

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

RÉCUPÉRATION DES EXTRAITS DE L'INULE VISQUEUSE

Saïda MESSAOUDI

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

REMERCIEMENTS

A Madame DERRICHE R., je vous adresse mes premiers remerciements pour m'avoir encadré tout au long de ce travail, pour votre aide, disponibilité, et surtout les connaissances scientifiques que vous m'avez transmises.

A monsieur BENYOUSSEF E.H., un grand merci pour avoir accepté de présider ce jury, j'en suis très honorée.

A Madame TCHOULAK A., mademoiselle LOUCIF SEIAD L., et monsieur SELATNIA A., pour m'avoir fait l'honneur d'accepter de faire partie de ce jury et pour l'intérêt que vous portez à ce travail.

A Mlle AMROUCHE S., doctorante au sein du département Génie chimique, vous m'avez apporté beaucoup d'aide, je vous remercie.

A ma famille,

Je tiens à remercier tout particulièrement mes parents, c'est grâce à eux que je suis arrivée là, merci pour tout ce que vous faites pour moi, vous êtes mon soutien au quotidien. Un grand merci à mes sœurs : Hassina, Djamilia, Rachida, Hanane et mon frère Mourad qui m'ont toujours soutenu.

A mes amis,

Ouardia, Naima, Mira, Sonia, Houa, Randa, Missi, Ikbal, Ouassaa, je vous remercie pour tous ces bons moments passés ensemble durant ces années d'études. Et à Slimane et Amir, un grand merci pour votre aide précieuse. Bonnes continuations à tous.

*A tous ceux qui m'ont porté aide pour compléter ce travail, **merci.***

RÉSUMÉ

Le présent travail porte sur l'étude de l'extraction des composés volatils et non volatils (extraits) des feuilles de l'inule visqueuse dans un appareil Soxhlet par des solvants de différentes polarités (méthanol, éthanol, acétate d'éthyle, acétone, hexane), Trois séries d'extraction sont menées : la première en utilisant les feuilles séchées et les différents solvants cités, la deuxième en utilisant une succession de solvants. La troisième en utilisant les feuilles récupérées dans un procédé d'extraction par entrainement à la vapeur d'eau.

Les résultats obtenus ont révélé la richesse des feuilles de l'inule visqueuse en composés polaires, et ont prouvé l'efficacité du méthanol, de l'éthanol et de l'acétate d'éthyle dans l'extraction, ce dernier a montré des rendements importants.

Mots clés : extraction, extraits, inule visqueuse, Soxhlet, solvants.

ملخص

يركز هذا العمل على دراسة استخلاص المركبات المتطايرة و الغير المتطايرة (مستخلصات) من أوراق الإنولا فيزكوزا في جهاز سوكليت مع مذيبات ذات قطبية مختلفة (الميثانول، الإيثانول، خلات الإيثيل، الأسيتون و الهكسان) ثلاثة سلاسل من الإستخلاصات أجريت : الأولى باستخدام الأوراق الجافة ومختلف المذيبات المذكورة، و الثانية باستخدام مذيبات بالتتابع . الثالث باستخدام أوراق جمعت في عملية التقطير بالبخار.

النتائج المتحصل عليها أكدت غنى أوراق الإنولا فيزكوزا بالمركبات القطبية، وأثبتت فعالية الميثانول والإيثانول و خلات الإيثيل، وأظهر هذا الأخير عوائد عالية.

الكلمات المفتاحية: استخلاص، مستخلصات، الإنولا فيزكوزا ، سوكليت ، مذيبات.

ABSTRACT

This work focuses on the study of the extraction of volatile and nonvolatile compounds (extracts) of inula viscosa's leaves in a Soxhlet apparatus with solvents of different polarities (methanol, ethanol, ethyl acetate, acetone, and hexane). Three series of extraction were carried out the first using the dry leaves and various solvents mentioned, the second using a succession of solvents. The third using the leaves collected in a steam distillation.

The results obtained revealed the high potential of inula viscosa in polar compounds, and have proven the effectiveness of methanol, ethanol and ethyl acetate in extraction; the latter one showed high yields.

Key words: extraction, extracts, inula viscosa, Soxhlet, solvents.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	II
RÉSUMÉ.....	III
ABSTRACT	III
TABLE DES MATIÈRES	IV
LISTE DES TABLEAUX.....	VI
LISTE DES FIGURES.....	VII
LISTE DES SYMBOLS ET ABRÉVIATIONS	VIII
LISTE DES ANNEXES.....	IX
INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1 PRÉSENTATION DE LA MATIÈRE VÉGÉTALE.....	3
1.1 Le genre inula.....	4
1.1.1 Usage traditionnel	5
1.1.2 Composition chimique du genre inula	6
1.2 Inule visqueuse.....	8
CHAPITRE 2 LES EXTRAITS VEGETAUX.....	14
2.1 Les extraits végétaux : Définition	15
2.2 Appellations	15
2.3 Les oléorésines : concrètes et résinoïdes.....	16
2.4 Qualité des extraits	17
2.5 Composition chimiques des extraits végétaux	18
2.6 Utilisation des extraits végétaux	20
CHAPITRE 3 MECANISMES ET TECHNIQUES EXTRACTIVES	22
3.1 L'extraction solide/liquide	23

3.1.1	Mécanisme de l'extraction solide /liquide	23
3.1.2	Facteurs influençant les performances de l'extraction	24
3.2	Techniques extractives	26
3.2.1	Méthodes classiques	27
3.2.2	Méthodes alternatives.....	29
3.3	Limitations de l'extraction par solvant.....	32
3.4	Travaux antérieurs.....	32
CHAPITRE 4 MATÉRIEL ET MÉTHODES		34
4.1	Matière végétale- inule visqueuse (inula viscosa L.)	35
4.2	Taux d'humidité	36
4.3	Appareillage et protocole expérimental d'extraction par solvant	37
4.4	Choix du solvant.....	39
4.5	Conditions opératoires.....	40
CHAPITRE 5 RÉSULTATS ET DISCUSSIONS.....		44
5.1	Aspect couleur.....	45
5.2	Rendement des extractions.....	45
5.3	Comparaison des rendements des petites feuilles avec les grandes feuilles	47
5.4	Extraction par succession de solvants	49
5.5	Extraction à partir des feuilles récupérées de l'EVE.....	50
CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS		52
BIBLIOGRAPHIE		53
WEBOGRAPHIE.....		58
ANNEXES		59

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1: Usages traditionnels des espèces du genre inula	5
Tableau 1.2: Paramètres mis en œuvre dans les opérations d'extraction et appellations	16
Tableau 4.1 : Caractéristiques de la plante utilisée	35
Tableau 4.2 : Caractéristiques des solvants utilisés	40
Tableau 4.3 : Conditions opératoires d'extraction par solvant	41
Tableau 4.4 : Conditions opératoires d'extraction par succession de solvants.....	42
Tableau 4.5 : Conditions opératoires d'extraction par solvant muni sur les feuilles utilisées dans l'extraction par EVE.....	42
Tableau 5.1 : Couleurs des extraits obtenus par différents solvants	45
Tableau 5.2 : Rendements d'extraction dans un Soxhlet obtenus dans les études antérieurs.....	47
Tableau 5.3 : Rendement des deux extractions par succession de solvants.....	49

