiste français René Maurice Gattefosse utilisa le terme d'« aromathérapie » pour désigner les pratiques médicales utilisant les HE. Faisant des recherches en parfumerie, il constata sur lui-même, après un accident de laboratoire, que l'HE de lavande avait des propriétés antiseptiques et cicatrisantes [17].

Durant la guerre de 1939-1945, le Dr. Jean Valnet a guéri les blessures de guerre en utilisant des HE. Les notions curatives des HE sont vulgarisées par son premier livre, publié en 1964 : « L'aromathérapie, traitement des maladies par les essences des plantes ».

Grâce à des thérapeutes persévérants et non traditionalistes, la science des HE a vu son développement s'accroître dans la deuxième moitié du XX^e siècle.

Aujourd'hui, nous reconnaissons que les HE sont de plus en plus utilisées, aussi bien dans les parfums que dans les produits cosmétiques ou dans les spécialités pharmaceutiques, mais également en alimentaire comme agents de saveur.

2.1.2 Qu'est-ce qu'une huile essentielle ?

Le terme « huile essentielle » a été inventé au 16^{ème} siècle par le médecin suisse Parascelsus Von Hohenheim pour désigner le composé actif d'un remède naturel [18].

D'après William Naves (1874—1936), les HE sont « des mélanges de divers produits issus d'une espèce végétale, ces mélanges passent avec une certaine proportion d'eau lors d'une distillation effectuée dans un courant de vapeur d'eau » [19].

En 1965, la 8^{ème} édition de la pharmacopée française a défini une « essence » ou « huile volatile », comme étant « un produit de composition généralement assez complexe renfermant les principes volatils contenus dans les végétaux et plus ou 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 à essences ou de certains de leur organes, et le procédé par expression ». Depuis la neuvième édition en 1972, la pharmacopée n'utilise plus que le terme : « huile essentielle » [20].

Depuis février 1998, la norme AFNOR NF T-75-006 la définit comme étant un produit généralement odorant obtenu soit par EVE de végétaux ou de partie de végétaux, soit par expression de péricarpe frais de certains hespéridés. L'HE est ensuite séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques [21, 22].

L'HE est actuellement définie à la fois par l'Agence nationale de sécurité du médicament et des produits de santé (ANSM) pour les usages pharmaceutiques et cosmétiques et par l'AFNOR/ISO pour les usages aromatiques et alimentaires.

Selon l'ANSM, c'est un « produit odorant, généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par EVE, soit par distillation sèche¹, ou par un procédé mécanique approprié sans chauffage. L'huile essentielle est le plus souvent séparée de la phase aqueuse par un procédé physique n'entraînant pas de changement significatif de sa composition ». C'est la définition adoptée par la Commission de la Pharmacopée Européenne en 2008 [24, 25].

Selon la norme ISO 9235 : 1997, *Matières premières aromatiques d'origine naturelle – vocabulaire*, une HE est définie comme un « produit obtenu à partir d'une matière première d'origine végétale, après séparation de la phase aqueuse par des procédés physiques : soit par EVE, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe des Citrus, soit par distillation sèche. » [26,27].

2.1.3 Localisation des huiles essentielles dans la plante

Parmi les 500 000 espèces végétales, 10% seulement synthétisent et secrètent des quantités d'essence aromatique [28, 29].

Les HE peuvent être stockées dans tous les organes des plantes aromatiques [16, 30-34] ; en revanche toutes les parties d'une même plante ne sont pas utilisées pour en extraire les HE [20], [35].

¹ **Huile essentielle obtenue par distillation sèche** : huile essentielle obtenue par distillation des bois, écorces ou racines, sans addition d'eau ou de vapeur d'eau [23].

Les HE sont produites dans le cytoplasme des cellules sécrétrices et s'accumulent en général dans des cellules glandulaires spécialisées, situées en surface de la cellule et recouvertes d'une cuticule. Ensuite, elles sont stockées dans des structures histologiques spéciales, différenciées et variables suivant la famille. Ces structures sont localisées soit à la surface des différents organes de la plante, sites exogènes, soit dans des canaux ou poches, sites endogènes [28, 36-38].

2.1.4 Teneur en huiles essentielles

Le teneur en HE dépend de la plante, mais aussi des saisons, des variétés, etc. Elle est en général faible, de l'ordre de 1 à 3 % [28, 36] à l'exception du clou de girofle (14 à 19 %), du macis (10 à 13 %), de la noix de muscade (8 à 9 %) et de la cardamome (4 à 10%) [39]. Ces faibles rendements justifient la forte valeur ajoutée des HE sur le marché international.

2.1.5 Propriétés physiques et chimiques des huiles essentielles

Malgré leurs différences de constitution, les HE possèdent un certain nombre de propriétés physiques et chimiques en commun.

Ce sont généralement des liquides à la température ambiante. Elles sont volatiles d'où la possibilité de les obtenir par EVE. Leur volatilité augmente avec la température. Leur densité est le plus souvent inférieure à 1 et elles possèdent des indices de réfraction généralement élevés et des températures d'ébullition dans l'intervalle de 120 à 260 °C.

Peu solubles dans l'eau, elles lui communiquent cependant leur odeur ; elles sont solubles dans les alcools de titres élevés, dans les huiles végétales et dans la plupart des solvants organiques. Elles s'oxydent facilement à la lumière et se résinifient en absorbant l'oxygène en même temps que leur odeur se modifie, leur point d'ébullition augmente et leur solubilité diminue ; elles sont donc de conservation limitée. Elles réagissent avec le chlore, le brome, l'iode avec dégagement de chaleur et peuvent se combiner avec l'eau pour former des alcools.

Elles sont généralement incolores. Il existe cependant quelques exceptions, comme les HE à azulène qui sont bleues.

2.1.6 Facteurs influençant la qualité des huiles essentielles

Des travaux de recherche ont montré que la composition chimique des HE de certaines plantes et donc sa qualité, dépend d'un grand nombre de facteurs naturels ou technologiques.

- **Origine botanique :** La composition chimique de l'HE, extraite d'un même organe de deux plantes différentes, varie en fonction de l'espèce productrice [40, 41]. Biochimiquement différents, deux chémotypes présenteront non seulement des activités thérapeutiques différentes mais aussi des toxicités très variables. Charchari [42] a démontré que le rendement en HE et la teneur en principaux constituants de l'HE de *Artemisia Herba-Alba* Asso récoltée en Algérie diffèrent selon le lieu de végétation de la plante.
- **Organe producteur :** Chez une même espèce, le rendement et la composition biochimique de l'HE varient en fonction de la partie ou de l'organe de la plante à partir de laquelle est extraite [43].
- **Stade de développement botanique :** La qualité biochimique de l'HE est différente selon le stade de développement botanique de la plante comme la floraison, c.-à-d. selon que la distillation aura lieu à partir de plantes collectées avant, après ou pendant la floraison.
- **Conditions de croissance :** Le changement de situation géographique (altitude et latitude), la variation de la nature du sol, le climat et les conditions de croissance sont des paramètres qui modifient la composition biochimique d'une HE d'une même plante [44].
- **Qualité du végétal :** Les caractéristiques chimique, physique et biochimique de l'HE sont influencées par la lumière et la température ; les plantes doivent alors être séchées à l'air et à l'ombre [43]. Elles dépendent aussi de l'état de fraîcheur du végétal et du temps écoulé entre la récolte et l'extraction. Un stockage de la plante pendant 24 heures suffit pour induire des changements sensibles de composition ; la perte des composés les plus volatils peut être importante : Tucarov [45] note la disparition de 15% de produits volatils dans le végétal après 3 mois de stockage et de 80% après neuf années. Par conséquent, il est plus intéressant d'extraire les HE ou de préparer des extraits à partir de matériel végétal fraîchement récolté, n'ayant subi aucune dégradation par la chaleur ou l'oxygène de l'air.
- **Mode d'extraction :** La composition de l'HE est influencée par le procédé d'extraction notamment par la distillation. En effet, les conditions de température et de pression entraînent des phénomènes d'oxydation et/ou d'hydrolyse des composés chimiques qui la constituent. Il est donc important de procéder à une distillation à basse température et à basse pression qui permettra à l'HE de conserver sa qualité aromatique totale.
- **Influence de la lumière, du pH et de la cinétique au cours des procédés d'extraction :** La lumière a une action plus marquée sur les produits d'extraction que sur le végétal. Au cours de

l'HD, l'eau, l'acidité et la température peuvent induire hydrolyses, déprotonations, hydratations et cyclisation, mais aussi réarrangements, isomérisations, racémisations, oxydations, etc... et ce d'autant plus que la distillation est longue et le pH acide [46].

Toutes ces observations montrent les difficultés que l'on peut rencontrer lors de la préparation et de la conservation des HE. Aussi, pour assurer la qualité de celles-ci, il est donc nécessaire de définir et de contrôler tous les paramètres depuis la culture du végétal jusqu'à l'obtention du produit final.

2.1.7 Composition chimique des huiles essentielles

L'étude de la composition chimique des HE révèle qu'elle est généralement très complexe d'un double point de vue, à la fois par le nombre élevé de constituants présents et surtout par la diversité considérable de leurs structures. Elles comprennent deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques distinctes : les terpénoïdes et les composés aromatiques dérivés du phénylpropane.

La structure des composés des huiles essentielles est constituée d'un squelette hydrocarboné, constituant une chaîne plus ou moins longue avec un ou plusieurs sites fonctionnels (oxygénés, azotés ou soufrés) semblables ou différents [47].

2.1.7.1 Les terpénoïdes :

Dans le cas des HE, seuls les terpènes les plus volatils, de formule générale $(C_5H_8)_n$ sont observés [48].

Ils constituent une classe de composés d'origine naturelle présente surtout dans le règne végétal. Ce sont des hydrocarbures de structures très diverses : acycliques, monocycliques, bicycliques..., portant parfois différentes fonctions. Les composés terpéniques sont issus d'une voie métabolique secondaire de l'acide mévalonique et sont formés de l'assemblage de deux ou plusieurs unités d'isoprène ou 2-méthyl-buta-1,3-diène [figure 2.1].

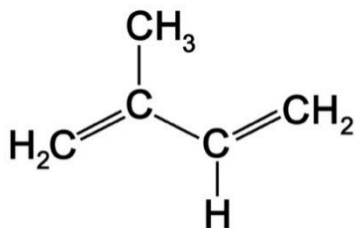


Figure 2.1: Structure chimique de l'isoprène

Ils sont appelés aussi isoprénoïdes car leur dégradation thermique libère le gaz isoprène [49]. Les unités isopréniques s'associent entre elles pour conduire à une chaîne hydrocarbonée insaturée qui sera modifiée secondairement par oxydation, par réduction ou par élimination de carbone, ce qui explique la multiplicité des isoprénoïdes. Les HE contiennent principalement des monoterpènes (C10), quelques sesquiterpènes (C15), et rarement des diterpènes (C20).

Les monoterpènes :

Les monoterpènes sont des hydrocarbures aliphatiques, saturés ou insaturés, souvent volatils, aromatiques et biologiquement actifs [48]. Ils comportent deux unités isoprène (C₅H₈), et peuvent être acycliques, cycliques ou aromatiques. À ces terpènes se rattachent un certain nombre de produits naturels à fonctions chimiques spéciales. Parmi les terpènes monocycliques, on distingue les dérivés des hydrocarbures en C₁₀H₁₆, en C₁₀H₁₈ et en C₁₀H₂₀ [48]. Les terpènes bicycliques ont une double liaison entre deux cycles ayant 2, 3 ou 4 atomes de carbone communs [Annexe B].

Les sesquiterpènes :

Les sesquiterpènes sont des dérivés hydrocarbures en C₁₅H₂₂. Il s'agit de la classe la plus diversifiée des terpènes qui se divisent en plusieurs catégories structurales (acycliques, bicycliques et tricycliques). Ils se trouvent sous forme d'hydrocarbures ou sous forme d'hydrocarbures oxygénés [Annexe C].

On rencontre aussi les diterpènes (dérivés d'hydrocarbures en C₂₀), les triterpènes (des composés en C₃₀ aliphatiques, tétracycliques ou pentacycliques), très répandus dans les résines [Annexe D et E], ainsi que les polyterpènes composés d'un grand nombre d'unités d'isoprène.

2.1.7.2 Les composés aromatiques :

Contrairement aux dérivés terpéniques, les composés aromatiques sont moins fréquents dans les HE. Ils sont néanmoins importants sur le plan qualitatif et quantitatif chez certaines espèces. Très souvent, il s'agit d'allyle et de propénylphénol. Ils sont généralement responsables des caractères organoleptiques des HE [Annexe F].

2.1.8 Activités biologiques des huiles essentielles

De nombreuses études ont montré que l'activité biologique d'une HE dépend de sa composition chimique, la nature des structures chimiques des composés majoritaires et leurs

proportions ainsi que les effets synergiques entre les composants [47,50]. De ce fait, elles présentent plusieurs principales propriétés thérapeutiques.

- **Propriétés antibactériennes** : Les phénols, les monoterpénols, les aldéhydes et les cétones présents dans les HE possèdent une activité antibactérienne et stimulent les défenses naturelles [51].
- **Des propriétés antifongiques** : Les HE ou leurs composés actifs pourraient être employés comme agents de protection contre les champignons phytopathogènes [52] et les microorganismes envahissant les denrées alimentaires [53].
- **Des propriétés antiseptiques** : Plusieurs études ont montré que les HE, particulièrement les terpènes et les aldéhydes, sont réputées pour leurs propriétés désinfectantes et antiseptiques et capables de s'attaquer aux microbes en les tuant (effet bactéricide) et en arrêtant la prolifération (effet bactériostatique).
- **Des propriétés antiparasitaires** : Les phénols, les alcools monoterpéniques et les oxydes présentent une action contre les parasites et sont efficaces pour protéger des attaques des insectes [51].
- **Des propriétés antivirales** : Plus d'une dizaine d'HE ont des propriétés antivirales : elles arrêtent le développement des virus et facilitent l'élimination du mucus tout en stimulant le système immunitaire [51].
- **Des propriétés anti-inflammatoires** : Les aldéhydes contenus dans un grand nombre d'HE ont la propriété de combattre les inflammations.
- **Calmant et facilitant le sommeil** : Les aldéhydes terpéniques, les éthers, les esters et les alcaloïdes terpéniques facilitent grandement l'induction du sommeil.
- **Des propriétés antioxydantes** : Les phénols et les polyphénols possèdent un pouvoir antioxydant.
- **Des propriétés cicatrisantes** : Les HE ont le pouvoir de régénérer les tissus qui ont été abimés et de favoriser la cicatrisation des blessures.
- **Des propriétés circulatoires** : De nombreuses huiles essentielles ont la capacité d'activer la circulation sanguine, de réduire les hémorroïdes et de soulager les jambes lourdes.
- **Des propriétés antiarythmiques** : Certains esters sont de bons régulateurs cardiaques.
- **Des propriétés digestives** : Certaines HE sont efficaces contre la formation de gaz au niveau abdominal et d'autres favorisent la formation des sucs gastriques nécessaires à une bonne digestion.
- **Des propriétés de régulation métabolique** : Les HE ont la capacité de réguler les mécanismes complexes de fonctionnement des glandes.
- **Des propriétés antispasmodiques** : Les HE peuvent arrêter les spasmes aussi bien au niveau rénal qu'au niveau des viscères.
- **Des propriétés désodorisantes et purifiantes** : Les HE diffusées régulièrement dans l'atmosphère parfument et assainissent l'air. En effet, elles occupent une place importante dans l'élimination des odeurs [54] et sont particulièrement efficaces dans l'élimination de l'acide sulfhydrique, l'ammoniaque, les amines, les mercaptans et le dioxyde de soufre.

2.1.9 Rôle des huiles essentielles dans la plante

Nous ne savons pas exactement ce que représentent les HE pour le règne végétal, cependant, plusieurs hypothèses ont été avancées sur ce sujet. Pour certains auteurs, les HE auraient un rôle attractif vis-à-vis des insectes et favoriseraient donc la pollinisation [55]. Pour d'autres, elles constituent un moyen de défense contre les prédateurs (microorganismes, champignons, insectes, herbivores) en modulant les comportements de ceux-ci vis-à-vis des plantes.

Les constituants des HE sont considérés comme des modérateurs des réactions d'oxydation intramoléculaire protégeant la plante contre les agents atmosphériques. Certains de ces composés se comportent aussi comme source d'énergie à la suite d'une baisse de l'assimilation chlorophyllienne [56].