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1: Structure de base de l'alantolactone	7
Figure 1.2: Structures de guaianolides isolés à partir des espèces Inula	7
Figure 1.3 : Structure de base de pseudoguaianolide	7
Figure 1.4 : Structures des flavonoïdes isolés à partir des espèces du genre Inula	8
Figure 1.5 : Inule visqueuse.	10
Figure 2.1 : Principaux paramètres influent sur la qualité d'un extrait	18
Figure 3.1 : Dispositif expérimental d'un extracteur Soxhlet	27
Figure 3.2 : Représentation schématique du comportement de molécules possédant un dipôle en l'absence de champ électrique, sous l'effet d'un champ électrique continu et sous l'effet d'un champ électrique de haute fréquence	30
Figure 3.3: Évolution d'une bulle de cavitation à proximité d'une surface solide	31
Figure 4.1 : Appareil de Dean et Stark.....	36
Figure 4.2 : Schéma de l'extracteur Soxhlet	38
Figure 4.3 : Photo de l'appareil Rotavapor	39
Figure 5.1 : Rendement global d'extrait d'inule visqueuse obtenu par Soxhlet avec l'hexane, l'acétone, l'acétate d'éthyle, l'éthanol, et le méthanol.....	45
Figure 5.2 : Comparaison des rendements obtenus avec les petites et grandes feuilles d'inule visqueuse par extraction dans un Soxhlet	48
Figure 5.3 : Rendements d'extraction par succession de solvants dans le Soxhlet	49
Figure 5.4 : Rendement global d'extrait d'inule visqueuse obtenu par Soxhlet avec l'éthanol, l'acétate d'éthyle et l'hexane, à partir des feuilles récupérée de l'EVE.	51

LISTE DES SYMBOLES ET ABRÉVIATIONS

AOAC	Association of Official Agricultural Chemists
As	Arsenic
CO ₂	Dioxyde de carbone
EVE	Entrainement à la vapeur d'eau
H	Taux d'humidité (%)
ISO	International standardization organization
GF	Grandes feuilles
M	Masse de la matière végétale humide (g)
MS	Masse de la matière sèche (g)
P	Pression (bar)
Pb	Plomb
PF	Petites feuilles
SFE	Supercritical fluid extraction
S/press. atm	Séparation sous pression atmosphérique
T	Température (°C)
UV	Ultraviolet
V _{eau}	Volume d'eau (mL)
Zn	Zinc
ρ _{eau}	masse volumique de l'eau (g/mL)
\$ US	Dollar américain

LISTE DES ANNEXES

Annexe A - Distribution des différentes familles de la flore	59
Annexe B – Petites et grandes feuilles de l’inule visqueuse	61
Annexe C – Conditions opératoires et rendements des différentes expériences	62

INTRODUCTION

Ces dernières années, les plantes aromatiques et médicinales ont suscité beaucoup d'intérêt dans différents domaines. En effet, les substances naturelles extraites de ces plantes ont permis de grandes avancées en raison de leur valeur ajoutée dans la préparation de nombreux produits en particulier dans les domaines nutraceutique, pharmaceutique, la cosmétique et les parfums et leur utilisation est encouragée car les produits équivalents issus de synthèses chimiques ont mauvaise presse parmi le grand public. Les enjeux politiques, économiques, sociétaux, et environnementaux incitent également les industriels à innover sur le plan technologique et à améliorer l'efficacité énergétique et environnementale de leurs procédés, grâce au développement d'une chimie dite verte en remplacement des procédés chimiques traditionnels.

Cependant, En extraction solide-liquide, une des principales questions réside dans la détermination de la teneur initiale de la matrice végétale en soluté, aussi appelée le potentiel plante. Cette donnée est essentielle dès lors que l'on veut établir des bilans matières, parler d'efficacité (rendement du procédé) ou comparer des résultats issus d'essais sur différents lots de plante. Car la matière végétale est une matière évolutive dont la teneur en solutés ne peut être garantie à un instant donné que pour un lot déterminé. L'extraction par solvant dans un Soxhlet est communément admise comme méthode de référence pour pouvoir déterminer le potentiel d'une espèce donnée.

L'inule visqueuse, appartenant à la famille des astéracées et largement distribuée en Algérie, est une plante utilisée en médecine traditionnelle depuis fort longtemps, ses activités thérapeutiques et antiseptiques sont nombreuses mais elles demeurent exploitées d'une façon artisanale. En la comparant à d'autres plantes, peu d'études et recherches scientifiques se sont intéressées à cette plante.

Le présent travail a pour objectif l'étude du potentiel de l'inule visqueuse en procédant par l'extraction dans un Soxhlet et en utilisant différents solvants. De plus un couplage de deux techniques différentes sera mis en œuvre ; l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau sera suivie de l'extraction par solvant. Les extraits obtenus feront l'objet d'une étude ultérieure portant sur l'activité antioxydante de ces extraits [1]. Les résultats de ces études serviront de référence pour les prochaines études penchant vers la chimie verte.

Ce rapport est composé de cinq chapitres :

Le premier chapitre présente la matière végétale utilisée : sa description botanique et ses différentes utilisations.

Le deuxième chapitre est consacré aux extraits végétaux : les différentes appellations, les différents paramètres caractérisant les extraits, la composition et les utilisations.

Dans le troisième chapitre, des notions théoriques sur l'extraction solide/liquide et le transfert de matière sont exposées et sont suivies de la description de quelques techniques d'extraction par solvant classiques et alternatives tout en citant leurs avantages et inconvénients.

Le quatrième chapitre est consacré à la description des matériels et méthodes utilisés. Il englobe trois sous-parties essentielles. La première porte sur la présentation de la matière végétale utilisée, la seconde porte sur la description de la technique d'extraction mise en œuvre ainsi que son principe de fonctionnement et enfin dans la dernière partie les conditions opératoires utilisées pour les différentes expériences menées.

Dans le dernier chapitre, les résultats des différentes expériences sont rapportés et sont suivis des interprétations.

CHAPITRE 1 PRÉSENTATION DE LA MATIÈRE VÉGÉTALE

Introduction

Astéracée est la famille la plus large des plantes à fleurs, connues traditionnellement pour leurs propriétés thérapeutiques. Mais aussi la famille la plus large disponible en Algérie, classée première avec 648 espèces représentant un taux de 15,72% du total des espèces de la flore algérienne et 111 genre, parmi lesquels figure le genre *Inula*. **Annexe A.**

Avec plus de cent espèces. Ce genre est retrouvé en Asie (20 espèces sont distribuées en Chine), Afrique et en Europe, particulièrement dans la région méditerranéenne [2].

L'inule visqueuse (L.) [*Dittrichia viscosa* (L.)], connue localement sous le nom de "Amagraman" est l'une des espèces les plus actives appartenant à ce genre, elle fut utilisée depuis longtemps en médecine traditionnelle pour traiter de nombreuses maladies et malaises.

1.1 Le genre *Inula*

Le nom *Inula* est très ancien et vient du nom de l'espèce *Inula helenium* (L.) qui est généralisé ensuite pour tous les genres, le nom *helenium* découlerait du grec « helen ». La légende antique raconte que la fleur serait née des larmes de la belle Hèlène de Troie [3]. Plus de 590 plantes ont été rapportées appartenir au genre *Inula*, mais 112 seulement correspondent à une appellation reconnue et acceptée [2].

Les inules sont des plantes vivaces, ou bisannuelles, souvent herbacées ou à peine buissonnantes (mais hors Europe, certaines dépassent les trois mètres).

Les feuilles caulinaires sont alternes, plus ou moins nombreuses, entières et ovales.





Les capitules sont terminaux, solitaires ou en corymbe, généralement gros, et les bractées de l'involucre sont disposées sur plusieurs rangs.






Les inules se distinguent des genres voisins par leur caractère non charnu (différence avec *Limbarda*) et leurs capitules solitaires ou en corymbe qui sont dressés et non pas réfractés (différence avec *Carpesium*) [4].

1.1.1 Usage traditionnel

Plusieurs espèces d'inule sont réputées pour leurs valeurs médicinales et sont utilisées en phytothérapie notamment en médecine chinoise. Le tableau 1.1 rapporte les espèces les plus utilisées du genre inula, leurs utilisations et leurs images [2].

Tableau 1.1: Usages traditionnels des espèces du genre inula [2,3], [1,2] Site web.

Espèces	Usages traditionnels	Images
<p><i>Inula helenium</i> (L.)</p>	<ul style="list-style-type: none"> -Un remède familial au Japon. -Une diaphorèse en Europe, en Taiwan et en Chine. -Agent thérapeutique pour la tuberculose et l'entrogastrique chronique. -Les racines sont utilisées dans le traitement de : l'asthme, bronchite, Dermatite atopique, Herpès, flegme sombre 	
<p><i>Inula britannica</i> (L.)</p>	<ul style="list-style-type: none"> -Les fleurs ont été utilisées pour le traitement des troubles digestifs, la bronchite chronique et l'asthme, pleurésie aiguë -Activité antibactérienne, antihépatique et antitumorale 	
<p><i>Inula royleana</i> (L.)</p>	<ul style="list-style-type: none"> -Ses racines possèdent une activité anti-inflammatoire, antibiotique - Traitement de l'hypertension 	
<p><i>Inula racemosa</i> (L.)</p>	<ul style="list-style-type: none"> -Fortifier la rate, réguler la fonction de l'estomac, soulager la dépression, alléger les douleurs rhumatismales particulièrement entre le cou et les épaules 	

<p><i>Inula montana</i> (L.)</p>	<p>-Possède une activité sur le système digestif</p>	
<p><i>Inula salicina</i> (L.)</p>	<p>-Assure une bonne digestion, antidiarrhique</p>	
<p><i>Inula conyza</i> (L.)</p>	<p>-Laxative, vulnéraire</p>	
<p><i>Inula graveolen</i> (L.)</p>	<p>-Asthme avec sécrétions, bronchite, laryngite, mucosités, trachéite, toux, toux spasmodique -Agit contre morsures de serpent</p>	
<p><i>Inula viscosa</i> (L.)</p>	<p>-Activité curative de blessures -Maladies de la vessie</p>	

1.1.2 Composition chimique du genre inula

SECA *et al* [2] ont regroupé les études faites sur les espèces du genre inula et ont rapporté les composés les plus abondants dans ce genre.

Les sesquiterpénoïdes sont retrouvées dans la majorité des espèces inula. Près de 400 sesquiterpénoïdes ont été isolés de ce genre avec des structures uniques et des propriétés anti-tumeur remarquables [5]. Les lactones eudemanolides constituent les groupes majeurs de ces sesquiterpénoïdes. Plusieurs auteurs ont relié l'effet pharmacologique de ces espèces avec les

propriétés que possèdent ces sesquiterpènes : anti-cancer, anti-inflammatoire et antibactérienne [6,7], l'alantolactone est le dérivé eudemanolide le plus abondant [Figure 1.1].

Guaianolides et pseudoguaianolides sont d'autres lactones sesquiterpéniques distribués largement dans le genre inula [Figures 1.2 et 1.3].

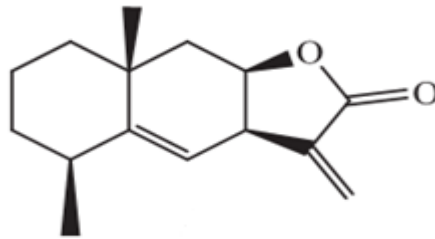


Figure 1.1: Structure de base de l'alantolactone [2]

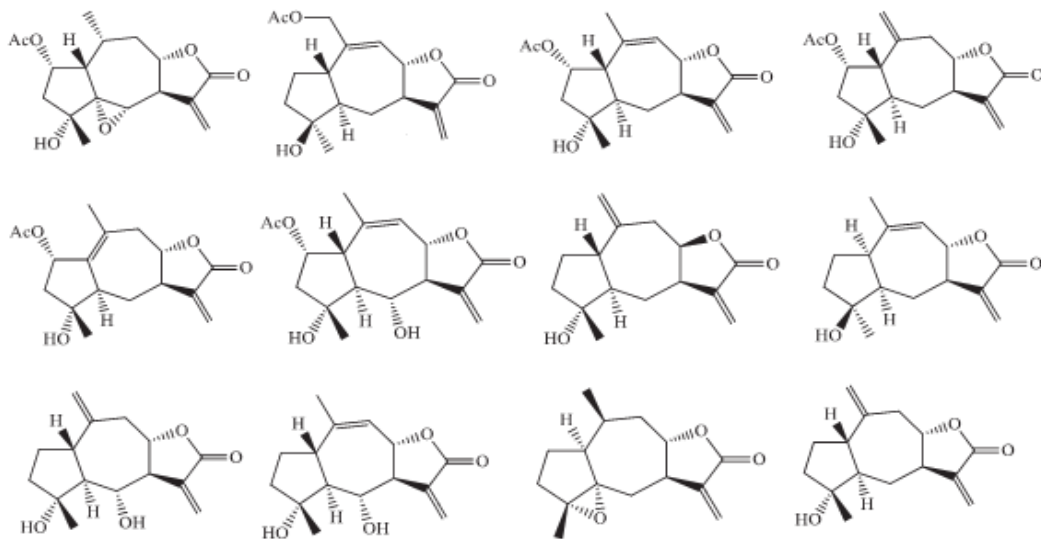


Figure 1.2: Structures de guaianolides isolés à partir des espèces Inula [2]

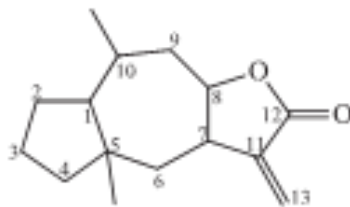


Figure 1.3 : Structure de base de pseudoguaianolide [2]

A côté des sesquiterpénoïdes, de nombreux flavonoïdes ont été isolés, notamment de l'*Inula viscosa* (L.) et l'*Inula britannica* (L.) [Figure 1.4] tels que : La quercétine, spinacétine, lutéoline, 3,3 0-di-O-Méthyl-quercétine. Pour certains composés, des propriétés biologiques intéressantes ont été rapportées comme anti-tumeur, antidiabétique et anti-inflammatoire. Plusieurs autres métabolites secondaires ont été isolés, comme l'acide quinique, le thymol, inulavosin...

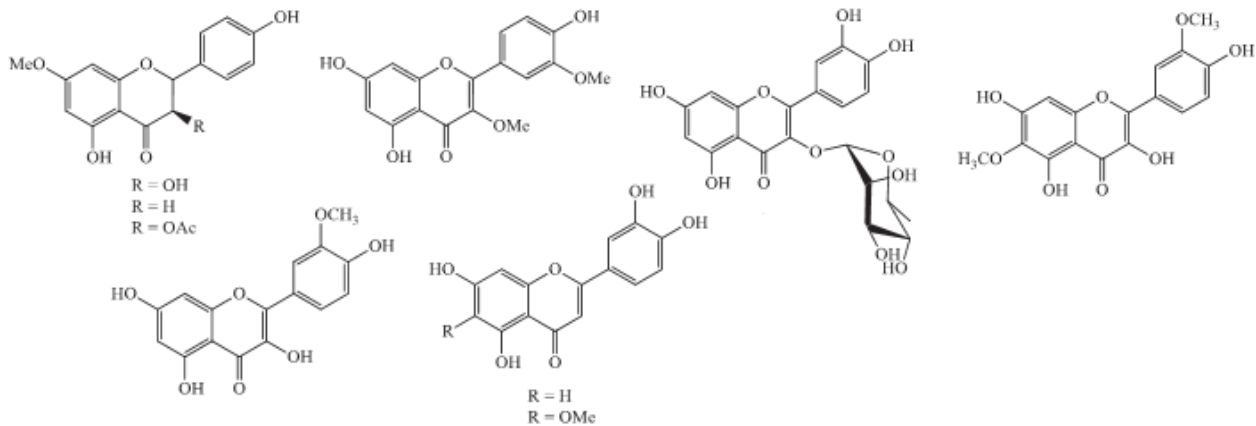


Figure 1.4 : Structures des flavonoïdes isolés à partir des espèces du genre *Inula* [2]

1.2 Inule visqueuse

Inula viscosa (L.) ou *Dittrichia viscosa* (L.) est une plante vivace herbacée des régions méditerranéennes, largement utilisée en médecine traditionnelle, elle s'adapte aux différentes agressions environnementales et fournit en fin de saison du nectar et du pollen en abondance aux abeilles [8].