Enfin, les huiles volatiles ont en réalité un rôle de mobilisateur d'énergie lumineuse et de régulateur thermique au profit de la plante. Elles régulent la transpiration diurne en absorbant les rayons ultraviolets par leurs constituants insaturés [57].

2.1.10 Toxicité des huiles essentielles

La toxicité chronique des HE est assez mal connue ; on connaît par contre beaucoup mieux le risque de toxicité aiguë lié à une ingestion massive. Les HE doivent être prises à bon escient et à doses adaptées afin d'éviter de dommageables effets secondaires notamment chez les bébés et les enfants, les personnes âgées et les femmes enceintes ou allaitantes.

La toxicité provient de la présence de certaines molécules aromatiques pour lesquelles des risques ont été identifiés suite à des tests :

- Les cétones présentent une neurotoxicité et un risque abortif, induisent des crises épileptiformes et tétaniformes, des troubles psychiques et sensoriels nécessitant l'hospitalisation [58].
- La causticité des phénols est particulièrement tournée vers la peau et le foie. Ces huiles essentielles à phénols ne s'utiliseront que par voie orale.
- Les furocoumarines et pyrocoumarines peuvent provoquer, sous l'effet prolongé du soleil, des réactions érythémateuses susceptibles de favoriser la carcinogénèse et l'accélération de la mélanogénèse.
- L'absorption orale d'HE riches en monoterpènes sur de longues périodes peut enflammer et détériorer à terme les néphrons [59, 60].

Ainsi, il faut bien choisir l'HE, la dose, la durée et la voie d'administration.

2.1.11 Conservation et stockage des huiles essentielles

Les HE doivent être soigneusement conservées : à basse température entre 8 °C et 25 °C, dans l'obscurité et dans un récipient opaque. Un jet d'azote dans le récipient est recommandé afin d'éviter d'éventuelle altération causée par l'oxygène de l'air. Elles doivent être conservées entre 2 et 5 ans [61].

2.2 Les hydrolats

2.2.1 Introduction

Lors du processus d'obtention des HE par EVE, un sous-produit se forme à partir de l'eau ayant servi à l'extraction des molécules odorantes. Ce produit est l'hydrolat ou *hydrosol* en anglais. Au cours de la distillation, la vapeur d'eau traverse la matière végétale puis se condense au contact des parois froides d'un réfrigérant. L'eau se dissocie alors spontanément de l'HE du fait de leur non miscibilité tout en conservant une petite portion des composés volatils de l'HE. Malgré cette faible concentration en principes actifs, les hydrolats présentent certaines propriétés intéressantes [62]. Avec le regain d'intérêt actuel pour les médecines alternatives, les hydrolats sont aujourd'hui de plus en plus utilisés pour leurs vertus thérapeutiques. Malgré cet engouement, les chercheurs ne s'y intéressent que très peu. Il existe donc un réel manque de données scientifiques dans ce domaine. Pourtant, la faible toxicité et la nature chimique des hydrolats en font un produit original, intéressant à étudier comme en témoignent les rares publications parues à leur sujet.

2.2.2 Qu'est ce qu'un hydrolat ?

C'est un distillat aqueux qui subsiste après l'EVE de la plante entière ou d'une partie de celle-ci à faible pression et pendant une durée précise, après la séparation de l'HE. Selon la plante distillée, la quantité d'hydrolat sera variable et son odeur acquiert son maximum un à deux mois après sa distillation [63].

L'origine du terme vient du latin « hydro » qui signifie « eau » et du « lat, » du vieux français qui désignait « le lait ». C'est à cause de son apparence trouble quelques temps après la distillation que l'hydrolat a été assimilé au lait.

2.2.3 Conservation des hydrolats

Les hydrolats peuvent se conserver pendant un an dans des flacons entreposés à l'abri de la lumière, à une température ambiante ne dépassant pas 15 °C. Une fois entamés, il est recommandé de les utiliser dans les plus brefs délais et de ne plus les conserver.

2.2.4 Composition chimique des hydrolats

Les hydrolats contiennent les molécules chimiques des HE, mais de façon dissoute [64]. Ils retiennent en solution les principes actifs hydrophiles (solubles dans l'eau) mais aussi quelques fractions de produits hydrophobes telle qu'une très faible quantité d'HE (0,2 ml d'HE par litre d'hydrolat) microdispersée ainsi que des oligo-éléments et les mucilages.

La composition des hydrolats s'éloigne donc de celle des HE : les molécules oxygénées hydrophiles s'y trouvent en grandes quantités alors que les composés lipophiles comme les hydrocarbures terpéniques sont la plupart du temps quasi absents [62].

Pour pouvoir effectuer l'analyse de la composition chimique des hydrolats par CPG/SM, il est nécessaire de « concentrer » l'hydrolat avant l'injection, en procédant à une extraction liquide-liquide avec un solvant organique tel que le chloroforme. D'après l'étude faite par Jeannot et al. en 2003 sur les différences entre la composition de l'HE et celle de l'hydrolat d'*Origanum compactum*, on constate qu'au total, 29 composés ont été détectés et identifiés dans l'HE et seulement huit dans l'hydrolat (aussi présents dans l'HE) [65] : il n'y a donc pas de composés spécifiques à l'hydrolat.

2.2.5 Activités biologiques des hydrolats.

– **Activité antibactérienne :**

Des chercheurs de l'Université d'Isparta en Turquie se sont intéressés au potentiel antibactérien d'hydrolats issus d'épices de Turquie : épices de romarin, de basilic, d'origan et d'anis [66]. L'étude a été réalisée sur plusieurs bactéries pathogènes (*Escherchia coli* ATCC 25922, *Salmonella enteritidis*, *Staphilococcus aureus* ATCC 2392, etc.). Les hydrolats d'origan et de sarriette ont montré une activité bactériostatique très intéressante. Les hydrolats de thym noir, de cumin puis d'anis ont également montré une activité intéressante contre certaines bactéries. La forte activité bactériostatique des hydrolats de sarriette et d'origan est due à la présence de carvacrol et de thymol, qui sont deux phénols monoterpéniques connus pour leur activité antibactérienne.

Ces résultats ouvrent une perspective intéressante dans le domaine de l'alimentaire, de la cosmétique et de la pharmaceutique dans la mesure où les agents de conservation chimiques pourraient être remplacés par des hydrolats tant que l'impact organoleptique de ceux-ci demeure acceptable.

– **Activité antifongique :**

Les activités antifongiques des hydrolats de cinq épices (romarin, cumin, sarriette, échinophore et basilic) ont été évaluées *in vitro* sur des espèces de champignons phytopathogènes (*Rhizoctonia solani*, *Fusarium oxysporum* f.sp *tulipae*, *Botrytis cinerea* et *Alternaria citri*) par des chercheurs de l'Université de Selcuk en Turquie [67]. L'hydrolat de sarriette a montré l'activité antifongique la plus intéressante sur l'ensemble des champignons testés suivi de l'hydrolat d'échinophore puis de cumin.

Cette étude suggère que ces hydrolats pourraient être exploités dans certains secteurs comme l'agroalimentaire ou la cosmétique comme agents antifongiques naturels.

CHAPITRE 3 LES TECHNIQUES D'EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES

3.1 Historique

Depuis longtemps, les hommes avaient cherché le moyen de séparer les éléments huileux des produits aromatiques. Ils réussirent en soumettant la matière à l'action de la chaleur. Les substances aromatiques étaient transformées en vapeur ; il suffisait de les recueillir et de les refroidir pour les obtenir sous forme liquide. Ce procédé qui se faisait à feu nu, prit le nom de distillation [68].

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 égyptiens utilisaient une technique d'enfleurage ou de diffusion de molécules aromatiques sur divers supports gras, en Asie, les décoctions et tisanes étaient préférées.

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'HD et l'EVE furent utilisés dès la renaissance pour extraire l'HE d'une grande partie de végétaux [69].

Différentes méthodes sont actuellement mises en œuvre pour l'extraction de ces produits aromatiques et selon la technique utilisée, l'extraction permet d'obtenir des HE, des pommades, des concrètes, des absolues, des résinoïdes ou des infusions.

Dans ce chapitre nous présentons une brève description de quelques techniques d'extraction des HE, à savoir : l'EVE, l'HD et l'Hdiff.

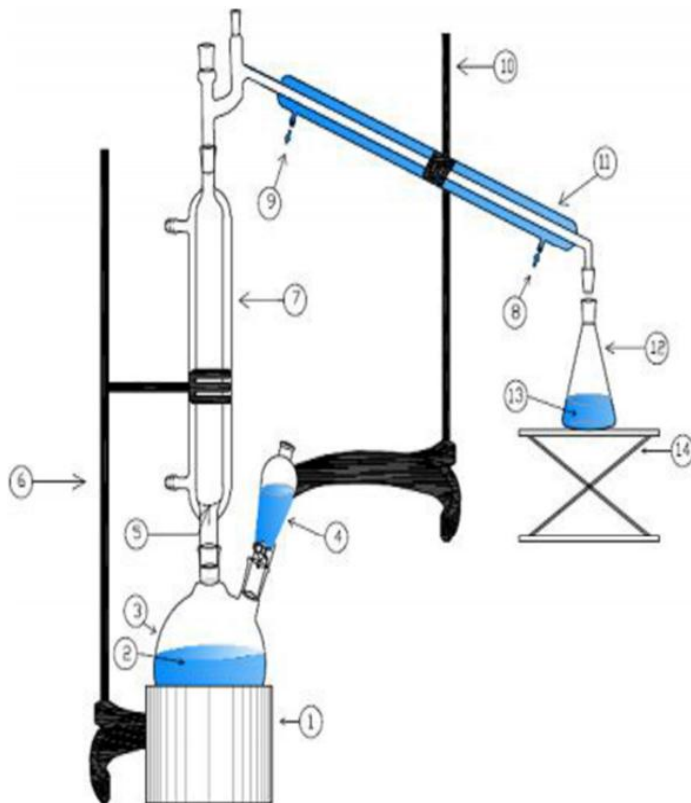
3.2 Entraînement à la vapeur d'eau

L'EVE est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des HE des plantes aromatiques. Elle a pour but d'entraîner avec la vapeur d'eau les constituants volatils des produits bruts [70].

Cette technique d'extraction des HE est basée sur l'existence d'un azéotrope de température d'ébullition inférieure aux points d'ébullition des deux composés, l'HE et l'eau, pris séparément. Ainsi, les composés volatils et l'eau distillent simultanément à une température inférieure à 100 °C sous pression atmosphérique [70].

A la différence de l'HD, cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter [71]. La vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au dessus d'une grille perforée dans l'alambic, engendrant ainsi l'éclatement des cellules et la

libération de l'HE qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange « eau + HE ». Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique.



- 1) Chauffe-ballon
- 2) Solvant (eau)
- 3) Ballon
- 4) Ampoule à couler
- 5) Distributeur de vapeur
- 6) Support de l'extracteur
- 7) Extracteur contenant la matière végétale
- 8) Entrée d'eau
- 9) Sortie d'eau
- 10) Support du réfrigérant
- 11) Réfrigérant
- 12) Récipient de recette (Erlenmeyer/ ampoule à décanter)
- 13) Distillat
- 14) Support élévateur

Figure 3.1: Schéma type d'une installation d'entraînement à la vapeur d'eau avec cohobage

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 [69]. Cependant, la distillation est très délicate pour éviter l'altération des constituants chimiques. Elle exige une très bonne maîtrise de la température, de la pression, ainsi que de la durée de distillation. La qualité de l'eau de distillation est également fondamentale.

La durée d'extraction fournit des informations sur la localisation de l'HE à l'intérieur de la plante. Ainsi les plantes dans lesquelles l'HE est située dans des glandes exogènes auront un temps d'extraction relativement court, tandis que celles dans lesquelles l'HE est située dans des glandes endogènes auront un temps d'extraction plus long.

La température du distillât est liée à la solubilité et à l'évaporation de l'HE, dont il faut tenir compte pour le choix d'une température convenable. La récupération complète de l'HE des eaux de condensation dépend donc de la température du distillât recueilli à la sortie du condenseur. En

augmentant celle-ci la densité de l'HE diminue plus rapidement que celle de l'eau, et par conséquent, la séparation est améliorée, mais les risques d'évaporation et de solubilité sont alors importants. Il faudra donc en tenir compte et choisir un compromis entre ces deux paramètres, en tenant compte d'autres facteurs comme la nature de l'huile à extraire [69, 71].

✓ MÉCANISME :

Les phénomènes régissant l'EVE sont complexes et peu connus à ce jour. Les échanges de matière à travers les tissus de la plante dépendent de la perméabilité de ces derniers. Des études microscopiques semblent prouver que les parois cellulaires sont imperméables et emprisonnent les HE, aux températures ordinaires. Seule une faible quantité de composés volatils arrive à s'échapper. Au cours de l'EVE, les conditions de température et de pression augmentent considérablement le mouvement des molécules dans la plante.

Tous les travaux semblent se référer à la théorie de Von Rochenberg [72] reprise par Guenther [73], dans son ouvrage sur les HE. Selon Von Rochenberg et Guenther, le mode de récupération des HE à partir des cellules végétales, au cours de l'EVE, suit deux processus : l'osmose et/ou la diffusion.

Selon cette théorie, à la température d'ébullition de l'eau, une partie de l'huile volatile est entraînée par la vapeur d'eau ayant diffusée à l'intérieur des glandes par osmose à travers la membrane cellulaire. La solution résultante « HE-eau », exerçant une pression osmotique, s'infiltrera, à son tour, à travers les pores élargies de la paroi cellulaire gonflée et atteindra finalement la surface externe d'où l'HE sera vaporisée et entraînée par la vapeur d'eau ascendante. Ce processus se poursuivra jusqu'à ce que toutes les substances volatiles aient été extraites et entraînées par la vapeur d'eau. Dans ce cas la vitesse de transfert de matière est très lente, et le procédé de distillation est loin d'être économique.

Une autre étude [74] faite sur des graines confirme l'existence de deux étapes : osmose dans le cas d'un matériel végétal intact et diffusion dans le cas d'un matériel broyé.

Si les cellules sont intactes (matériel végétal non broyé), le mouvement des molécules est ralenti par la présence des parois cellulaires. Aussi les constituants distilleront dans l'ordre de leurs solubilités dans l'eau chaude, auquel cas les composés polaires ou oxygénés distilleront avant les hydrocarbures peu polaires. Dans ce cas, le phénomène prédominant est l'osmose, la plus grande partie de l'HE n'arrive à la surface qu'après une étape lente de diffusion à travers les parois cellulaires, étape qui régirait donc la vitesse d'extraction.

Lorsque le matériel végétal est finement broyé, les parois cellulaires sont détruites, l'HE diffuse librement et ses constituants distillent dans l'ordre de leurs volatilités. Le processus de distillation est accéléré et la durée totale d'extraction peut ainsi être considérablement réduite. Le

recours au broyage des graines est donc conseillé, car il diminue le chemin de l'essence, à travers le tissu de la plante, jusqu'à la surface et évite les phénomènes de diffusion à cinétique lente.

✓ **FONDEMENT THERMODYNAMIQUE :**

L'entraînement des molécules organiques, correspondant à une distillation hétérogène et dépendant de l'équilibre des phases liquide et vapeur, est régi par deux lois physiques [75, 76] :

- **La loi de Dalton**, selon laquelle la pression du mélange de vapeur est égale à la somme des tensions de vapeur de divers constituants du mélange [77].

$$P_{\text{MÉLANGE}} = P_{\text{HE}} + P_{\text{H}_2\text{O}}$$

En assimilant le système « eau - HE » à un mélange binaire de liquides non miscibles et en supposant que chaque constituant peut se vaporiser sans contrainte, la pression de vapeur du système sera égale à la somme des pressions de vapeurs des constituants purs. Donc la relation précédente devient [73] :

$$P_{\text{MÉLANGE}} = P^{\circ}_{\text{HE}} + P^{\circ}_{\text{H}_2\text{O}}$$

Où :

$P_{\text{MÉLANGE}}$: Pression totale du mélange « eau - HE »

P°_{HE} et $P^{\circ}_{\text{H}_2\text{O}}$: Tension de vapeur des constituants purs (eau et HE)

- **La loi de Raoult**, selon laquelle, la pression partielle de chaque constituant de la solution est proportionnelle à sa fraction molaire en phase liquide [77].

$$P_i = P^{\circ}_i * X_i$$

Où :

i : eau ou HE

P_i : Pression partielle du constituant i

P°_i : Tension de vapeur du constituant i pur

X_i : fraction molaire du constituant i en phase liquide.