Fiche d'identité

Inule visqueuse (Anglais = False yellowhead, Woody fleabane).

Noms scientifiques : *Dittrichia viscosa* (L.) Greuter [= *Inula viscosa* (L.) Aiton].

Famille : Astéracées.

Genre : *Inula*.

Sous-espèces : *Inula viscosa* subsp. *Revoluta* (elle pousse uniquement en Portugal).

Inula viscosa var. *angustifolia* (elle pousse en méditerranée) [9].

Floraison : août-novembre.

Nectar : 3.

Pollen : 3, jaune [8].

1.2.1 Milieux et distribution

L'inule visqueuse se rencontre dans les lieux incultes surtout en région méditerranéenne : bords de chemins, décombres, terrains abandonnés, jachères, arrière dunes ou garrigues bien ouvertes. Elle est une plante hémicryptophyte¹ qui peut s'adapter aux climats secs et chauds de l'été [8].

1.2.2 Biologie de l'inule visqueuse

L'inule visqueuse est classée comme nanophanérophyte² [10], ses racines peuvent être assez importantes d'une longueur spécifique de 116 cm/g. Elle est constituée d'une tige droite, avec des bifurcations qui commencent du bas de la tige. Les branches sont nombreuses et inclinées. La partie aérienne est très dense, elle atteint 150cm de hauteur [11].

Les feuilles sont visqueuses d'où le nom « inule visqueuse », elles ont une forme allongée, leurs bordures sont denticulées. Les feuilles matures atteignent des dimensions de 7 x 1,8 cm, et une épaisseur moyenne de 197 µm, la surface spécifique des feuilles est en moyenne de 502 cm²/g [11].

Les feuilles sont situées à côté ou en dessous des fleurs, ces dernières sont nombreuses et rassemblées en grappes composées, l'inule visqueuse a une longue inflorescence, la corolle de ses fleurs jaunes est de 2 cm de diamètre [Figure 1.5].

L'inule visqueuse est bien connue pour sa forte odeur, les jeunes tiges et feuilles sont couvertes de poils glandulaires qui exsudent une huile visqueuse, très odorante. Les poils glandulaires des feuilles sont très denses et ont des structures très complexes, ils secrètent des lipides, des polysaccharides et des protéines pendant la durée de vie de la feuille [12].

1.2.3 Phénologie

L'inule visqueuse commence à pousser à la fin du mois de Mars ou début d'Avril, la croissance s'achève au mois de Mai et les accumulations de l'amidon dans toute la plante se

¹ Plantes vivaces dont les bourgeons persistant durant la mauvaise saison sont situés au niveau du sol. En d'autres mots, leurs parties aériennes meurent entièrement durant la mauvaise saison [3] **Site web**.

² Plante de petite taille dont les bourgeons sont éloignés du sol [4] **Site web**.

terminent en Juin.il existe une deuxième période de croissance en Octobre/Novembre, les feuilles tombent ensuite en Décembre [12].



Figure 1.5 : Inule visqueuse. (A) une panicule montrant ses capitules. (B) capitule détaillée. (C) vue de la plante entière. (D) feuilles denticulées. (E) plantes à fruits.

1.2.4 Culture et Régénération

Les fleurs de l'inule visqueuse sont hermaphrodite³ et sont pollinisées par des insectes, la reproduction se fait via les graines qui sont dispersés par le vent, l'eau ou au cours du mouvement du sol [13]. La germination commence généralement après l'automne mais si les conditions d'humidité sont adéquates elle peut commencer à n'importe quel moment. La germination est

³ Qualifie une fleur qui possède à la fois des étamines et un ou plusieurs pistils. (Par extension) Se dit aussi de la plante qui possède de telles fleurs [5] **Site web.**

favorisée par des températures comprises entre 10 et 24°C et peut se faire même à des périodes de sécheresses grâce à sa grande rétention d'eau.

L'inule visqueuse peut être cultivée par différentes manières :

La première se fait par la collection des graines à la fin du mois d'Octobre, mais le taux de germination dans ce cas est faible ;

Une deuxième méthode, plus rapide, consiste à planter les boutures dans des pots ;

La troisième s'agit de la transplantation de la plante entière en Février- Mars [14].

1.2.5 Composants et métabolites secondaires

L'inule visqueuse produit des sucres solubles, de l'amidon, des lipides, et de l'azote, les sucres solubles sont produits durant la période de croissance en été et la période de sécheresse qui suit, et déclinent juste après.

L'amidon est accumulé dans toutes les parties de la plante pendant la croissance allant de Mars à Juin, après cette période il est épuisé et peut être transformé en carbohydrates solubles si le climat est agressif.

Les lipides sont accumulés dans les jeunes feuilles en phase de développement à partir du mois d'Avril, l'accumulation s'achève en été notamment dans la période de sécheresse [12].

Les plus fortes concentrations en azote sont enregistrées en hiver et en printemps, elles sont influencées par l'addition des fertilisants et l'exposition à la lumière mais ne sont pas affectées par le manque d'eau [15].

L'inule visqueuse est riche en métabolites secondaires comme les flavonoïdes, les sesquiterpènes et les huiles essentielles, plus de 80 huiles ont été identifiées dans les fleurs et les feuilles. Les composants majeurs trouvés sont : le bornéol, cadinene, eudesmol, cadinol, fokienol, oxyde de caryophyllène, acide isocostique [16].

Les parties aériennes de cette espèce contiennent des triterpénoides tels que les alcools, les acétates ou les esters méthyliques, ses feuilles sont dominées par les sesquiterpènes oxygénés et les flavonoïdes, quant aux fleurs, elles sont riches en monoterpènes, en composés aromatiques oxygénés et en hydrocarbures.

Les teneurs en monoterpènes et sesquiterpènes dépendent de l'environnement où pousse la plante (montagneux ou à proximité de la mer) [12].

1.2.6 Effets thérapeutiques et utilisations

Applications pharmacologiques

Depuis longtemps, l'inule visqueuse fut utilisée pour traiter les blessures (en stoppant le saignement), les malaises intestinaux [17], l'hypertension et la bronchite (Maroc), le cancer et l'anémie (Moyen Orient), les irritations de la peau d'origine allergiques et du psoriasis (Italie) [2].

Actuellement, plusieurs activités de cette plante sont mises en valeur tels que l'activité antiradicalaire, antifongique, antidiabétique, antiviral... [18].

Application dans la parfumerie

Le bornéol, l'acétate de bornyle et l'acétate d'isobornyle sont des ingrédients utilisés dans les parfums qui peuvent être isolés à partir des huiles essentielles et des oléorésines de l'inule visqueuse [19].

Phytomanagement ⁴contre la pollution et les sols contaminés

L'inule visqueuse a une grande habilité de pousser dans des sols riches en nickel, magnésium ou arsenic [10, 13], ce qui lui confie un grand potentiel comme plante bioaccumulatrice. En effet, dans une étude menée par *Conesa et al* dans les marais méditerranéennes polluées par les déchets miniers, l'inule visqueuse avait les concentrations les plus élevées en métaux et en arsenic parmi 21 espèces analysées (~270 mg/kg Pb, ~640mg/kg Zn, ~23 mg/kg As) [10].

Application dans la lutte biologique

La lutte biologique est une méthode de lutte contre les insectes et les organismes néfastes en utilisant certaines plantes appelées agents de lutte biologique. Ces plantes sont introduites aux bords des champs ou même à l'intérieur.

⁴ Le phytomanagement englobe les techniques de génie végétal dédiées à la protection et la dépollution des eaux et des sols [6] **Site web**.

L'inule visqueuse peut être utilisée comme plante accompagnante car elle améliore la défense chimique des autres plantes cultivées grâce à ses caractéristiques allélopathiques [20], elle peut aussi être utilisée comme plante d'insectarium car elle attire et retient des populations d'ennemis naturels et de ravageurs grâce à sa longue période de floraison et sa forte odeur [21].

Inhibiteur de corrosion

Nawafleh et al ont montré que l'extrait de l'inule visqueuse inhibe la corrosion du cuivre, l'efficacité de l'inhibition a atteint 86,49% avec 7mL de l'extrait, ces auteurs ont constaté aussi que le taux d'inhibition augmente avec la concentration de l'extrait et la température [22].

CHAPITRE 2 LES EXTRAITS VEGETAUX

Introduction

L'histoire des extraits a commencé bien longtemps. Déjà au XVIème siècle, le célèbre médecin Paracelse expérimentait en essayant d'extraire avec différents solvants ce qu'il appelait «principe actif » ou « force » des plantes [7] **Site web**.

Aujourd'hui, l'utilisation des plantes sèches et pulvérisées en capsule s'est popularisée notamment dans les grandes villes grâce à leurs stabilités. Cependant, étant donné que ces plantes n'ont pas subi d'extraction, leurs principes actifs restent séquestrés dans les cellules végétales. C'est pourquoi le monde tourne actuellement vers les extraits qui renferment tout le potentiel curatif des plantes et permettent d'isoler les composés à haute valeur ajoutée.

2.1 Les extraits végétaux : Définition

Les extraits végétaux sont des préparations obtenues par l'action extractive d'un solvant approprié sur une plante ou une partie de plante, le plus souvent sèche et broyée. Ils contiennent les composés de la plante solubilisés par le solvant utilisé [8] **Site web**.

2.2 Appellations

Pour une même plante, les conditions et les méthodes employées amènent à différents types d'extraits. Le **tableau 1.2** rassemble quelques appellations d'extraits en fonction des procédés et des propriétés caractéristiques mises en œuvre. On remarque qu'un même procédé d'extraction n'amène pas toujours à la même appellation.

Il existe également sur le marché de nombreuses appellations technico-commerciales en fonction des propriétés biologiques (extrait diurétique), de la composition (extrait titré en polyphénols), des solvants utilisés (extrait hydro-alcoolique), de l'origine botanique (extrait de Ginkgo) ou en combinaison (extrait hydro-alcoolique de ginkgo par exemple) [8] **Site web**.

Tableau 1.1: Paramètres mis en œuvre dans les opérations d'extraction et appellations [23].

Techniques	Propriétés	Produits fabriqués
Evaporation Déshydratation - Séchage Concentration de miscella (S/pres. atm. ou réduite) Concentration de jus de fruits	Volatilité	Résinoïdes, concrètes Oléorésines
Distillation Rectification (S/pres. atm. ou réduite) Distillation sèche		Isolats, déterpénés Huile empyreumatique
Co-distillation Avec eau (S/pres. atm. ou en surpression) Hydrodistillation et à vapeur humide Vapeur sèche Avec un autre fluide (S/pres. atm. ou réduite) Alcool Polyols		Huiles essentielles Eaux aromatisées Alcoolats Distillats moléculaires
Extraction liquide / solide Solvant conservé : Corps gras Alcool Solvant éliminé: Fluide liquide Fluide liquéfié (ou supercritique)	Solubilité	Pommade Infusion – Teinture } Concrète, résinoïde
Extraction liquide / liquide Discontinue Continue		Essences déterpénées
Cristallisation après concentration partielle et refroidissement		Menthol – Anéthol
Broyage – tamisage	Formes et taille des particules	Huiles essentielles d'agrumes
Expression – Filtration		
Glaçage – Filtration		
Séparation au moyen de membranes		
Séparation chromatographique Décoloration	Adsorption	Huiles essentielles Absolues

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés aux oléorésines : les extraits obtenus par extraction par solvant suivie d'une distillation sous vide.

2.3 Les oléorésines : concrètes et résinoïdes

Les extraits obtenus à l'aide de solvants organiques volatils sont plus complets que les huiles essentielles car ils contiennent non seulement les composés volatils mais aussi d'autres

constituants qui n'étaient pas entraînés par la vapeur d'eau (triglycérides, cires, colorants de nature lipidique et composés sapides). Les oléorésines regroupent deux types de produits selon l'état de la matière végétale utilisée :

Les concrètes : extraits à odeur caractéristique, obtenus à partir d'une matière première fraîche d'origine végétale, par extraction au moyen d'un solvant non aqueux, suivie de l'élimination de ce solvant par des procédés physiques.

Les résinoïdes : extraits à odeur caractéristique, obtenus à partir d'une matière première sèche d'origine naturelle, par extraction à l'aide d'un solvant non aqueux.

Le terme "oléorésine" désigne indifféremment l'un ou l'autre de ces deux extraits [24], [9] **Site web.**

2.4 Qualité des extraits

La diversité et la complexité des extraits végétaux rendent le choix des processus d'obtention délicat. La méthode choisie ne doit pas conduire à la discrimination entre les composés polaires et apolaires, ni induire de réactions biochimiques, de dégradations thermiques, d'oxydation, de réduction, d'hydrolyse ou de changement de pH. Pour cela, différents paramètres et propriétés sont à prendre en compte [24].



Figure 2.1 : Principaux paramètres influent sur la qualité d'un extrait [10] **Site web.**

- **Matière première**

Choix des plantes : Seules les plantes saines de l'espèce recherchée doivent être récoltées.

Mode de cueillette : les fleurs, feuilles, bourgeons et petites baies peuvent être cueillies par un simple arrachement à la main. Les tiges, les racines et écorces sont récoltées de préférence avec un petit couteau ou un sécateur. Cette méthode est plus écologique et permet d'obtenir des extraits de meilleure qualité.

Stade végétatif : La récolte doit avoir lieu pendant le stade végétatif quand la plante est plus riche en métabolites secondaires. Ce moment varie d'une plante à une autre.

Partie de la plante utilisée : Les diverses parties d'une même plante (fleur, feuille, tige, écorce, racine, etc.) peuvent produire des extraits différentes [25, 26].

- **Procédé**

Plusieurs facteurs interviennent dans le procédé d'extraction par solvant et influencent sur le rendement ainsi que la qualité de l'extrait obtenu, une pression trop élevée entrainera l'extraction de composés de masse moléculaire élevée (chlorophylle...). L'élévation de la température peut conduire à l'extraction des composés nuisibles et la dégradation thermique du soluté [27].

- **Solvant**

Il n'y a pas de solvant type pour une extraction, mais la nature de ce dernier conditionne l'efficacité de l'extrait. L'ajout d'un co-solvant avec proportion adéquate augmente le rendement et l'efficacité de l'extrait. Le choix du solvant doit donc se faire avec minutie afin de retenir les constituants recherchés dans le produit fini [28, 29].