La combinaison de ces deux lois nous donne respectivement la pression totale et la composition des vapeurs en fonction des pressions partielles, d'où le calcul du taux de corps entraîné appelé également rapport d'entraînement :

$$R_{\text{entraînement}} = m_{\text{HE}} / m_{\text{H}_2\text{O}}$$

Où :

m_i = poids du constituant i ;

$R_{\text{entraînement}}$ = rapport d'entraînement ou taux de corps entraîné [75].

La masse (m_i) de chaque constituant dans le distillât dépend de sa masse moléculaire (M_i) et de sa tension de vapeur (P°_i). Si on considère que l'eau et l'HE ne sont pas miscible, le nombre

de moles (ni), selon la loi des gaz parfait, de chaque constituant en phase vapeur est proportionnel à sa tension de vapeur.

Par ailleurs, ($P_{HE}^{\circ} + P_{H_2O}^{\circ}$) est égale à la pression extérieure, ainsi il sera possible lors de la distillation de modifier partiellement le rapport eau/HE dans le condensât en changeant la pression de travail, la température de l'appareil s'ajuste automatiquement à celle d'ébullition du mélange. La température d'ébullition d'un mélange est atteinte lorsque la somme des tensions de vapeurs de chacun des constituants purs est égale à la pression d'évaporation. Elle est donc inférieure à chacun des points d'ébullition des substances pures.

Ainsi, le mélange « eau – HE » possède une température inférieure à 100 °C à pression atmosphérique, généralement proche de 100 °C, en raison de la faible tension des constituants odorants, alors que les températures d'ébullition des composés aromatiques sont pour la plupart très élevées [75, 76].

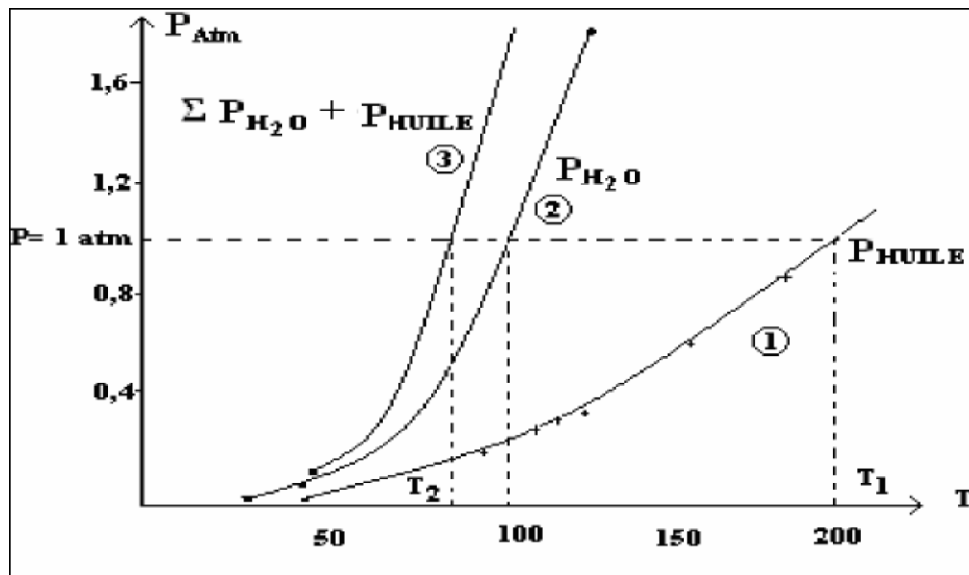


Figure 3.2: Évolution des températures de distillation de l'eau et l'huile essentielle, et du mélange « eau-huile essentielle » en fonction de la pression du milieu [78]

3.3 Hydrodistillation

L'HD proprement dite, est la méthode normée pour l'extraction d'une HE, ainsi que pour le contrôle de qualité. Dans son principe, elle correspond à une distillation hétérogène qui met en jeu l'application de deux lois physiques : loi de Dalton et loi de Raoult.

Le procédé consiste à immerger la matière végétale dans un bain d'eau ; l'ensemble est ensuite porté à ébullition, à pression atmosphérique [70]. Sous l'effet de la chaleur, les molécules odorantes contenues dans les glandes sécrétrices des végétaux sont libérées sous forme d'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 azéotropique «eau + HE» distille à une température égale 100 °C à pression atmosphérique bien que la plupart des composés aromatiques aient des températures d'ébullition supérieures à 100 °C.

Le refroidissement par condensation conduit à la séparation du mélange « eau — HE » par décantation. Le système « Clevenger », préconisé par la pharmacopée européenne [79], permet le recyclage de la phase aqueuse du distillat dans le bouilleur par cohobage. Ainsi, l'eau et les molécules volatiles sont séparées, par leurs différences de densité, dans l'essencier en une phase aqueuse (hydrolat) et une phase organique surnageante (HE).

Lors de l'HD des HE, des phénomènes sont à la base d'échanges de matière entre les phases solide, liquide et vapeur, d'où l'influence d'un grand nombre de paramètres sur la qualité et le rendement de la production.

L'extraction se fait dans des conditions agressives vis-à-vis de l'HE qui peut subir l'influence de réactions secondaires (hydrolyse, élimination, cyclisation, réarrangement, racémisation, oxydation, isomérisation) favorisées par la température (100 °C), le pH acide du milieu aqueux (situé entre 4 et 7), et la durée de l'HD qui par le contact prolongé de l'eau et de la plante augmente les risques d'artefacts de distillation.

La durée d'HD, de trois à six heures, peut considérablement varier en fonction de la matière végétale à traiter. Elle influe non seulement sur le rendement mais également sur la composition de l'extrait. En effet, un chauffage prolongé et trop puissant engendre une détérioration de certains végétaux et la dégradation de certaines molécules aromatiques.

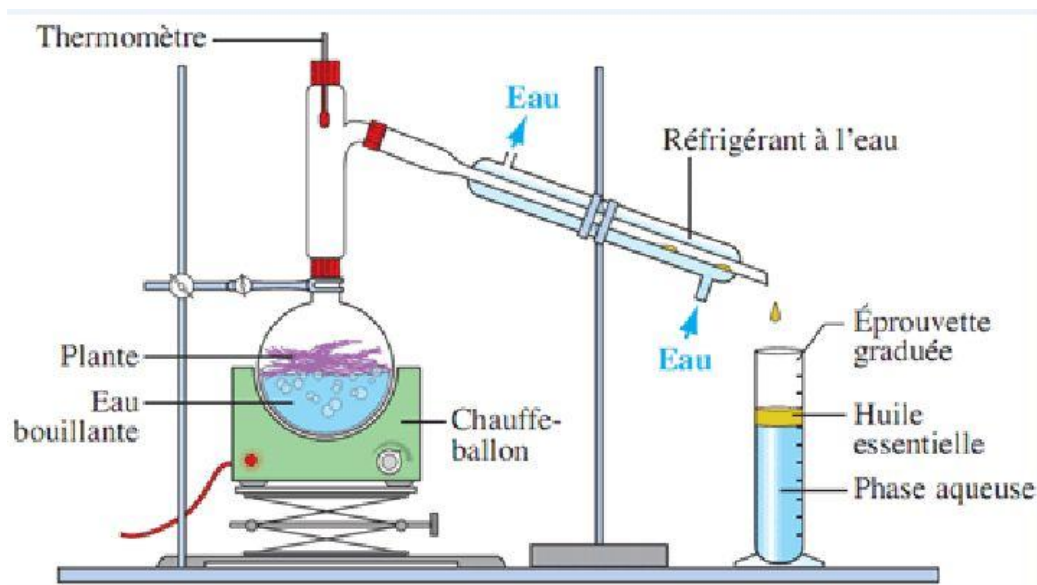


Figure 3.3: Schéma type d'une installation d'hydrodistillation sans cohobage

3.4 Hydrodiffusion

L'Hdiff est une variante de l'EVE. Cette technique relativement récente consiste à pulser de la vapeur d'eau à faible pression à travers la masse végétale, du haut vers le bas [80]. Ainsi le flux de vapeur traversant la biomasse végétale est descendant contrairement aux techniques classiques de distillation dont le flux de vapeur est ascendant.

Le principe de cette méthode réside dans l'utilisation de la pesanteur pour dégager et condenser le mélange « vapeur d'eau – HE » dispersé dans la matière végétale [69].



Figure 3.4: Schéma type d'une installation d'hydrodiffusion

L'avantage de cette méthode est d'être plus rapide donc moins dommageable pour les composés volatils, et de ne pas mettre en contact le matériel végétal et l'eau [69]. De plus, l'Hdiff 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.

Cependant, l'HE obtenue avec ce procédé contient des composés non volatils ce qui lui vaut une appellation spéciale : « essence de percolation ».

CHAPITRE 4 TRAVAUX ANTÉRIEURS SUR LES HUILES ESSENTIELLES DE L'INULE VISQUEUSE

En 1981, la scientifique russe **Baginskaia** a mené une étude sur les propriétés pharmacologiques de l'inule visqueuse du Japon. Cette étude a montré que ces HE contiennent des lactones de sesquiterpène, et qu'une dose de 5-60 mg/kg de poids exerce une action de stimulant sur le système nerveux central et sur les muscles lisses de l'intestin [81].

En 1989, **Ben Mimoun** a montré que les HE de l'inule visqueuse possèdent des pouvoirs antipyrétique et antifongique, elle est aussi utilisée pour la bronchite ; tuberculose ; anémie ; et contre certaines maladies telles que la malaria et les maladies du système urinaire [82].

En 2000, une **équipe de recherche italienne** a analysé la composition chimique de l'huile essentielle, obtenue des parties aériennes de l'inule visqueuse d'Italie durant la floraison, par CPG-SM. Parmi les 53 constituants identifiés représentant approximativement 60 % de l'huile, les alcools sesquiterpéniques fokienol (38.8%) et (*E*)-nerolidol (7.1%) sont les majoritaires. D'autres composés sesquiterpéniques moins abondants ont aussi été identifiés : α -cadinol (1.9%), δ -cadinene (1.7%), T-cadinol et T-muurolol (1.1%) [83].

En 2001, **Silva et coll.** [84] ont étudié la composition des HE de l'inule visqueuse et leur activité antibactérienne. Les parties aériennes de l'inule visqueuse ont été recueillies lors de la floraison en Septembre-Octobre 2001, près de Lisbonne (Portugal). Les HE extraites par hydrodistillation pendant 4 h en utilisant un appareil de type Clevenger, ont été analysées par CPG et CPG-SM.

L'examen préliminaire des HE a permis l'identification de 32 composants. Seuls quatre des composants ont atteint des pourcentages plus de 5%: fokienol (11,8%), T-muurolol (7,9%), (*E*)-nérolidol (5,5%) et δ -cadinène (5,0%).

Les HE ont été testées contre les bactéries *Helicobacter pylori* et *Listeria monocytogenes*. Elles se sont révélées sans activité antimicrobienne contre *L. monocytogenes*. L'HE n'a pas inhibé la croissance de *H. pylori* de 0.88 à 22,22 $\mu\text{g.ml}^{-1}$, a affecté légèrement la croissance à 44,40 $\mu\text{g.ml}^{-1}$ et a complètement inhibé la croissance de 88.80 à 133,20 $\mu\text{g.ml}^{-1}$.

Une récente recherche a permis l'isolation et l'identification d'autres composés des HE de la plante tels que : les dérivés de Terpène ; Azulènes ; Hispidulin ; Taraxasterol d'acétate ; Camphre ; Thymol ; Carvacrol ; Eucalyptol.

En 2002, une étude est menée par **Cafarchia et Coll.** [85] de l'université de Bari, Italie, sur l'activité antifongique contre les champignons dermatophytes et *Candida* spp. et la composition chimique des flavonoïdes, des azulènes, sesquiterpènes, et des huiles essentielles de l'inule visqueuse d'Italie. Quatre HE sont obtenues par EVE des feuilles, des fleurs, de la plante entière et de la plante entière sans fleurs de l'inule visqueuse. Toutes les HE ont une activité antifongique

significative contre les dermatophytes, même à de faibles concentrations (0,01 mg / ml). Les HE des feuilles ont présenté le plus grand pouvoir antifongique dû à sa forte concentration en sesquiterpène (carboxydeudesmadiene).

En 2006, **Tedjini [86]** a étudié l'extraction des HE de l'inule visqueuse provenant de la région de Mascara. La plante a été cueillie à la fin du mois de mars. A cet effet deux procédés ont été utilisés : une extraction par EVE (avec et sans cohobation) et une HD.

Les rendements des HE obtenues par différents procédés d'extraction sont représentés dans le tableau 4.1.

Tableau 4.1: Rendements des huiles essentielles extraites par hydrodistillation et entraînement à la vapeur d'eau.

Le procédé d'extraction	Entraînement à la vapeur d'eau	Hydrodistillation
Rendement (%)	1.727	0.491

Ces résultats montrent que l'EVE est plus efficace par rapport à l'HD car certains phénomènes physiques interviennent pour limiter le rendement de l'HD.

Durant la même année, **Benhammou et Bekkara [87]** ont mené une étude du pouvoir antifongique de l'HE de l'inule visqueuse provenant de la région de Tlemcen. Les résultats obtenus montrent que l'activité inhibitrice de l'HE de l'inule visqueuse est puissante, les pourcentages d'inhibition dépassent 50% dans toutes les souches, ils varient entre 56,75% dans le cas d'*Aspergillus flavus* de référence (AFR) et 84,11% dans le cas de *Rhizopus stolonifer* à 200 mL.

En 2007, **Zouache et Ay [88]** ont étudié l'extraction des HE à partir des feuilles d'inule visqueuse provenant de la région de Bordj Bou Arreridj par EVE : quatre essais ont été effectués dans des conditions différentes.

Tableau 4.2: Conditions opératoires et résultats des essais d'extraction de l'inule visqueuse par entraînement à la vapeur d'eau.

Essai	n°1	n°2	n°3	n°4
Lot n°	1	1 (une semaine après la cueillette)	2	3 (de région différente de 1)
Taux d'humidité %	26.01	21.98	16.04	34.11
Durée d'extraction (h)	4	6	4	4
Masse de la matière végétale (g)	15	15	15	15
Rendement %	0.3384	0.3504	0.3696	0.1222

Le rendement en HE est influencé par plusieurs paramètres tels que la durée d'extraction, le temps de stockage, l'âge et la région de la plante : meilleur rendement pour une plante fraîche et mature.

En 2008, l'entreprise israélienne « **Avisco Ltd** » a fait une analyse chromatographique pour identifier la composition chimique des HE de l'inule visqueuse, les principaux composants obtenus sont les suivants : 35% tomentosin et sesquiterpène, lactones, 13.5 % bioflavanoïdes, 0.5% caroténoïdes, des stérols, des saponines et des acides gras [6].

En 2009, **Mahmoudi et Rougou [89]** ont étudié l'extraction des HE des feuilles de l'inule visqueuse d'Alger. Différents lots ont été cueillis à Sidi Arcine, commune de Baraki située à 10 km au sud d'Alger : lot n°1 : première moitié du mois de Mars, lot n°2 : quatre jours après le lot n°1, lot n°3 : la fin du mois de Mars, lot n°4 : début du mois de Mai. Deux procédés ont été utilisés : une extraction par EVE à l'échelle semi-pilote dans un petit et grand extracteur, et une HD à l'échelle laboratoire. Les rendements des HE obtenues par différents procédés d'extraction sont représentés dans le tableau 4.3.

Tableau 4.3: Conditions opératoires et résultats des essais d'extraction des HE par EVE et HD.

	Extraction par entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi pilote				Hydrodistillation à l'échelle laboratoire			
	Cas du petit extracteur		Cas du grand extracteur					
N° d'essai	1	2	3 (réalisé 5 jours après la cueillette)	4 (effectué 1 jour après la cueillette.)	5	6	7	8
Lot n°	1	1	2	3	3	4	4	4
Taux d'humidité (%)	70	70	92	98	14.52	65.53	53.97	25
Durée d'extraction (mn)	270	200	287	160	350	350	350	350
Etat de la plante	fraîche	fraîche	Fraîche	fraîche	sèche	fraiche	fraiche	sèche
Masse de la matière végétale (g)	600	600	600	600	123,6766	150	150	150
Débit moyen de vapeur (ml/mn)	19.35	14.52	3.2	3.75	6.16	7.45	7	4.3
Rendement en HE (%)	0.178	0.166	0,210	1.664	0.149	0.400	0.400	0.448

Ces résultats montrent que l'extraction par EVE dans le grand extracteur a donné un meilleur rendement (1.64%) que le petit extracteur pour une plante qui semble avoir gagné en maturité. La différence des rendements peut être attribuée aux facteurs technologiques (dimensionnement de l'extracteur, débit) et aux facteurs liés à la plante (humidité, maturité de plante). Le rendement en

HE lors de l'extraction par l'hydrodistillation avec un échantillon de la plante sèche est fonction de la maturité de la plante. En effet, il passe de 0.149% à 0.448%.

En 2011, **Haoui et coll. [90]** ont étudié la composition chimique de l'HE des feuilles de l'inule visqueuse cueillie en Mars obtenue par l'HD et l'EVE en utilisant un appareil de type Clevenger pendant 4h. Les HE ont été stockées à 4 °C jusqu'à l'analyse par GC-MS.

Les principaux composants obtenus par HD étaient les suivants : 12-carboxyeudesma-3, 11 (13) diène (28,88%), l'acide linoléique (7,80%) ; l'acide palmitique (5,38%) ; butyl hydroxy toluène (4,11%) et fokienol (3,37%).

Les principaux composants obtenus par EVE étaient les suivants : 12-carboxyeudesma-3, 11 (13) diène (56,81%), le 2,3-didehydrocostic acide (3,25%) ; butyl hydroxy toluène (2,63%) et pentacosane (2,31%).

Les résultats présentés dans cette étude sont les premières informations sur la composition chimique de l'HE des feuilles de l'inule visqueuse algérienne. Cette étude a montré que les sesquiterpènes oxygénés constituent la fraction la plus importante pour les deux méthodes d'extraction (de 46,7 à 72,98%).

En 2012, **Kabouche et coll. [91]** ont étudié l'activité antibactérienne et la composition chimique des HE de l'inule visqueuse de Constantine, Algérie. L'HE a été extraite par hydrodistillation des parties aériennes fraîches de l'inule visqueuse recueillies à Ain El-Bey (sud de Constantine) et a été caractérisée essentiellement de nerolidol (25.3%), acide isocostique (10.1%), acide costique (8.0%), neo-intermedeol (6.4%) et oxyde de caryophyllène (5.5%). D'autre part, l'HE extraite par hydrodistillation des parties aériennes fraîches de l'inule visqueuse recueillies à Hamma-Bouziane (nord de Constantine) est principalement représentée par l'acide isocostique (25.1%), acide costique (15.2%), nerolidol (9.6%), acide linoléique (9.1%), neo-intermedeol (7.5%) et fokienol (7.2%). Les présentes compositions sont assez différentes de ceux rapportés pour des espèces poussant partout dans le monde. L'HE de la plante récoltée à Ain El-Bey inhibe considérablement la croissance de *K. pneumoniae*, *P. aeruginosa* ATCC, *P. aeruginosa* HS, *E. coli* ATCC (20mm) et *E. coli* HS, tandis que celle de Hamma-Bouziane a présenté une bonne activité antibactérienne contre *P. aeruginosa* ATCC, *P. aeruginosa* HS et *K. pneumoniae*.

En mars 2014, une étude est menée par **Madani et coll. [92]** sur l'huile essentielle, extraite des feuilles de l'inule visqueuse d'Algérie cueillie en Septembre par entrainement à la vapeur d'eau. La composition chimique de cette HE a été analysée par CPG-SM : 23 constituants, représentant 80 % de l'HE, ont été identifiés et dont les composés majoritaires sont : l'acide isocostique (56,83 %) et fokienol (14,6 %). Cette plante est plus riche en fokienol durant sa floraison.

En juin 2014, **Hedrache [93]** a étudié l'extraction des HE des feuilles de l'inule visqueuse par EVE à l'échelle laboratoire et à l'échelle semi pilote. La plante provient de la région d'El Harrach à l'est d'Alger durant deux périodes ; lot n°1 : le 1 mars 2014 et lot n°2 : le 3 avril 2014. Les résultats des essais sont donnés dans le tableau 4.4.

Tableau 4.4: Conditions opératoires et résultats des essais d'extraction par EVE à l'échelle laboratoire et semi pilote.

Résultats des essais d'extraction par EVE à l'échelle laboratoire								
Lot	N° essai	Date d'essai	H %	M (g)	Débit moyen (mL/mn)	Durée d'extraction (mn)	R %	
mars	1	05/3/14	70	70,2	12,3	345	0,55	
	2	13/3/14	60,3	80	13,9	160	0,24	
	3	16/3/14	25,2	102	13,8	240	0,43	
	4	18/3/14	19,6	131	6,5	300	0,39	
avril	5	06/4/14	15,3	144	6,6	225	0,35	
	6	09/4/14	13	150	6,0	300	0,49	
	7	27/3/14	8,3	153	6,0	240	0,43	
Résultats des essais d'extraction par EVE à l'échelle semi pilote								
Lot	N° essai	Date d'essai	H %	M (g)	Débit moyen (mL/mn)	Durée d'extraction (mn)	pression	R %
mars	1	06/3/14	70	500	11,1	103	atm	1,53
	2	09/3/14	70	600	0,9	205	atm	0,02
avril	3	29/4/14	7	800	18,4	240	atm	0,90

L'examen de ces résultats montre bien une amélioration du rendement lorsque le débit et la masse augmentent et l'humidité diminue. À l'échelle semi-pilote, de meilleurs rendements sont obtenus pour une plante séchée.

En décembre 2014, des chercheurs syriens, **Nasser et col. [94]** ont fait une étude sur la composition chimique des huiles essentielles extraites des feuilles et des fleurs de l'inule visqueuse de Syrie. La plante a été cueillie dans des champs à Al-Qadmous, Syrie. Les huiles essentielles ont été extraites par hydrodistillation moyennant un appareil Clevenger et ont été analysées par CPG-SM. Cette analyse a conduit à l'identification de 48 et 43 composés dans les fleurs et les feuilles respectivement : elles sont constituées essentiellement de sesquiterpènes oxygénés (53,85 % et 54.29% resp.), de E-Foreseen Epoxyde (22.41 % et 16.55%, resp.) et de Nerolidol B (15.70% et 13.64%, resp.).

CHAPITRE 5 MATÉRIELS ET MÉTHODES

5.1 Matière végétale

L'inule visqueuse provient d'un champ de la cité universitaire Bouraoui Amar, El-Harrach à 12 km à l'Est d'Alger (Latitude : 36°43'0.48" ; Longitude : 3°9'15.12"). La plante récoltée en plusieurs lots en avril 2015, se présente sous forme de parties aériennes (feuilles et tiges). Les feuilles ont été isolées des tiges et séchées à l'ombre, à l'abri de la lumière, à température ambiante quasi-constante, égale à 18 ± 1 °C. Dans notre étude, la plante a été utilisée en état sans subir aucun traitement préliminaire : broyage, tamisage ...

Dans le lot N° 2, nous avons remarqué la présence de feuilles anormalement grandes, nous les avons donc mises de côté, et nous avons considérés qu'elles étaient plus mures que le reste et ont fait donc l'objet d'une étude à part.

Le tableau 5.1 représente les différents lots et leurs caractéristiques.

Tableau 5.1: Caractéristiques des lots d'inule visqueuse utilisés dans l'étude.

Lot N°	Date de cueillette	Spécifications	Procédés d'extraction appliqués
1	04/04/2015	<ul style="list-style-type: none"> Petites feuilles de 7,4 cm de longueur et 1,8 cm de largeur 	<ul style="list-style-type: none"> – EVE – HD
2	11/04/2015	<ul style="list-style-type: none"> Petites feuilles de 7,4 cm de longueur et 1,8 cm de largeur Grandes feuilles de 12,8 cm de longueur et 3,9 cm de largeur 	<ul style="list-style-type: none"> – EVE – HD – Hdif

5.2 Détermination du taux d'humidité

La connaissance du taux d'humidité permet d'exprimer le rendement en HE par rapport à la masse de la matière végétale sèche et ainsi de comparer les rendements en HE obtenus à partir de différents essais sur la même base : la masse de matière sèche. Le taux d'humidité de la matière végétale a été déterminé par distillation azéotrope au xylène, dans un appareil de Dean et Stark.

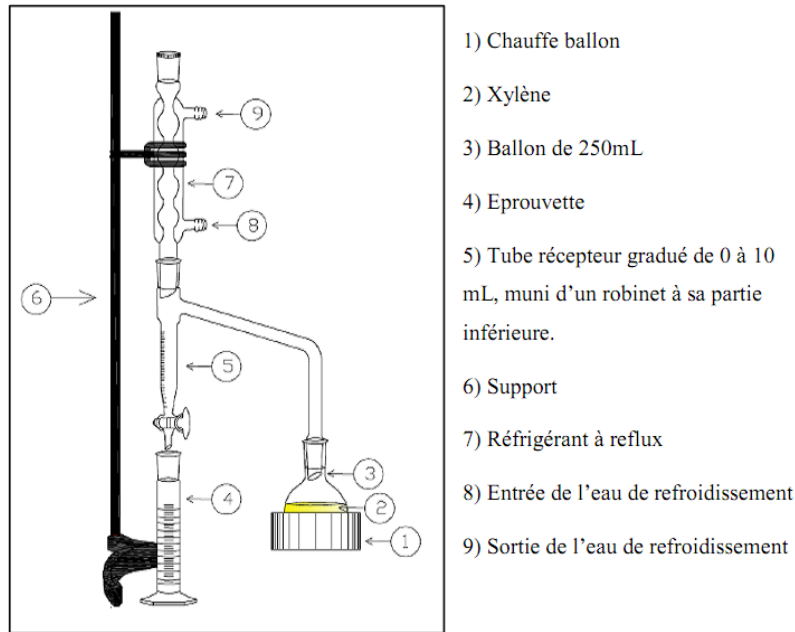


Figure 5.1: Dispositif de Dean et Stark pour la mesure du taux d'humidité

La détermination du taux d'humidité a été réalisée selon la méthode normalisée ISO 1897-2 et dont le protocole expérimental est le suivant :

- Une masse de matière végétale, pesée avec une précision de 10^{-4} g, est introduite dans le ballon et immergée dans le xylène.
- Le mélange est, ensuite, porté à ébullition.
- Les vapeurs eau-xylène, refroidies et condensées dans le réfrigérant, sont recueillies dans le tube gradué.
- Lorsque la phase supérieure, dans ce cas le xylène, atteint le niveau du bras, elle s'écoule et retourne dans le ballon, alors que la phase inférieure, l'eau, reste dans le tube.
- L'opération est arrêtée lorsque le volume d'eau est constant. Le volume d'eau et la température ambiante sont mesurés avec précision, après une séparation complète des deux phases.
- La teneur en eau de la matière végétale, exprimée en pourcentage (%), est calculée par la formule suivante :

$$H = \frac{V_{\text{eau}} \rho_{\text{eau}}}{M} \times 100$$

Où H est désigné le taux d'humidité, en %,

V_{eau} est le volume d'eau recueilli dans le tube récepteur, en mL,

ρ_{eau} est la masse volumique de l'eau à la température ambiante, en g/mL ; la température au laboratoire était $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, alors nous avons pris $\rho_{\text{eau}} = 0,9974\text{ g/mL}$.

M, la masse de la matière végétale humide, en g.

❖ **Remarque :**

- Le taux d'humidité a été mesuré pour chaque essai.
- Quand l'échantillon est peu humide, nous ajoutons dans le décanteur avant le début de l'évaporation 1 mL d'eau distillée pour arriver aux graduations puis nous soustrayons le volume d'eau ajouté à celui lu à la fin de la récupération.

5.3 Rendement en huile essentielle

Le rendement HE est estimé par le rapport des masses de l'HE et de la matière végétale séchée. Il est exprimé en pourcentage (%).

$$R (\%) = \frac{M_{\text{HE}}}{M_{\text{S}}} \times 100$$

Où :

R : Rendement en HE (%) ;

M_{HE} : Masse de l'HE(g) ;

M_{S} : Masse de la matière végétale sèche (g) qui est donnée par la formule :

$$M_{\text{S}} = M \times (1 - H) \text{ avec } H : \text{ le taux d'humidité.}$$

5.4 Extraction des huiles essentielles

Les HE sont extraites moyennant trois procédés d'extraction : EVE, HD et Hdiff. Les deux premiers procédés ont été réalisés avec cohobage.

Notre choix s'est porté sur ces procédés à l'échelle laboratoire pour les comparer en termes de rendement en HE et ensuite tester l'activité antioxydante des extraits recueillis dans le cadre du projet de fin d'étude « activité antioxydante des extraits et des HE de l'inule visqueuse » [1].

En raison du manque d'équipement, les HE et les hydrolats extraits n'ont pas été analysés par CPG/SM pour déterminer leurs compositions.

5.4.1 Entraînement à la vapeur d'eau

5.4.1.1 Appareillage

Les essais d'extraction des HE de l'inule visqueuse par EVE ont été réalisés à l'échelle laboratoire dans le dispositif expérimental schématisé sur la figure 5.2 :



Figure 5.2: Dispositif expérimental d'entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle laboratoire.

5.4.1.2 Mode opératoire

- La masse végétale pesée préalablement est introduite dans la colonne d'extraction.
- L'eau contenue dans le ballon de 6 litres est portée à ébullition à pression atmosphérique.
- Le chauffage est assuré par un chauffe-ballon à puissance de chauffe variable. Les vapeurs d'eau et d'HE sont refroidies et condensées dans le réfrigérant et le condensât est recueilli dans l'ampoule à décanter.

- Un système de cohobage a été utilisé, afin de maintenir le volume d'eau dans le ballon constant et de récupérer l'HE dissoute : les eaux de distillation, recueillies dans l'ampoule à décanter, sont transférées dans l'ampoule à couler et réintroduites dans le ballon.
- Des tubes à essais vides ont été pesés et étiquetés
- Pour des intervalles de temps bien définis, des quantités de vapeur condensée chargée d'extrait ont été prélevées dans une ampoule à décanter.
- Une quantité d'éther diéthylique a été ajoutée et les deux phases (aqueuse et organique) ont été séparées après décantation.
- La phase organique (HE + éther diéthylique) a été mise dans les tubes à essais laissés ouverts durant 24 h afin que l'éther se volatilise.
- Les tubes à essais ont été à nouveau pesés, la différence représente la masse de l'HE récupérée durant l'intervalle de temps pris en compte.

5.4.1.3 Conditions opératoires

Nous avons réalisé cinq essais d'EVE avec cohobage, les conditions opératoires sont représentées dans le tableau 5.2.

Tableau 5.2: Les conditions opératoires des essais de l'entraînement à la vapeur d'eau

N° d'essai	État de la plante	Lot N°	M (g)	H %	Durée de séchage (jours)	Débit moyen (mL/mn)	Durée d'extraction (mn)
1	fraîche, petites feuilles	1	20,00	79,5	1	9,03	300
2	sèche, petites feuilles	1	13,00	8,0	8	8,7	330
3	fraîche, grandes feuilles	2	25,08	74,0	4	13	310
4	sèche, petites feuilles	2	8,34	21,7	11	18,4	300
5	sèche, grandes feuilles	2	9,93	19,5	12	4,5	300

Nous remarquons que les débits moyens lors de ces essais sont différents, 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. Le phénomène de tassement qui est fréquent chez l'inule visqueuse, peut aussi être à l'origine de la variation du débit.