2.5 Composition chimiques des extraits végétaux

L'extraction consiste à solubiliser des molécules d'intérêts dans des solvants. Les composés organiques ainsi extraits appartiennent à différentes familles de molécules comme les glucides (oligosides, monosides et dioses), les peptides, les acides aminés. D'autres composés appartiennent au métabolisme secondaire de la plante, les plus cités sont :

Les alcaloïdes : Le mot alcaloïde vient de l'arabe "Al kali " : potasse et du grec eidos : forme. Un alcaloïde est une substance organique d'origine végétale, azotée, généralement

hétérocyclique, et à caractère alcalin. La morphine était le premier alcaloïde isolé dans l'opium (vers 1805). Puis la strychnine (1818) et la caféine (1819) [11, 12] **Site web**. 12 000 alcaloïdes de structures différentes ont été identifiés, leurs activités biologiques sont diverses (toxiques ou thérapeutiques) : anticancerux (le taxol), poison (strychnine), stimulant (caféine)... [30].

Les polyphénols : Les polyphénols constituent une famille de molécules largement présente dans le règne végétal. Ils sont caractérisés par la présence d'un ou de plusieurs cycles benzéniques portant une ou plusieurs fonctions hydroxyles et sont généralement à masse moléculaire élevée. Ces composés présentent des propriétés redox qui leur permettent d'agir soit comme agents réducteurs (donneur d'hydrogène), piègeur de l'oxygène ou des chélateurs de métaux [31]. Ils sont aussi impliqués dans les réactions de défense de la plante, dans la communication interbiotique interspécifique (plante/insectes, plante/microorganismes, plante/plante) ou intraspécifiques (communication entre les plantes, signaux d'alertes...) ou encore dans la protection de la plante contre les effets délétères des UV [32].

Plusieurs milliers de composés phénoliques ont été caractérisés jusqu'à aujourd'hui chez les végétaux et sont regroupés en de nombreuses classes tels que les acides hydroxycinnamiques, les flavonoïdes, les stilbènes... [33].

Les terpènes et dérivés : Les terpènes sont une classe d'hydrocarbures, produits par de nombreuses plantes, leur formule de base est $(C_5H_8)_n$. Ils peuvent être acycliques, polycycliques, et aussi aromatique. Leurs propriétés chimiques, physiques et biologiques dépendent de la taille de leurs structures et les groupes fonctionnels présents [13] **Site web**.

La famille des terpènes comprend des hormones (acide abscissique), des pigments caroténoïdes (carotène et xanthophylle, des stérols, des dérivés de stérols. le latex qui est à la base du caoutchouc naturel), ainsi qu'une grande partie des huiles essentielles. De nombreux composés terpéniques possèdent à la fois une valeur commerciale considérable et des rôles physiologiques importants [34].

2.6 Utilisation des extraits végétaux

Les extraits de plantes ont l'avantage de concentrer toute la richesse d'une plante en un volume réduit. De plus, les substances présentes peuvent être titrées et dosées ce qui apporte aux consommateurs une certitude des principes actifs présents [10] **Site web**. De ce fait, le marché des

extraits végétaux a vu une croissance continue notamment ces dernières années, il est constitué de trois segments principaux :

La pharmacologie (50% du marché des extraits végétaux) :

Le marché mondial des médicaments à base de plantes a été estimé à 33 milliards \$ US en 2013, enregistrant un taux de croissance annuel de 11 %. Plus de 2618 substances chimiques pures sont extraites à partir des plantes et ont été testées pour leurs propriétés pharmacologiques [14,15] Site web.

Les médicaments phytothérapeutiques sont préparés de plus en plus à partir d'extraits végétaux, ces derniers peuvent être utilisés tel qu'ils sont pour la préparation des médicaments liquides (teintures, gouttes ou sirop), ou traités par évaporation pour éliminer le solvant, après quoi l'extrait sec sera transformé en comprimés ou en capsules ou incorporé dans des pommades ou des suppositoires. À titre d'exemple voici quelques activités thérapeutiques des extraits de l'inule visqueuse :

Activité anti inflammatoire due à la présence des sesquiterpénoïdes et permettant de guérir les maladies liées à la peau ;

Activité antiradicalaire, les extraits protègent contre la peroxydation des lipides et neutralisent les radicaux superoxydes, ils ont aussi des effets antiulcerogéniques et abortifs ;

Activité antifongique, antidiabétique, antipyrétique, antiphlogistique, antiviral et antiseptique [18]. *Akkawi et al* ont montré récemment que l'extrait de l'inule visqueuse possède une forte activité anti-paludisme [35].

L'agro-alimentaire (30% du marché des extraits végétaux) :

Les extraits sont très utilisés dans l'industrie alimentaire pour l'élaboration de couleurs et d'arômes naturels mais aussi pour leurs richesses en polyphénols (Anthocyanes, tanins, acides hydroxybenzoïques et hydroxycinnamiques, vanilline, thymol, tocophérols, tocotriénols, quinones...) dont les propriétés intéressent vivement ce secteur.

Ils sont responsables du brunissement, impliqués dans les sensations d'astringence et dans l'amertume, mais également molécules aromatiques et colorées, les polyphénols exercent un effet majeur sur les caractères organoleptiques des produits.

Par leurs propriétés antiseptiques, antibactériennes, antifongiques..., les polyphénols peuvent avoir une incidence sur la conservation des produits alimentaires.

Les propriétés antioxydantes ou anti-inflammatoires des polyphénols participeraient à la préservation de la qualité des produits alimentaires [36], [16] **Site web**.

La cosmétologie (20% du marché des extraits végétaux) :

Les extraits de plantes jouent un rôle fondamental en cosmétologie naturelle, du fait de leur richesse en agents actifs, les extraits sont employés dans presque toute la gamme de produits de soin pour le corps (des crèmes aux shampoings).

Voici quelques exemples d'extraits de plantes utilisés fréquemment en cosmétologie :

L'aloé vera pour hydrater et adoucir la peau,

Le bleuet pour ses puissantes vertus anti-inflammatoire et décongestionnantes,

La rose pour resserrer les pores,

La sauge pour ses vertus antiseptiques et astringentes [17, 18] **Site web**,

Les extraits végétaux sont aussi utilisés dans d'autres secteurs comme la nutrition (compléments alimentaires), la chimie verte, les biomatériaux, inhibiteurs de corrosion.

Les extraits : Inhibiteurs de corrosion.

De nombreuses études se sont intéressées dernièrement au caractère anticorrosif des extraits de plantes. Les résultats obtenus ont montré clairement que les extraits peuvent être une source d'inhibiteurs, écologiques (biodégradables et non toxiques) qui garantissent une efficacité élevée. Ils protègent les métaux dans l'environnement acide et peuvent remplacer les produits chimiques toxiques utilisés actuellement [37, 87, 39].

**CHAPITRE 3 MECANISMES ET TECHNIQUES
EXTRACTIVES**

Introduction

L'origine de l'extraction de principes actifs végétaux remonte à très loin. L'homme a en effet découvert très tôt les bienfaits des végétaux et les premières techniques pour en retirer ce que l'on appelle aujourd'hui un "extrait". Les premiers extraits sont obtenus principalement par distillation aqueuse ou fermentation alcoolique, les méthodes d'extraction ont évolué au fil du temps grâce aux avancés du génie des procédés : les ultrasons, les micro-ondes, les hautes pressions sont devenues, aujourd'hui, des termes fréquents dans l'extraction végétale.

Dans ce chapitre, nous nous limiterons à la présentation de quelques techniques d'extraction par solvant.

3.1 L'extraction solide/liquide

L'extraction solide/liquide est une opération de séparation d'un ou plusieurs constituants solides ou liquides contenus dans un corps solide par solubilisation dans un fluide. Ce fluide, appelé généralement solvant, peut être un liquide ou un gaz (vapeur d'eau ou fluides supercritiques) [40].