5.4.2 Hydrodistillation

5.4.2.1 Appareillage

Les essais d'HD des HE de l'inule visqueuse ont été réalisés à l'échelle laboratoire dans le dispositif expérimental schématisé à la figure 5.3 :

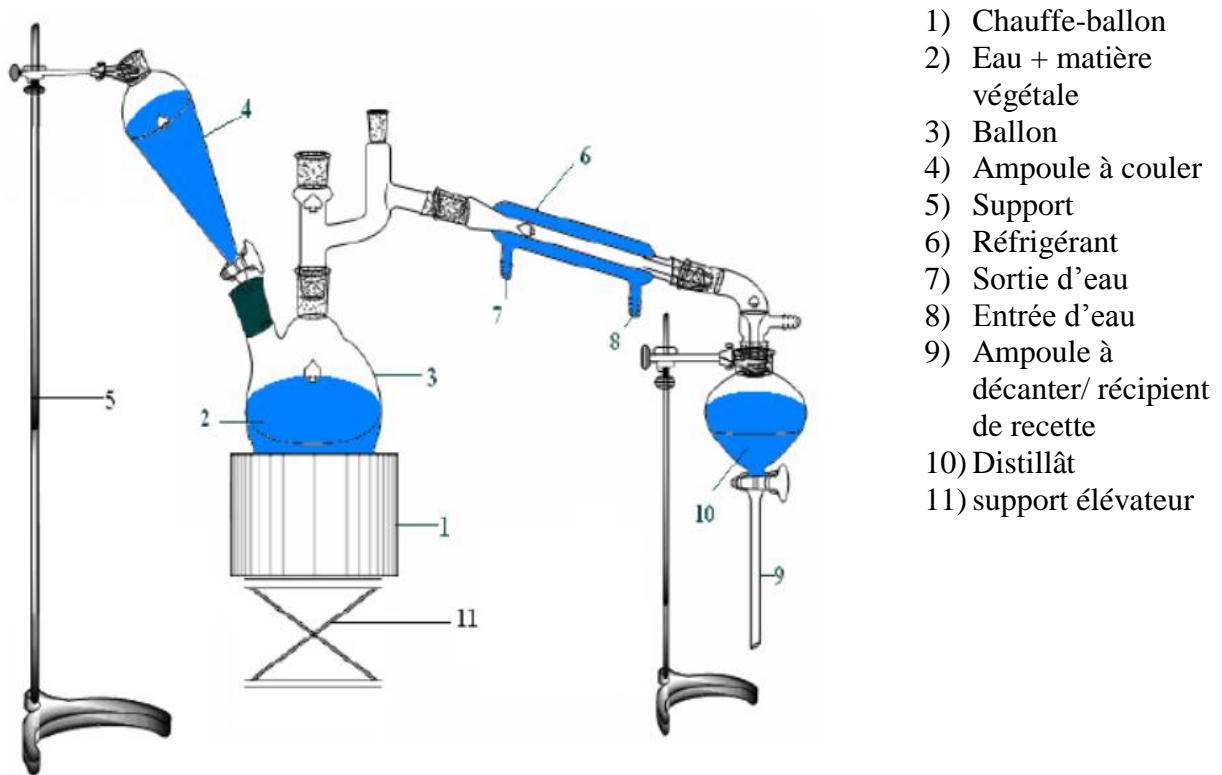


Figure 5.3: Dispositif expérimental d'hydrodistillation à l'échelle laboratoire

5.4.2.2 Mode opératoire

- La matière végétale préalablement pesée, est mise en contact avec l'eau dans le ballon de 6 litres.
- L'ensemble est porté à l'ébullition à pression atmosphérique moyennant un chauffe-ballon à puissance de chauffe variable.
- Les vapeurs d'eau et d'HE sont refroidies et condensées dans le réfrigérant et le condensât est recueilli dans l'ampoule à décanter.
- Un système de cohobage a été utilisé : les eaux de distillation, recueillies dans l'ampoule à décanter, sont transférées dans l'ampoule à couler et réintroduites dans le ballon.

- Pour des intervalles de temps réguliers, le condensât a été prélevé dans l'ampoule à décanter et une quantité d'éther diéthylique a été ajoutée pour séparer les deux phases (aqueuse et organique) après décantation.
- La phase organique (HE + éther diéthylique) a été mise dans des tubes à essais, pesés préalablement à vide.
- Après évaporation de l'éther, les tubes à essais ont été à nouveau pesés, la différence représente la masse de l'HE récupérée durant l'intervalle de temps considéré.

5.4.2.3 Conditions opératoires

Nous avons réalisé trois essais d'HD avec cohobage, les conditions opératoires sont représentées dans le tableau 5.3 :

Tableau 5.3: Les conditions opératoires des essais de l'hydrodistillation

N° d'essai	État de la plante	Lot N°	M (g)	H %	Durée de séchage (jours)	Débit moyen (mL/mn)	Durée d'extraction (mn)
6	fraîche, petites feuilles	2	31,7	70,0	2	12	305
7	fraîche, grandes feuilles	2	36,7	74,0	3	13,7	330
8	sèche, petites feuilles	2	23,7	21,7	10	18,1	300

Nous remarquons que les grandes feuilles contiennent plus d'eau que les petites feuilles.

5.4.3 Hydrodiffusion

5.4.3.1 Mode opératoire

Le mode opératoire de l'Hdiff est le même que celui de l'EVE à l'exception que la vapeur d'eau est introduite de haut en bas de la colonne d'extraction.

- La masse végétale pesée préalablement est introduite dans la colonne d'extraction.
- L'eau contenue dans le ballon de 6 litres est portée à ébullition à pression atmosphérique par un chauffe-ballon.
- Les vapeurs d'eau traversent la matière végétale de haut en bas.

- Les vapeurs d'eau et d'HE sont refroidies et condensées dans le réfrigérant et le condensât est recueilli dans un récipient.
- Après un temps bien défini, le condensât avec une quantité d'éther diéthylique sont mis dans une ampoule à décanter.
- Après décantation, les deux phases (aqueuse et organique) sont séparées et la phase organique (HE + éther diéthylique) a été mise dans des tubes à essais pesés au préalable.
- Après évaporation de l'éther, les tubes à essais sont à nouveau pesés, la différence représente la masse de l'HE récupérée durant l'intervalle de temps pris en compte.

5.4.3.2 Conditions opératoires

Nous avons réalisé deux essais d'Hdiff sans cohobage, les conditions opératoires sont représentées dans le tableau 5.4 :

Tableau 5.4: Les conditions opératoires des essais de l'hydrodiffusion

N° d'essai	État de la plante	Lot N°	M (g)	H %	Durée de séchage (jours)	débit moyen (mL/mn)	Durée d'extraction (mn)
9	sèche, petites feuilles	2	10,305	21,7	8	6	160
10	sèche, petites feuilles	2	10,390	21,7	9	10,2	300

Le premier essai a été réalisé dans un ballon de 2 L et le deuxième essai dans un ballon de 6 L.

CHAPITRE 6 RÉSULTATS ET DISCUSSION

6.1 Entraînement à la vapeur d'eau

Les résultats des essais d'extraction par EVE ainsi que l'évolution de la masse d'HE récupérée et le rendement cumulé en fonction du temps, sont regroupés dans le tableau 6.1 et représentés graphiquement dans les figures 6.1 et 6.2.

Tableau 6.1: Résultats des différents essais d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau

N° d'essai	État de la plante	temps d'extraction (min)	M _{HE} (g)	R instantané %	M _{HE} cumulée (g)	R cumulé %	M _{HE} totale (g)	R total %
1	fraîche, petites feuilles ; lot N° 1	300	/	/	/	/	0,0501	1,222
2	Sèche Petites feuilles Lot N° 1	80	0,0346	0,289	0,0346	0,289	0,0944	0,789
		160	0,0058	0,048	0,0404	0,338		
		270	0,0318	0,266	0,0722	0,604		
		330	0,0222	0,186	0,0944	0,789		
3	Fraîche Grandes feuilles Lot N° 2	85	0,0463	0,710	0,0463	0,710	0,1399	2,146
		150	0,0029	0,044	0,0492	0,755		
		210	0,0833	1,278	0,1325	2,032		
		310	0,0074	0,113	0,1399	2,146		
4	Sèche Petites feuilles Lot N° 2	90	0,0184	0,282	0,0184	0,282	0,0436	0,668
		150	0,0074	0,113	0,0258	0,395		
		210	0,0105	0,161	0,0363	0,556		
		300	0,0073	0,112	0,0436	0,668		
5	Sèche Grandes feuilles Lot N° 2	90	0,009	0,113	0,009	0,113	0,0354	0,443
		210	0,0043	0,054	0,0133	0,166		
		255	0,0063	0,079	0,0196	0,245		
		300	0,0158	0,198	0,0354	0,443		

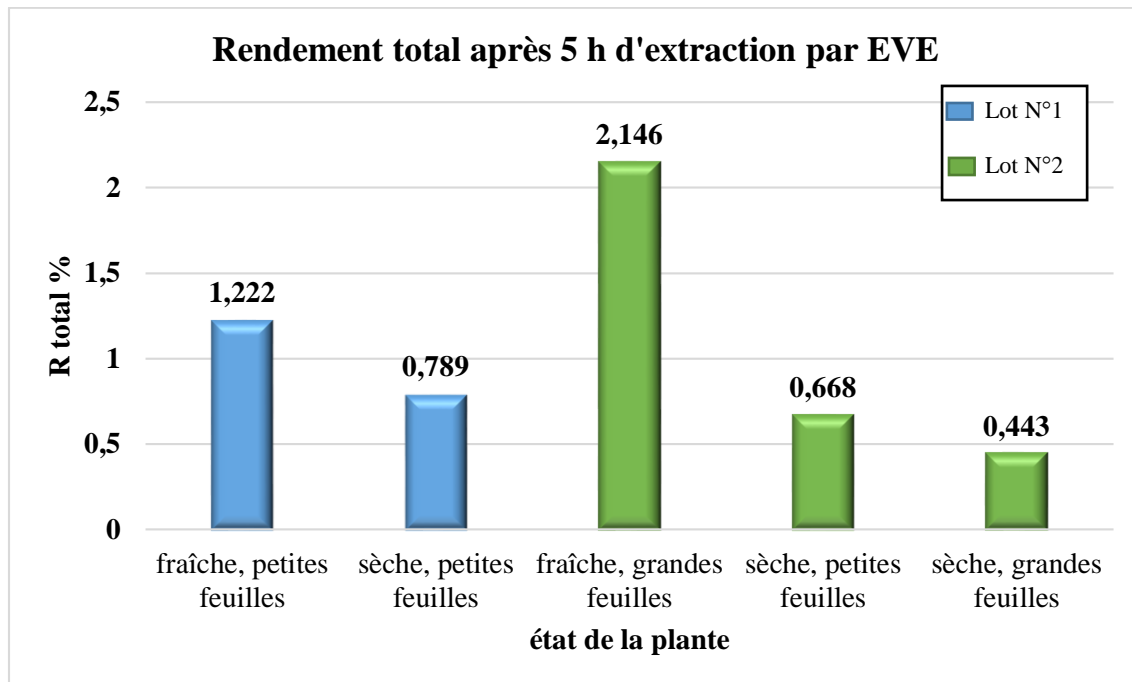


Figure 6.1: Rendement total des différents essais d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau.

La comparaison des résultats de l'extraction par l'EVE 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 des autres paramètres sur le rendement en HE.

D'après les résultats, nous constatons que :

- La plante fraîche donne un rendement supérieur (essai 1 : $R = 1,222\%$) à celui de la plante sèche (essai 2 : $R = 0,789\%$). À notre avis, l'évaporation d'une partie de l'huile pendant le stockage est à l'origine de ce résultat, on constate également que le débit des deux essais est presque identique mais faible.
- Le lot N° 2 donne un rendement comparable (essai 4 : $R = 0,668\%$ au bout de 300 mn) à celui du lot N° 1 (essai 2 : $R = 0,789\%$ au bout de 330 mn), cela est aussi confirmé par les courbes de rendement cumulé [figure 6.3] ; la cueillette est donc recommandée durant la 1^{ère} moitié du mois d'Avril.
- Les petites feuilles séchées donnent un meilleur rendement (essai 4 : $R = 0,668\%$) que celui des grandes feuilles séchées (essai 5 : $R = 0,443\%$). Le débit est aussi plus grand pour les petites feuilles séchées.

Ainsi, on déduit qu'un rendement maximal est obtenu pour une plante fraîche cueillie durant la 1^{ère} moitié du mois d'Avril (essai 3 : R = 2,146 %) extraite avec un débit moyen (13 mL/mn). Ce constat est vérifié dans la figure 6.2 des rendements cumulés.

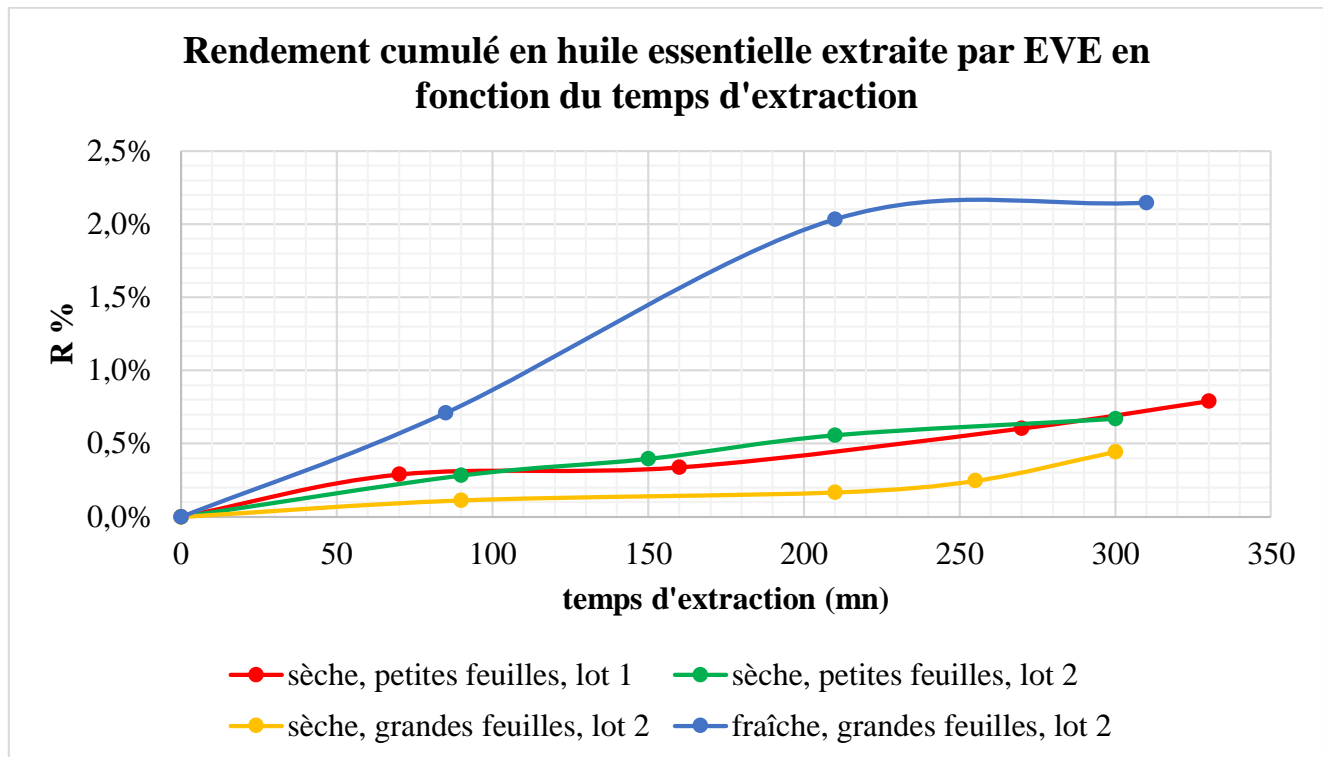


Figure 6.2: Rendement cumulé en huile essentielle extraite par entraînement à la vapeur d'eau

Essai des grandes feuilles fraîches : la courbe du rendement cumulé est scindée en deux étapes : Une étape rapide, avant 200 mn, cette rapidité est due à l'augmentation du débit de vapeur d'eau avec le temps et à la fraîcheur et la maturité de la plante par rapport aux autres essais. Au-delà de 200 mn, un palier est atteint, ce qui nous permet de conclure l'épuisement de la matière végétale.

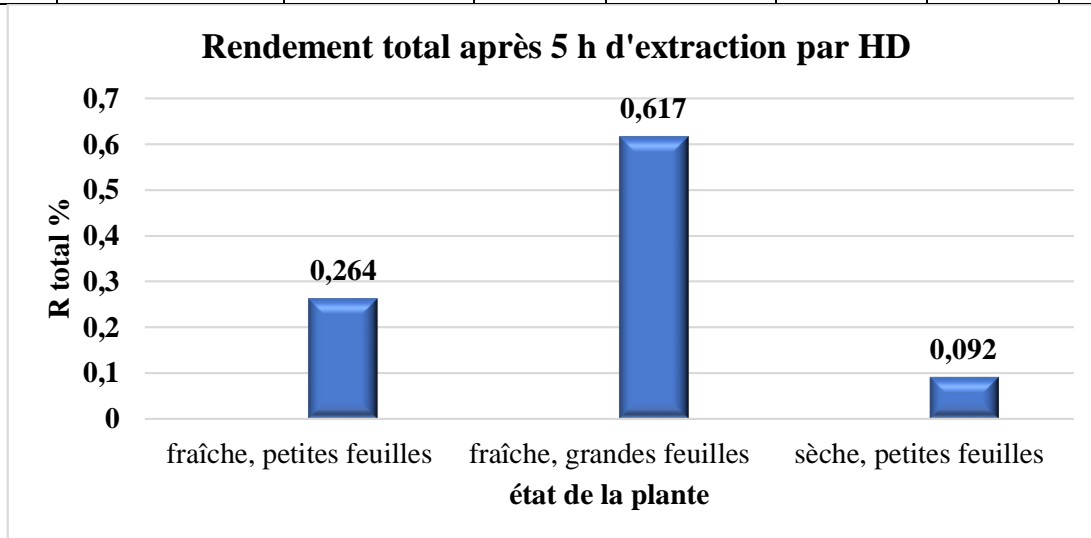
Pour les autres essais : on constate une variation légère, cela est dû à un débit très faible ou très fort. L'extraction nécessite beaucoup plus de temps pour que la matière végétale soit totalement épuisée.

6.2 Hydrodistillation

Les résultats des essais à la fin d'extraction par HD et l'évolution de la masse d'HE récupérée et le rendement cumulé en fonction du temps sont regroupés dans le tableau 6.2 et représentés graphiquement dans les figures 6.3 et 6.4.

Tableau 6.2: Résultats des différents essais d'extraction par hydrodistillation

N° d'essai	État de la plante	temps d'extraction (min)	m HE (g)	R instantané %	m HE cumulée (g)	R cumulé %	M _{HE} totale (g)	R total %
6	Fraîche Petites feuilles Lot N° 2	60	0,0048	0,050	0,0048	0,050	0,0251	0,264
		125	0,0045	0,047	0,0093	0,098		
		195	0,0051	0,054	0,0144	0,151		
		245	0,0051	0,054	0,0195	0,205		
		305	0,0056	0,059	0,0251	0,264		
7	Fraîche Grandes feuilles Lot N° 2	75	0,0041	0,043	0,0041	0,043	0,0588	0,617
		135	0,0166	0,174	0,0207	0,217		
		195	0,0106	0,111	0,0313	0,328		
		270	0,0083	0,087	0,0396	0,415		
		330	0,0192	0,201	0,0588	0,617		
8	Sèche Petites feuilles Lot N° 2	80	0,0013	0,007	0,0013	0,007	0,017	0,092
		167	0,0044	0,024	0,0057	0,031		
		240	0,0024	0,013	0,0081	0,044		
		300	0,0089	0,048	0,017	0,092		

**Figure 6.3:** Rendement total des différents essais d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau

Nous remarquons que :

- Les grandes feuilles donnent un meilleur rendement (essai 7 : R = 0,617 %) que les petites feuilles (essai 6 : R = 0,264 %). La plante ayant des grandes feuilles a gagné en maturité.

- La plante fraîche fournit un rendement supérieur (essai 6 : $R = 0,264 \%$) à celui de la plante sèche (essai 8 : $R = 0,092 \%$).

Les courbes de rendements cumulés [figure 6.4] montrent bien que nous obtenons un meilleur rendement pour une plante fraîche ayant de grandes feuilles (essai 7 : $R = 0,617 \%$).

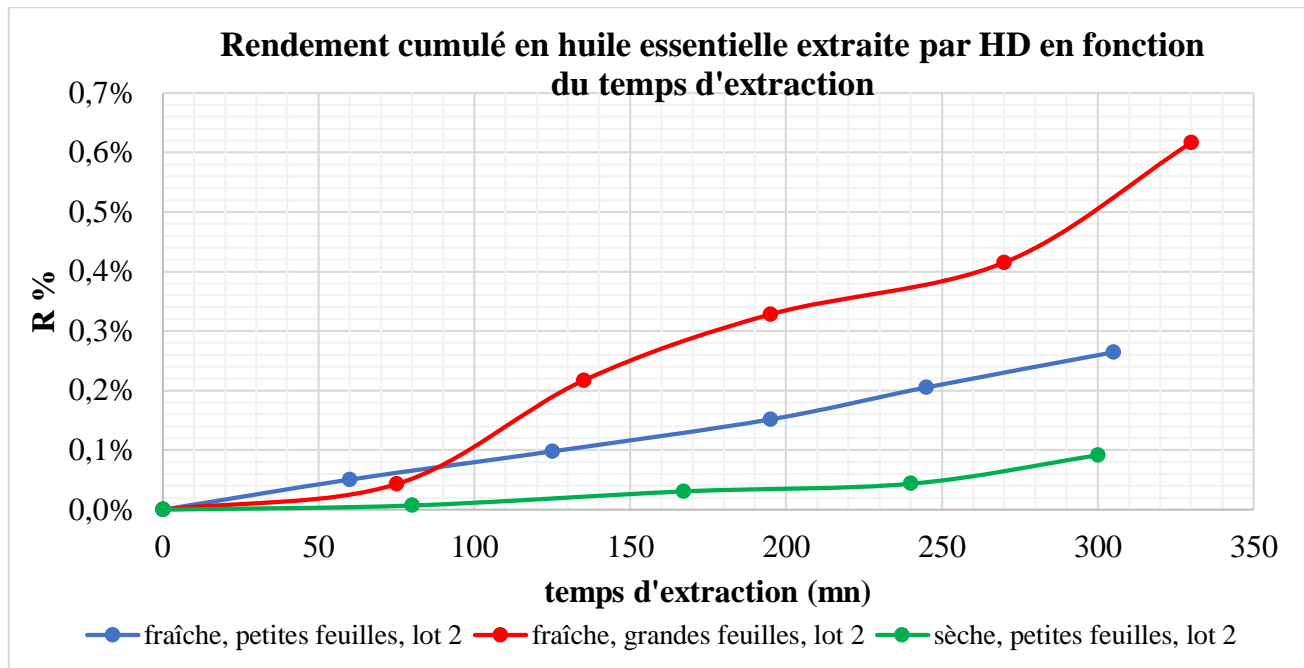


Figure 6.4: Rendement cumulé en huile essentielle extraite par entraînement à la vapeur d'eau

Essai des grandes feuilles fraîches :

On observe dans cette figure que la récupération d'HE se fait aussi rapidement que les autres essais, cela est dû à la qualité de la matière végétale qui a été fraîche (3 jour de stockage) et mature (grandes feuilles).

La quantité d'huile récupérée au cours de la première étape, ayant lieu durant les 75 premières minutes, est très faible, cela est expliqué par la diffusion lente des composés volatils situés à l'intérieur les feuilles, ou par le débit de vapeur qui n'était pas suffisant pour faire volatiliser les composés volatils aromatiques existants au niveau des feuilles à cause du phénomène de tassement.

On observe entre 75 et 200 mn une augmentation rapide du rendement due à l'apparition des composés légers dont la vitesse de transfert est plus grande que celle des composés lourds.

On constate sur la courbe que l'extraction n'a pas encore terminé et qu'elle peut continuer au-delà de 330 mn, ce qui permet d'obtenir un rendement plus élevé et une quantité d'HE récupérée assez importante. Cependant, les coûts énergétiques seront plus importants et il faut choisir entre la quantité d'HE et l'énergie.

Pour les autres essais : on constate une variation légère, cela est dû à un débit très fort pour les petites feuilles séchées et à une insuffisance de maturité pour les petites feuilles fraîches. L'extraction est très lente et la matière végétale n'est pas totalement épuisée.

Eau distillée ou eaux de distillation ?

Afin de valoriser les eaux de distillation issues de l'EVE, nous avons effectué un essai (essai 11) où nous avons fait dans un premier temps l'extraction par EVE de la matière végétale fraîche pendant une heure. Ensuite, nous avons récupéré les eaux de distillation et fait une extraction par HD pour une quantité de matière végétale fraîche pendant 3 heures.

Un second essai (essai 6) a été effectué avec l'eau distillée pendant 5 heures. Les autres conditions opératoires étant les mêmes que le premier essai.

Tableau 6.3: Rendement des essais d'extraction par hydrodistillation utilisant les eaux de distillation et l'eau distillée.

N° d'essai	État de la plante	Solvant	temps d'extraction (mn)	m HE (g)	R total %
11	fraîche, petites feuilles	Eaux de distillation de l'EVE	180	0,0268	0,934
6	fraîche, petites feuilles	Eau distillée	305	0,0251	0,264

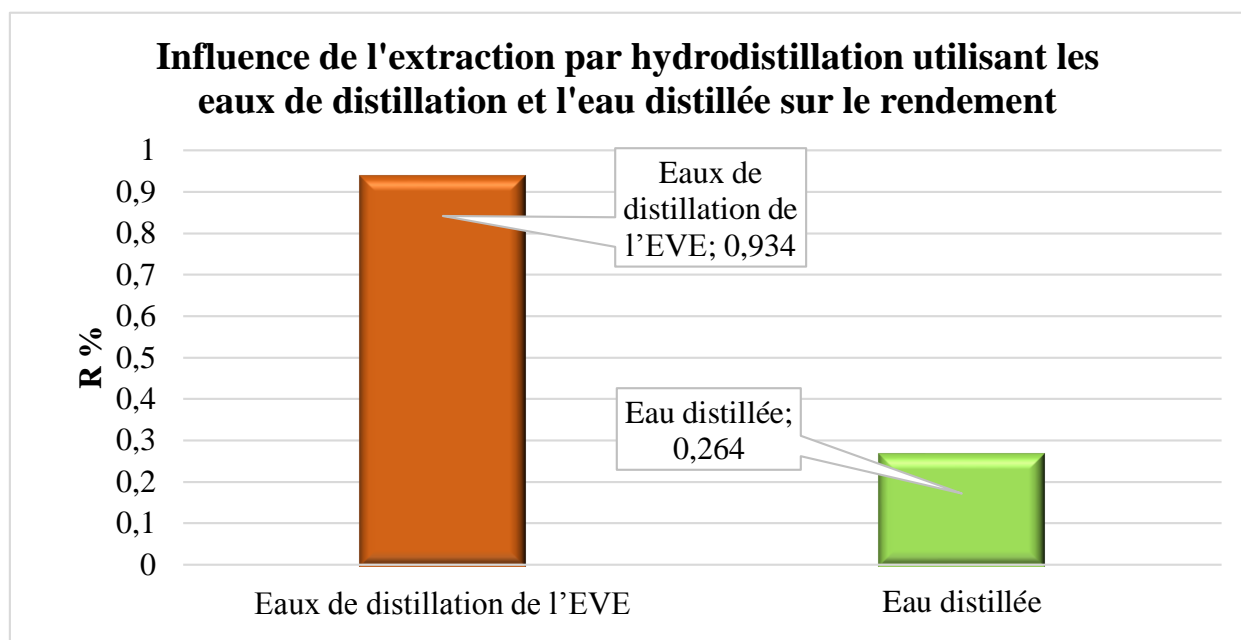


Figure 6.5: Influence de l'extraction par hydrodistillation utilisant les eaux de distillation et l'eau distillée sur le rendement en huile essentielle.

Nous avons obtenu un rendement meilleur avec les eaux de distillation ($R = 0,934 \%$), 3,5 fois meilleur que celui de l'eau distillée ($R = 0,264 \%$). Cela est expliqué par le fait que notre HE est un peu soluble dans l'eau, ce qui a enrichie les eaux de distillation, et de ce fait le rendement de l'HD a augmenté.

6.3 Hydrodiffusion

Les résultats des essais à la fin d'extraction par Hdiff sont regroupés dans le tableau 6.4 et représentés dans la figure 6.6.

Tableau 6.4: Rendement des essais d'extraction par hydrodiffusion.

N° d'essai	État de la plante	Temps d'extraction	Débit moyen (ml/mn)	m HE (g)	R%
9	sèche, petites feuilles ; lot N° 2	260	6	0,0164	0,203
10	sèche, petites feuilles ; lot N° 2	300	10,2	0,0231	0,284

Les rendements de l'Hdiff sont très faibles par rapport à l'EVE, ce qui est contraire aux résultats des travaux antérieurs. Cet écart est dû à des erreurs de manipulation et au fait que nous avons fait la séparation de l'HE de l'hydrolat une semaine après l'expérience de l'Hdiff.

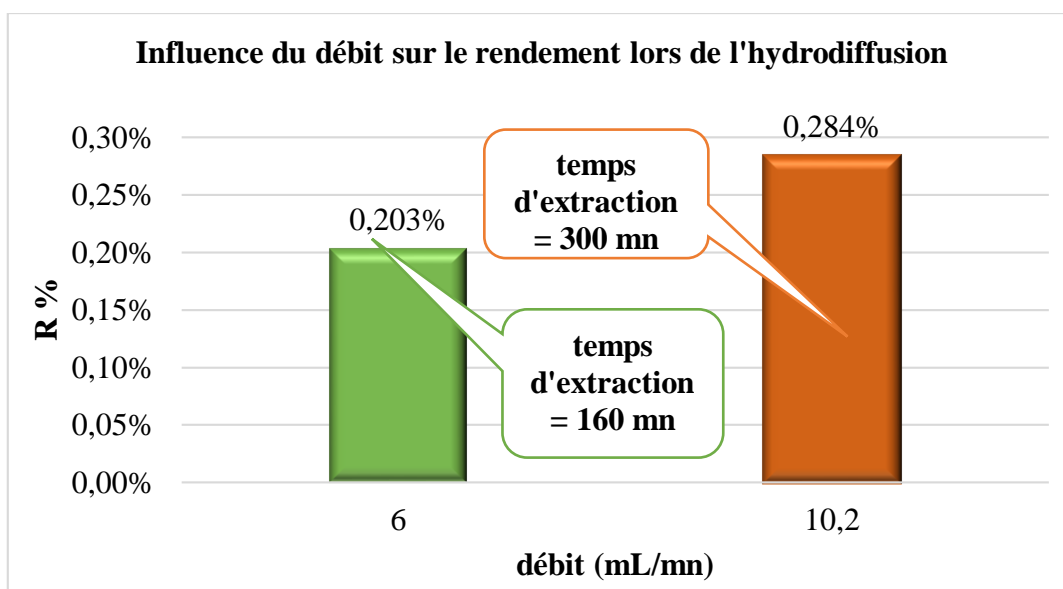


Figure 6.6: Influence du débit et du temps d'extraction sur le rendement lors de l'hydrodiffusion

Les deux expériences ont été menées dans les mêmes conditions hormis le débit et le temps d'extraction. Nous constatons que plus le débit est important plus le rendement en HE est meilleur. L'extraction au bout de 160 mn n'a pas encore terminé, il faut alors plus de temps pour que le matériel végétal soit épuisé et avoir ainsi un rendement meilleur.

6.4 Comparaison entre les trois techniques d'extraction :

Les résultats obtenus dans les mêmes conditions opératoires lors des expériences : essai 4 pour l'EVE ; essai 8 pour l'HD et essai 10 pour l'Hdiff [tableau 6.5 ; Figure 6.7] ; montrent que l'EVE donne un meilleur rendement que l'Hdiff et l'HD.

Tableau 6.5: Tableau comparatif des rendements obtenus dans les mêmes conditions opératoires lors des trois procédés d'extraction :

N° d'essai	Techniques d'extraction	État de la plante	temps d'extraction (min)	m HE (g)	R%
4	EVE	sèche, petites feuilles ; lot N° 2	300	0,0436	0,668
10	Hdiff	sèche, petites feuilles ; lot N° 2	300	0,0231	0,284
8	HD	sèche, petites feuilles ; lot N° 2	300	0,017	0,092

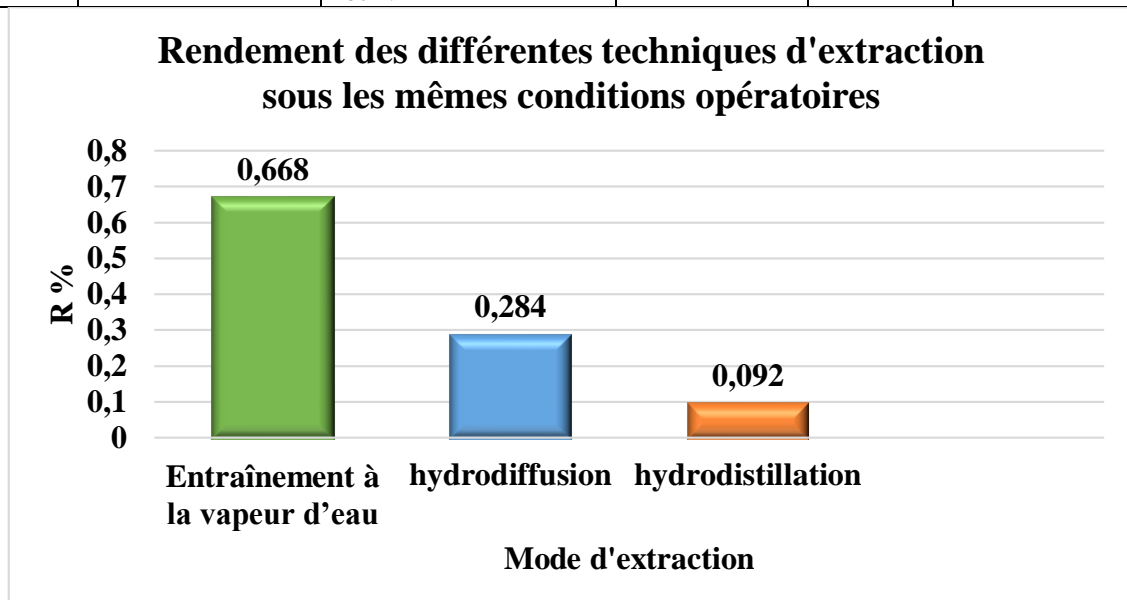


Figure 6.7: Rendement des différentes techniques d'extraction sous les mêmes conditions opératoires

Cette différence est due à la présence de l'eau dans l'HD qui peut entraîner des phénomènes d'hydrolyse, phénomènes limités par l'absence de contact entre le végétal et l'eau dans l'EVE et l'Hdiff.