Pour la thermodynamique, le corps solide est un mélange homogène à l'équilibre c'est-à-dire qu'il ne subit pas de modification en absence de perturbation extérieur. En extraction solide/liquide, l'apport d'une énergie thermique et mécanique crée un déséquilibre, les molécules actives présentes dans la plante (soluté) diffusent alors vers l'extérieur sous l'effet du gradient de concentration en soluté entre la solution au voisinage intime de la phase solide (plus concentrée) et la phase liquide. L'opération s'achève quand les concentrations des deux côtés deviennent égales. Par contre si la phase liquide est continuellement renouvelée, la diffusion se poursuit jusqu'à épuisement de la phase solide [41].

3.1.1 Mécanisme de l'extraction solide /liquide

L'extraction solide/liquide est réalisée par contact intime entre le solide et le solvant. Le transfert de matière est non stationnaire grâce à la concentration du soluté dans le solide qui varie sans interruption, ce transfert passe par différentes étapes qui sont les suivantes :

- La diffusion du solvant au sein de la matrice solide,
- La dissolution du soluté dans le solvant,

- La diffusion du soluté dissous dans le solvant de la matrice solide vers la surface,
- Le transfert par convection ou diffusion du soluté contenu dans la solution près du solide vers la masse restante du solvant.

Dans le cas de la plupart des végétaux, c'est l'étape du transfert du solvant à travers la matrice solide qui constitue l'étape limitante. En effet, la microstructure naturelle des végétaux génère une mauvaise aptitude quant à la diffusion interne des liquides [42].

3.1.2 Facteurs influençant les performances de l'extraction

Taille des particules

Les auteurs s'accordent sur l'effet généralement positif du broyage sur les opérations d'extraction. Le broyage du solide permet d'augmenter la surface spécifique et réduire la distance de pénétration dans le matériel [42]. La diminution de la taille des particules permet aussi d'augmenter le gradient de concentration et d'intensifier l'opération de transfert [43].

Cependant, la finesse des particules est limitée car un broyage intense peut conduire à l'évaporation des composés volatils et la suppression des éléments actifs. Les particules très fines réduisent la perméabilité du lit solide et créent ainsi des chemins préférentiels bloquant ainsi le processus d'extraction dans des endroits où le solvant ne peut pas circuler.

Nature du solvant

Un solvant est, par définition, une substance qui a le pouvoir de former avec d'autres substances une solution homogène [44], le choix du solvant se base sur plusieurs critères : sélectivité, température d'ébullition peu élevée, faible viscosité, ininflammable, non explosif, caractéristiques économiques [27]. Le solvant doit aussi avoir un bon pouvoir solubilisant et extractant des composés intéressés.

Pouvoir de solubilisation

Le pouvoir de solubilisation d'un solvant est rattaché à sa polarité et son hydrophilie, ces dernières sont notamment révélées par :

- La présence de groupes fonctionnels dissociant,
- Le potentiel de liaison hydrogène et la faculté de mise en commun d'électrons

Les substrats végétaux peuvent atteindre des teneurs en eau dépassant les 80% pour les matières fraîches, par conséquent l'affinité eau/solvant conditionne la diffusion dans les tissus riches en eau interstitielle et dans les cellules où l'eau libre est abondante.

La polarité d'un solvant est un indicateur de son affinité vis-à-vis de l'eau, une forte polarité se traduit soit par une action directe du solvant sur les constituants polaires du contenu cellulaire, soit par une solubilisation de certains de ces constituants ou encore par une rupture des interactions [45].

L'estimation du pouvoir solubilisant ne doit pas se reposer sur la seule solubilité (ou l'insolubilité) des corps purs dans le solvant .mais doit tenir compte que les principes existent dans la plante, le plus souvent, sous forme de complexes ce qui modifie les solubilités, ainsi une substance insoluble dans l'eau à l'état pur pourra se trouver en abondance dans un soluté aqueux végétal [46].

Le pouvoir extractant :

Le pouvoir extractant est défini par la capacité du solvant à pénétrer et à diffuser dans la structure végétale, il est lié au pouvoir solvant ainsi que la sélectivité chimique et peut être apprécié par :

- La capacité de pénétration qui dépend de la tension superficielle et de la viscosité,
- La capacité de diffusion.

La diffusion a lieu grâce au gradient de concentration du soluté dans le solide (végétal) et la phase liquide (solvant), elle est accélérée par une viscosité faible et une masse volumique peu élevée, Ces derniers paramètres permettent aussi de faciliter l'agitation du solvant et d'améliorer sa séparation mécanique [27, 41].

La température

L'élévation de la température permet généralement d'augmenter le rendement, en effet :

- La chaleur facilite l'extraction en perméabilisant les parois cellulaires par dénaturation,
- La gamme des hautes températures usuelles, augmente la solubilité des matières à extraire,

- Elle augmente les coefficients de diffusion,
- enfin, elle diminue la viscosité des solvants d'extraction, ce qui facilite non seulement le passage du solvant à travers la masse de substrat solide, mais aussi les opérations ultérieures de séparation [42].

Cependant, la température opératoire est limitée par les risques d'extraire des composés nuisibles, de dégradation thermique du soluté et par la sécurité de l'installation. Par conséquent, la température ne peut pas être augmentée indéfiniment et un compromis doit alors être déterminé pour optimiser l'extraction [27].

Durée d'extraction

Les quantités de substances extraites sont fonction du temps de séjour du matériel au sein du solvant (temps nécessaire à la pénétration du solvant à l'intérieur des vacuoles, dissolution du composé etc.) [42]. La durée d'extraction dépend du procédé utilisé et de l'objectif de l'extraction. Si l'objectif est d'extraire toutes les substances chimiques présentes dans la matière végétale pour les identifier l'extraction doit être poussée vers des temps longs. Et si on s'intéresse au rendement tout en tenant compte de la consommation énergétique, la durée d'extraction est un optimum à déterminer.

3.2 Techniques extractives

L'extraction par solvant organique volatil reste la méthode la plus pratiquée. Les solvants les plus utilisés à l'heure actuelle sont l'hexane, cyclohexane, éthanol, méthanol, moins fréquemment le dichlorométhane et l'acétone [47, 48]. Cependant il existe plusieurs techniques pour l'extraction des concrètes et des oléorésines, ces techniques peuvent être subdivisées en techniques dites conventionnelles (extraction par Soxhlet, macération avec un mélange alcool-eau, extraction en batch) et en techniques nouvelles (extraction par solvant accéléré, extraction par fluide supercritique)

Le choix de la méthode la mieux adaptée à l'extraction se fait en fonction de la nature de la matière végétale à traiter, des caractéristiques physico-chimiques de l'extrait et de son usage [49].

3.2.1 Méthodes classiques

3.2.1.1 Extraction dans un Soxhlet

L'extraction par Soxhlet, employé pendant longtemps, est une technique standard et la référence principale pour évaluer la performance d'autres méthodes d'extraction solide-liquide. Il s'agit d'une technique générale et bien établie, et qui dépasse en performance les autres techniques conventionnelles d'extraction, excepté dans le cas de l'extraction des composés thermolabiles [50].

Le système Soxhlet est constitué par un ballon, un Soxhlet et un réfrigérant (**figure 3.1**). La matière végétale est placée dans une cartouche, le ballon est rempli d'un volume adéquat de solvant frais et placé dans un chauffe-ballon. Les vapeurs du solvant sont condensées et descendent sous forme liquide dans la cartouche contenant la plante. Quand le liquide atteint le niveau de débordement, un siphon aspire la solution de la cartouche et la décharge de nouveau dans le ballon à distiller, portant les corps dissous extraits dans le liquide en bloc. Dans le ballon, le corps dissous (soluté) est séparé du solvant par distillation. Le soluté reste dans le flacon et le solvant frais passe de nouveau dans le lit de solide. L'opération est répétée jusqu'à ce que l'extraction complète soit réalisée.