En effet, les composés de l'huile tels que les esters sont sensibles à l'hydrolyse tandis que d'autres tels que les aldéhydes et les hydrocarbures monoterpéniques acycliques sont sensibles à la polymérisation (puisque le pH de l'eau est souvent réduit pendant la distillation, les réactions d'hydrolyse sont facilitées). D'autre part, les composants oxygénés tels que les phénols ont tendance à se dissoudre dans l'eau, de sorte que leur extraction complète par HD n'est pas possible.

Par ailleurs, les composés volatiles de l'huile sont moins sensibles à l'hydrolyse et la polymérisation et la perte de composés polaires est minime ; d'où un rendement meilleur lors de l'EVE et l'Hdiff.

6.5 Comparaison avec les travaux antérieurs :

Les résultats obtenus dans cette étude (rendements : 0,443 – 2,146 % pour l'EVE ; 0,092 – 0,617% pour l'HD) ont été comparés aux rendements obtenus dans les travaux antérieurs effectués au département, traitant l'extraction des huiles essentielles par EVE et HD [Tableau 6.6].

Tableau 6.6: Tableau comparatif des rendements obtenus pour l'extraction des HE de l'inule visqueuse par EVE et HD avec les travaux antérieurs.

Rendement (%)	EVE	HD	Réf
Alger – El Harrach	0,443 – 2,146	0,092 – 0,617	La présente étude
Mascara	1,727	0,491	[86]
Bordj Bou Arreridj	0.3384 – 0,3696	/	[88]
Sétif	0,12		
Alger – Baraki	0,166 – 0,210	0,149- 0,448	[89]
Alger – El Harrach	0,24 – 0,55	/	[93]

Les rendements obtenus dans la présente étude, pour l'inule visqueuse d'El Harrach, sont plus élevés que ceux de Mascara, Bordj Bou Arreridj, Sétif et Baraki, que ce soit pour les huiles essentielles extraites par EVE ou par HD. Les résultats obtenus par Hedrahe et coll. [93] pour l'inule visqueuse d'El Harrach sont aussi inférieurs aux résultats obtenus dans cette étude pour la plante de la même région. Ces constatations confirment les données de la littérature disant que la région géographique et la saison (année) influent sur le rendement en HE.

CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

La présente étude est une contribution à la valorisation de l'inule visqueuse d'Alger ; pour arriver à ce résultat, nous avons effectué une extraction des HE provenant des champs de la cité universitaire Bouraoui à Alger par trois modes d'extraction : EVE, HD et Hdiff.

Avant de commencer la série d'extraction, nous avons déterminé le taux d'humidité de la plante pour connaître la masse exacte de la matière végétale sèche utilisée. Ensuite, les essais d'extraction de l'HE de la plante par EVE, HD et Hdiff, avec cohobage, ont été effectués au laboratoire.

La comparaison des résultats de l'extraction par les trois techniques a été difficile vu la non reproductibilité des essais due à la grande variété des paramètres opératoires surtout concernant le débit de distillat. Toutefois si on accepte l'erreur sur le débit, on a établi l'influence des autres paramètres sur le rendement en HE.

Dès lors, la comparaison des résultats expérimentaux ainsi que l'analyse quantitative des HE obtenus permet de conclure que l'EVE donne un meilleur rendement ($R = 0,668 \%$) que celui obtenu par Hdiff ($R = 0,284 \%$) et HD ($R = 0,092 \%$).

L'extraction a donné le meilleur rendement en HE pour une plante fraîche qui semble avoir gagné en maturité (grandes feuilles) cueillie durant la 1^{ère} moitié du mois d'Avril, extraite avec un débit moyen (13 mL/mn), aussi bien lors de l'EVE ($R = 2,146 \%$) que lors de l'HD ($R = 0,617 \%$).

Les résultats obtenus dans cette étude ont révélé que l'inule visqueuse d'Alger (El Harrach) l'emporte sur celle de Mascara, Bordj Bou Arreridj, Sétif et Baraki en termes de rendement en huile essentielle.

Une étude bibliographique réalisée a montré des propriétés thérapeutiques et biologiques de cette espèce étudiée chez les végétaux et les humains. Notre objectif dans une seconde étude dans le cadre du projet de fin d'étude [1] est de confirmer une des activités de cette plante, à savoir l'activité antioxydante des HE et des hydrolats obtenus dans cette première étude.

En conclusion, nous dirons que cette étude sur l'inule visqueuse mériterait d'être poursuivie dans le but d'une valorisation industrielle de son HE, son hydrolat et ses extraits dans une perspective de développement durable.

L'extraction étant très lente lors de l'EVE, l'HD et l'Hdiff (5 h), nous conseillons l'utilisation des micro-ondes qui ont déjà fait leur preuve : temps d'extraction réduit (une vingtaine de minutes au lieu de 5 heures) ; moindre impact environnemental vu que le coût énergétique est assez élevé durant le fonctionnement des techniques traditionnelles ; augmente les activités antimicrobienne et antioxydante et produit des HE de meilleure qualité...

L'HD avec les eaux de distillation issues de l'EVE augmente le rendement en HE de 3,5 fois qu'avec l'eau distillée ; ceci constitue une perspective de valorisation des eaux de distillation.

LISTE DE RÉFÉRENCES

- [1] N. Lahouazi, S. Messaoudi ; activité antioxydante des huiles essentielles et extraits de l'inule visqueuse ; projet de fin d'étude, Ecole Nationale Polytechnique d'Alger ; 2015.
- [2] M.A. Al-Yahya, I. Muhammad, H. H. Mirza, S. F. El-Ferally ; Antibacterial constituents from the rhizomes of *Ferula communis* ; *Phytother. Res.* 12, 335–339 ; 1998.
- [3] E. Lev, Z. Amar ; Ethnopharmacological survey of traditional drugs sold in Israel at the end of the 20th century ; *J. Ethnopharmacol.* 72, 191–205 ; 2000.
- [4] Z. Yaniv, A. Dafni, J. Friedman, D. Palevitch ; Plants used for the treatment of diabetes in Israel ; *J. Ethnopharmacol.* 19, 145–151 ; 1987.
- [5] C. Lastra, A. Lopez, V. Motilva ; Gastroprotection and prostaglandin E2 generation in rats by flavonoids of *Dittrichia viscosa* ; *Planta Med.* 59, 497–501 ; 1983.
- [6] http://www.inulav.com/Inula_viscosa_Traditional_Medicine.html
- [7] http://www.maltawildplants.com/ASTR/Dittrichia_viscosa.php
- [8] http://kanlaipoulorondaidan.fr/flore_bonnier/pages/170-inula.htm
- [9] J. Lambion ; Biodiversité fonctionnelle : plante des inules visqueuses et son exploitation ; bulletin du GRAB n°65 ; 2012.
- [10] P. Guezal, S. Santa ; Nouvelle flore de l'Algérie, tome 1, Edition du centre national de la recherche scientifique ; 1962.
- [11] H-A. Tessier, A-D. Fougeroux De Bondaroy, A. Thouin, L-A-G. Bosc ; Encyclopédie méthodique, Agriculture, Tome 5, P29 ; 1813.
- [12] J. B. de Monet de Lamarck, A. Pyramus de Candolle ; Flore française ou descriptions succinctes de toutes les plantes qui croissant naturellement en France, Volume 4, 3^{ème} édition, Paris P 148- 155 ; 1805.
- [13] J. B. de Monet de Lamarck ; Encyclopédie méthodique : botanique, Volume 3, Paris P 151-154 ; 1813.
- [14] E-H Guitard ; Les « Pen-Tsao » source de la science pharmaceutique de l'Extrême-Orient : Dr Nguyen Tranhuan ; Archives internes d'histoire des sciences, 1961, Revue d'histoire de la pharmacie, 50 (172) : 254 ; 1962.
- http://www.persee.fr/web/revues/home/prescript/article/pharm_0035-2349_1962_num_50_172_9092_t1_0254_0000_2
- [15] R.R. Pragada, V. Vangepurapu, S.R. Ethadi, V.S. Praneeth ; Phytochemical investigation and in vitro anti oxidant, antimicrobial activity of different fractions of *Acalypha indica* Linn ; *Int. J. Pharm. Sci.* 3(4) : 314-317. 2011.
- [16] S.R. Biradar, B.D. Rachetti ; Extraction of some secondary metabolites and thin layer chromatography from different parts of *Centella asiatica* L. (URB) ; *Am. J. Life Sci.* 1(6) : 243-247 ; 2013.

- [17] R. M. Gattefossé ; Aromathérapie – Les Huiles Essentielles hormones végétales ; Librairie des Sciences, Girardot & Compagnie, Paris ; 1937.
- [18] S. Burt ; Essential oils : their antibacterial properties and potential applications in foods : a review ; International Journal of Food Microbiology 94, P 223-253 ; 2004.
- [19] J. Garnéro ; Huiles essentielles, Techniques de l'Ingénieur, traité Constantes physicochimiques ; K 345-1, P 39 ; 1996.
- [20] J. Bruneton ; Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes médicinales ; 2^{ème} édition, tech. & Doc, Lavoisier, Paris : 1993.
- [21] AFNOR, association française de normalisation ; Huiles essentielles ; AFNOR NF T-75-006 ; 1998.
- [22] C. Boutekedjiret ; Etude des procédés d'extraction appliquée à la récupération des essences de Romarin. Transfert de matière et modélisation ; Thèse de doctorat en génie chimique, Ecole Nationale Polytechnique d'Alger ; 1999.
- [23] ISO ; Aromatic natural raw materials - Vocabulary ; ISO 9235 ; 2013.
- [24] Recommandations relatives aux critères de qualité des huiles essentielles. Contribution pour l'évaluation de la sécurité des produits cosmétiques contenant des huiles essentielles ; Afssaps : Agence française de sécurité sanitaire des produits de santé ; Mai 2008. www.afssaps.sante.fr
- [25] Pharmacopée européenne ; Huiles essentielles - Aetherolea ; 2008.
- [26] ISO ; Norme ISO 9235 : Matières premières d'origine naturelle – Vocabulaire ; 1997.
- [27] AFNOR ; Huiles essentielles, Monographies relatives aux huiles essentielles ; Tome 2, 6^{ème} édition, Paris ; 2000.
- [28] J. Bruneton ; Pharmacognosie, Phytochimie, plantes médicinales ; Tec. & Doc. Lavoisier 3^{ème} édition, Paris ; 1999.
- [29] A.C. Degryse, I. Delpla, M.A. Voinier ; Risques et bénéfices possibles des huiles essentielles ; Atelier santé environnement -IGS- EHESP, P 87 ; 2008
- [30] L. Hensen, O. Hammershøy, P.M. Boll ; Allergic contact dermatitis from falcarinol isolated from *Schefflera arboricola* ; Contact Dermatitis 14: 91-93 ; 1986.
- [31] L.P. Christensen ; Aliphatic C(17)-polyacetylenes of the falcarinol type as potential health promoting compounds in food plants of the Apiaceae family ; Recent Pat Food Nutr Agric 3(1) : P 64-77 ; 2011.
- [32] K.W. Tan, D.P. Killeen, Y. Li, J.W. Paxton, N.P. Birch, A. Scheepens ; Dietary polyacetylenes of the falcarinol type are inhibitors of breast cancer resistance protein (BCRP/ABCG2) ; Eur. J. Pharmacol. 15: 346-352 ; 2014.
- [33] Council of Europe ; European pharmacopoeia ; 5th Ed. Strasbourg, France ; 2005.
- [34] W.A. König, D.H. Hochmuth, D. Joulain ; Terpenoids and related constituents of essential oils ; Library of MassFinder 2.1. University of Hamburg, Institute of Organic Chemistry ; 2001.
- [35] R. Anton, A. Lobstein ; Plantes aromatiques, épices, aromates, condiments et huiles essentielles ; Ed. Tec. & Doc., Paris, 522 P ; 2005.

- [36] M. Hurabielle ; Abrégé de matière médicale pharmacognosie, Ed, Masson, Paris, P 182-194 ; 1981.
- [37] M. Hazzit ; Arômes alimentaires ; Thèse magister, USTHB, Alger, 96 P ; 2002.
- [38] I. Boz, I. Burzo, M.M. Zamfirache, C. Toma, C. Padurariu ; Glandular trichomes and essential oil composition of *Thymus pannonicus* All. (Lamiaceae) ; Analele Universitatii din Oradea, Fascicula Biologie, P 36-39 ; 2009.
- [39] V. Corbex ; enseignante des sciences physiques ; Bourgoin Jallieu.
<http://vcorbex.pagesperso-orange.fr>
- [40] P. Martinetti ; Mon guide des huiles essentielles ; Ed. Lanore, P 5-6, ISBN : 978285157733 ; 2013.
- [41] F. Padrini, M. Leucheroni ; La nature des huiles essentielles ; Ed. Dexechi, P 124 ; 1997.
- [42] S. Charchari, C. Boutekedjiret ; Composition chimique de l'huile essentielle d'*Artemisia herba alba* assa provenant de différentes régions d'Algérie ; Rivista Italiana EPPOS, 13, P 631-633 ; 1994.
- [43] G. Roulier ; Les huiles essentielles pour votre santé ; Ed. Dangles, P 336 ; 2000.
- [44] E. Joy Bowes, The chemistry of Aromatherapeutic Oils ; 3rd Edition, P 56 ; 2003.
- [45] J. Tucarov ; Influence des facteurs exogènes sur le rendement et la qualité de l'huile essentielle de *Thymus vulgaris* L. ; la France et ses parfums 7, 40, P 277-283 ; 1964.
- [46] R. Granger, J. Passet, J. Lamy ; Sur les essences dites de " Marjolaine " ; Riv. Ital. Essenza Profumi Plante Officinal. Aromi. Saponi. Cosmetici. Aerosol, 57 P 199-208 ; 1975.
- [47] M. C. Pibiri ; Assainissement microbiologique de l'air et des systèmes de ventilation au moyen d'huiles essentielles ; Thèse de Doctorat, Lausanne, Canada ; 2006.
- [48] L. R. 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 ; 2005.
- [49] E. Werker, E. Putivesky, U. Ravid ; annals of botany, P 793-801 ; 1985.
- [50] M. Lahlou ; Methods to study phytochemistry and bioactivity of essential oils ; Phytotherapy Research 18: 435-448 ; 2004.
- [51] <http://www.aromimport.com/proprietes.htm>
- [52] A. Zambonelli, A. Z. D'Aurelio, A. Severi, E. Benvenuti, L. Maggi, A. Bianchi ; Chemical composition and fungicidal activity of commercial essential oils of *thymus vulgaris* L. ; J. Essent. Oil Res 16 (1), P 69-74 ; 2011.
- [53] 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.
- [54] S. Savard ; l'effet désodorisant des huiles essentielles ; centre de recherche industrielle du Québec.
- [55] R. R. Paris, H. Moyse ; Matière médicale ; Masson, Paris ; 1976.
- [56] Lutz ; Bull. Soc. Chim. Bio. ; 1940.

- [57] R. Croteau ; Biochemistry of monoterpenes and sesquiterpenes of the essential herbs : spices and medicinal plants, Recent advances in botany, horticulture and pharmacology. Vol. 1, Ed. L. E. Craker and J. E. Simon, Phoenix ; 1986.
- [58] J. L. Rosua, A. Garcia-Granados ; Plant. Médecin. Phytother. ; 1987.
- [59] J. Kaloustian, F. Hadji-Minaglou ; La connaissance des huiles essentielles : Qualitologie et aromathérapie entre science et tradition pour une application médicale raisonnée ; Springer- Verlag France, Paris, P 17-160, ISBN : 978-28178-0308 ; 2012.
- [60] D. Festy, Je ne sais pas utiliser les huiles essentielles : Découvrir l'aromathérapie, le guide pour se soigner facilement et sans risque ; Ed. Leduc. S, P 92 ; 2013.
- [61] I. Eustache ; bien vivre les huiles essentielles ; Ed. Saep ; 2008.
- [62] L. Price, S. Price ; Understanding hydrolats : The specific hydrosols for aromatherapy ; Churchill Livingstone, 294 P ; 2004.
- [63] H. Viaud ; Huiles essentielles et hydrolats ; Ed. Présence, 39 P ; 1983.
- [64] C. Brun ; Douze plantes et leurs huiles essentielles ; Jouvence ; 2003.
- [65] V. Jeannot, J. Chahboun, D. Russel, H. Casablanca ; Origanum compactum Bentbam : Composition of the hydrolat aromatic fraction, comparison with the essential oil and its interest in aromatherapy ; Int. J. Aromather. 13, 90-94 ; 2003.
- [66] Ô. Sagdıç ; Sensitivity of four pathogenic bacteria to turkish thyme and oregano hydrosols ; Lebensm-Wiss Technol. 36, P 467-473 ; 2003.
- [67] N. Boyraz, M. Ôzcan ; Antifungal effect of some spice hydrosols ; Fitoterapia 76, 661-665 ; 2005.
- [68] J-F. Cavalli ; Caractérisation par CPG/IK, CPG/SMet RMNdu carbone-13 d'huiles essentielles de Madagascar ; Thèse, Université de Corse Pascal Paoli ; 2002.
- [69] 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.
- [70] M. Piochon ; Étude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore laurentienne : composition chimique, activités pharmacologiques et hémi-synthèse ; mémoire comme exigence partielle de la maîtrise en ressources renouvelables, université du Québec, 5 P ; 2008.
- [71] L. Lagunez Rivera ; Etude de l'extraction de métabolites secondaires de différentes matières végétales en réacteur chauffe par induction thermomagnétique directe ; Thèse de l'institut national polytechnique de Toulouse, France ; 2006.
- [72] C. Von Rothenberg ; Theorie der gewining und trennung der atherishen ol durch destillation ; Selbot-Verlag Von Shimmel, P 432 ; 1910.
- [73] C. Guenther ; The Essential Oils, Tome 1 ; Ed. Krifgerre ; 1972.
- [74] N. Gokhale, Y. Masada ; Proceedings of VII International congress of Essential Oils, P 242 ; 1977.
- [75] D. L. Pavida, G. M. Lampman, G. S. Kriz ; Introduction to organic laboratory techniques ; W. B. Saunders Co. Philadelphia, USA, 567-573 ; 1976.

- [76] E. Bocchio ; Parfums, cosmétiques, arômes, P 63 ; 1985.
- [77] J. VIDAL ; Thermodynamique méthodes appliquées au raffinage et au génie chimique ; Société des éditions Technip & IFP, Paris, P 228-386 ; 1973.
- [78] C. Viollon, J. P. Chaumont ; Antifungal properties of essential oils and their main components upon *Cryptococcus neoformans* ; *Mycopathologia*, 128 (3), 151-153 ; 1994.
- [79] Pharmacopée Européenne, 3^{ème} édition, Conseil de l'Europe ; Ed. Maisonneuve S. A., 1918 P ; 1997.
- [80] F. Chebrouk ; Caractérisations analytiques de quelques composés polyphénoliques et terpéniques issus de la plante *Marrubium deserti* de la région de Ghardaïa ; Mémoire de magister, Université Kasdi Merbah Ouargla ; 2009.
- [81] L. Belova, F. Baginskaia ; *Farmakol Toksikol* ; 44(4) :463-7 ISSN : 0014-8318, édité en russe ; 1981.
- [82] Rabbi M. ben Mimoun ; Les plantes médicinales ; Israël, P 125 ; 1989.
- [83] A. Camacho, A. Fernández, C. Fernández, J. Altarejos, R. Laurent ; Composition of the essential oil of *Dittrichia viscosa* (L.) ; *Rivista Italiana EPPOS* ; 2000.
- [84] D. Silva, E. Denham, L. Faleiro, G. Miguel, C. Cavaleiro, L. Salgueiro ; Antimicrobial activity of the essential oils of *Dittrichia viscosa* on *Helicobacter pylori* ISHS *Acta Horticulturce* ; Congress on Medicinal and aromatic plants, vol. 6 ; traditional medicine and nutraceuticals ; 2008.
http://www.researchgate.net/profile/Carlos_Cavaleiro/publication/267787102_Antimicrobial_Activity_of_the_Essential_Oils_of_Dittrichia_viscosa_subsp._viscosa_on_Helicobacter_pylori/links/5522649a0cf2f9c13052b5d8.pdf
- [85] C. Cafarchia, N. De Laurentis, M.A. Milillo, V. Losacco, V. Puccini ; Antifungal activity of essential oils from leaves and flowers of *Inula viscosa* (Asteraceae) by Apulian region ; *Parassitologia* 01/2003, 44(3-4) :153-6 ; 2003.
http://www.researchgate.net/publication/10800077_Antifungal_activity_of_essential_oils_from_leaves_and_flowers_of_Inula_viscosa_%28Asteraceae%29_by_Apulian_region
- [86] B. Tedjini ; Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse ; mémoire de fin d'étude, Ecole Nationale Polytechnique d'Alger ; 2006.
- [87] N. Benhammou, F. Atik Bekkara ; Contribution à l'étude du pouvoir antifongique de l'huile essentielle d'*Inula viscosa*. ; Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen ; 2006.
<http://www.doc4net.fr/doc/3213347850756>
- [88] F. Zouache, F. AY ; Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse ; projet de fin d'étude, Ecole Nationale Polytechnique d'Alger ; 2007
- [89] L. Mahmoudi, N. Rougou ; extraction et valorisation des extraits de l'inule visqueuse d'Alger ; projet de fin d'étude, Ecole Nationale Polytechnique d'Alger ; 2009.
- [90] I. E. Haoui, R. Derriche, L. Madani, Z. Oukali ; Analyse de la composition chimique de l'huile essentielle de l'inule visqueuse de l'Algérie ; *Arabian Journal of Chemistry* ; 2011.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.arabjc.2011.05.005>

[91] Z. Kabouche, A. Kabouche, H. Berhail Boudouda, A. Benmerache, S. Chibani, S. Abuhamdah, Z. Semra ; antibacterial activity and chemical composition of essential oils of *inula viscosa* (L.) Ait. (asteraceae) from Constantine, Algeria ; scholars research library ; 2012.

<http://scholarsresearchlibrary.com/DPL-vol4-iss6/DPL-2012-4-6-1878-1882.pdf>










[92] Madani L., Derriche R., Haoui I.E. ; Essential oil of Algerian *Inula viscosa* leaves ; Journal of Essential Oil Bearing Plants ; Mar 2014









[93] M.F. Hedrache ; extraction des huiles essentielles de l'inule visqueuse par entrainement à la vapeur d'eau – modélisation ; projet de fin d'étude, Ecole Nationale Polytechnique d'Alger ; 2014.

[94] M. Nasser, S. Housheh, A. Kourini, N. Maala ; chemical composition of essential oil from leaves and flowers of *inula viscosa* (L.) in Al-Qadmous region, Syria ; international journal of pharmaceutical sciences and research ; 2014.

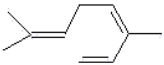
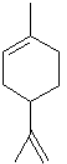

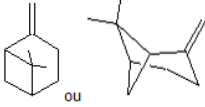
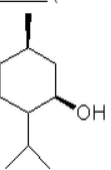
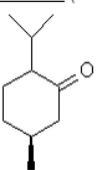
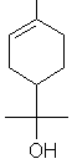
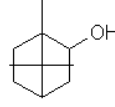

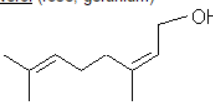
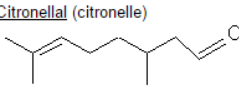
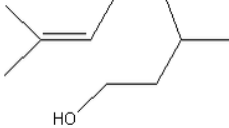
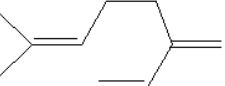
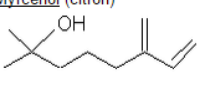
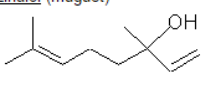
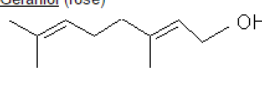
<http://ijpsr.com/bft-article/chemical-composition-of-essential-oil-from-leaves-and-flowers-of-inula-viscosa-l-in-al-qadmous-region-syria/>

ANNEXE A - PHOTOS DE QUELQUES ESPÈCES DU GENRE « INULA »

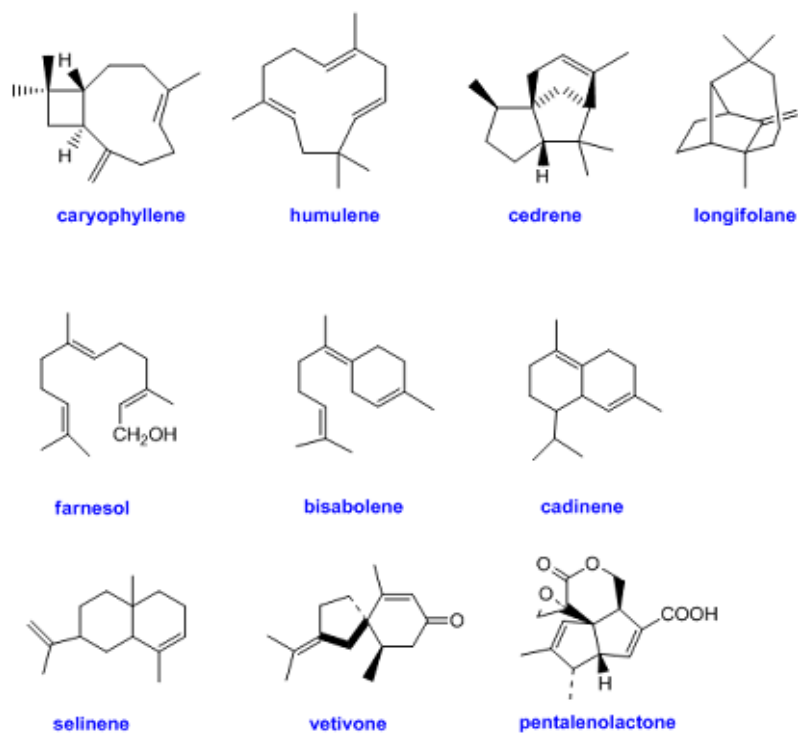
 <p>1506 <i>Inula graveolens</i></p>	 <p>1504 <i>Inula conyza</i></p>	 <p>1517 <i>Inula crithmoides</i></p>
« <i>Inula graveolens</i> »	« <i>Inula conyza</i> »	« <i>Inula crithmoides</i> »
 <p>1516 <i>Inula montana</i></p>	 <p>1521 <i>Inula salicina</i></p>	 <p>151A <i>Inula britannica</i></p>
« <i>Inula montana</i> »	« <i>Inula salicina</i> »	« <i>Inula britannica</i> »
 <p>1503 <i>Inula helenium</i></p>	 <p>1518 <i>Inula hirta</i></p>	 <p>1505 <i>Inula bifrons</i></p> <p>1505 bis I. Δ</p>
« <i>Inula helenium</i> »	« <i>Inula hirta</i> »	« <i>Inula bifrons</i> »

 <p>1515 <i>Inula helenioides</i></p>	 <p>1512 <i>Inula dysenterica</i></p>	 <p>1510 <i>Inula odora</i></p>
<p>« <i>Inula helenioides</i> »</p>	<p>« <i>Inula dysentérica</i> »</p>	<p>« <i>Inula odora</i> »</p>
 <p>1519 <i>Inula Vaillantii</i></p>	 <p>1511 <i>Inula Tuberosa</i></p>	 <p>1508 <i>Inula saxatilis</i></p>
<p>« <i>Inula vaillantii</i> »</p>	<p>« <i>Inula tuberosa</i> »</p>	<p>« <i>Inula saxatilis</i> »</p>
 <p>1507 <i>Inula sicula</i></p>	 <p>1520 <i>Inula spiraeifolia</i></p>	
<p>« <i>Inula sicula</i> »</p>	<p>« <i>Inula spiraeifolia</i> »</p>	

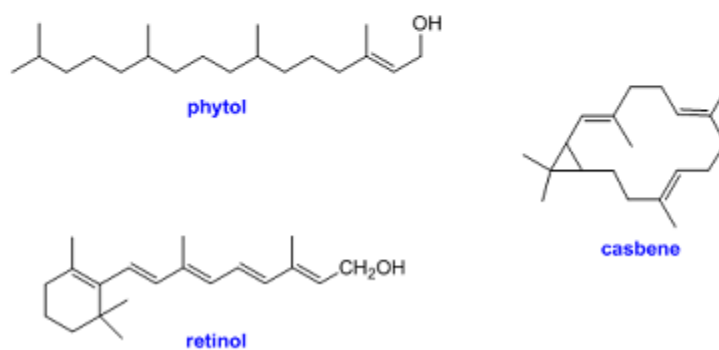
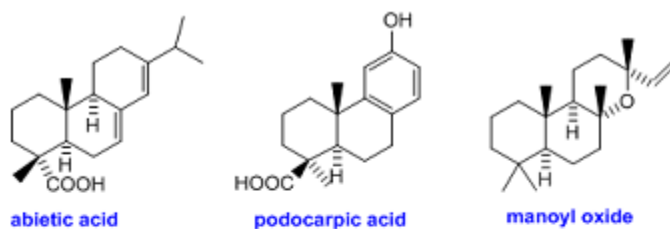
ANNEXE B - EXEMPLES DE QUELQUES MONOTERPÈNES

<p><u>Ocimène</u> (basilic)</p> 	<p><u>Limonène</u> (citron, pin, menthe)</p> 	<p><u>α-pinène</u> (pin)</p> 	<p><u>β-pinène</u> (pin)</p> 
<p><u>Menthol</u> (menthe)</p> 	<p><u>Menthone</u> (menthe)</p> 	<p><u>Terpinéol</u> (lilas)</p> 	<p><u>Isobornéol</u> (pin)</p> 
<p><u>Camphre</u></p> 	<p><u>Nérol</u> (rose, géranium)</p> 	<p><u>Citronellal</u> (citronnelle)</p> 	<p><u>Citronellool</u> (rose)</p> 
<p><u>Myrcène</u> (laurier)</p> 	<p><u>Myrcénol</u> (citron)</p> 	<p><u>Linalol</u> (muguet)</p> 	<p><u>Géraniol</u> (rose)</p> 

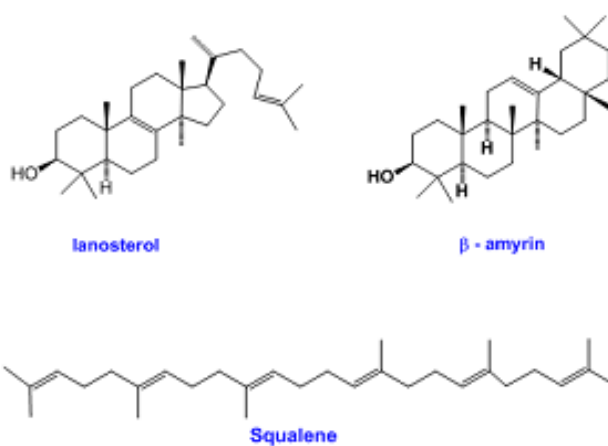
ANNEXE C - EXEMPLES DE QUELQUES SESQUITERPÈNES



ANNEXE D - EXEMPLES DE QUELQUES DITERPÈNES



ANNEXE E - EXEMPLES DE QUELQUES TRITERPÈNES



ANNEXE F - EXEMPLES DE QUELQUES COMPOSÉS AROMATIQUES