L'extraction par Soxhlet dépend fortement des caractéristiques de la matrice solide et de la dimension des particules vu que la diffusion interne est souvent l'étape limitante pendant l'extraction [51].

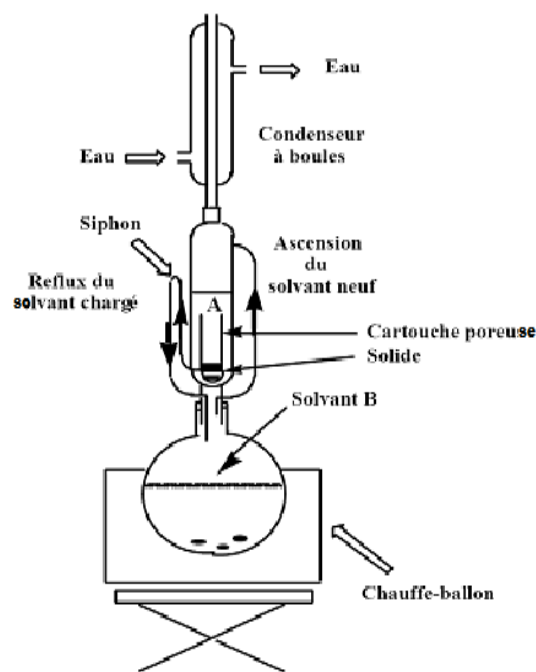


Figure 3.1 : Dispositif expérimental d'un extracteur Soxhlet

Les avantages du Soxhlet sont les suivants :

- L'échantillon entre rapidement en contact avec une portion fraîche de solvant, ce qui aide à déplacer l'équilibre de transfert vers le solvant.
- Une bonne reproductibilité, efficacité et aisance lors de la manipulation des extraits
- Le maintien d'une température relativement élevée d'extraction avec la chaleur du ballon à distiller,
- Aucune nécessité de filtration après l'extraction. En outre, la méthode de Soxhlet est très simple et bon marché.

Les inconvénients les plus significatifs de cette méthode sont :

- la durée importante d'extraction et la grande quantité de solvant consommée, ce qui conduit non seulement à des pertes économiques mais pose aussi des problèmes sur le plan environnemental.
- Les échantillons étant portés à haute température pendant une période relativement longue, le risque de thermodestruction de certains composés n'est pas à négliger si la matière végétale contient des composés thermolabiles.
- Etant donné la grande quantité de solvant utilisée, l'étape postérieure d'évaporation/concentration devient limitante. Des échauffements locaux sont également possibles [28].

3.2.1.2 Extraction en contact avec le solvant en batch

Dans ce mode d'extraction, la matrice végétale est immergée dans le solvant pendant un temps suffisamment lent pour atteindre l'équilibre. L'extrait est ensuite collecté pour être purifié [52]. L'avantage majeur de l'extraction en mode batch par agitation devant le Soxhlet est la possibilité de travailler facilement avec des mélanges de solvants (par exemple diverses proportions alcool-eau) et de contrôler la température d'extraction, en évitant le risque de destruction des composés thermolabiles. C'est une méthode simple et efficace mais qui exige des procédures postérieures de filtration et de concentration relativement longues [52].

3.2.2 Méthodes alternatives

3.2.2.1 L'extraction accélérée par solvants

L'extraction accélérée par solvants est une technique qui utilise les solvants conventionnels à des températures (50 – 200 °C) et des pressions (100 – 150 bar) élevées. La pression est maintenue assez élevée pour maintenir le solvant à l'état liquide à température élevée tout en restant au-dessous des conditions critiques. Les avantages de cette technique devant les techniques conventionnelles sont les suivants : on évite les échauffements locaux et on consomme de plus petites quantités de solvant en comparaison à l'extraction par Soxhlet et par batch avec agitation. Ses inconvénients sont liés à la non sélectivité, ce qui impose des procédures supplémentaires de nettoyage des extraits. Les températures opératoires élevées peuvent mener à une dégradation des solutés thermolabiles [54].

3.2.2.2 Extraction par fluide supercritique

L'état supercritique d'un composé organique pur est atteint lorsque celui-ci est placé dans des conditions de pression et de température supérieures aux valeurs de ses points critiques. Au-delà de ces valeurs le fluide est dit supercritique et possède des propriétés à la fois proche d'un gaz et d'un liquide qui vont être intéressantes pour l'extraction de molécules à partir de matière végétale [55], les avantages principaux de cette méthode sont :

- la puissance de dissolution d'un solvant liquide supercritique dépend de sa densité, qui est fortement réglable en changeant la pression ou/et la température
- le fluide supercritique a un coefficient de diffusion plus élevé et une tension superficielle plus faible ainsi qu'une viscosité inférieure à celle d'un solvant liquide, menant à un transfert de masse plus favorable [42].

La SFE est principalement utilisé avec le CO₂ supercritique, car celui-ci est peu coûteux (sous-produit de l'industrie), non-inflammable, largement présent dans l'atmosphère, facile à éliminer et nécessite des conditions critiques faciles à atteindre (T = 31.1°C, P = 73.8 bar). Cependant le CO₂ supercritique est hydrophobe, il est souvent ajouté à un solvant polaire (éthanol, méthanol) pour extraire les composés polaires.

3.2.2.3 Extraction assisté par micro-ondes

L'efficacité de cette technique réside dans son principe de chauffage qui est dû à deux phénomènes qui interviennent simultanément : la conduction ionique et la rotation dipolaire

La conduction ionique est due à la migration électro phorétique des ions dans un champ électromagnétique. La résistance du milieu à ces courants ioniques induit des frictions libérant de la chaleur par effet Joule.

La rotation dipolaire correspond au phénomène d'alignement/réalignement des molécules possédant un dipôle dans un champ électrique alternatif de haute fréquence (**Figure 3.2**). En l'absence de champ électrique, ces molécules sont orientées aléatoirement. Sous l'effet d'un champ électrique continu, les molécules s'orientent dans la direction du champ électrique.

Les mouvements de réalignement vont être perturbés par les liaisons qui existent entre les molécules (liaisons hydrogène, liaisons de Van der Waals) induisant des frictions entre molécules et par conséquent une libération d'énergie thermique [55].

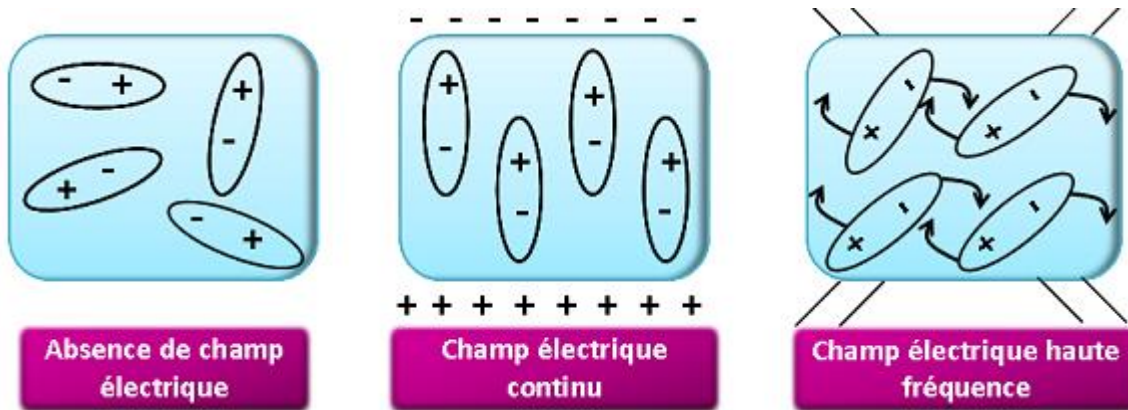


Figure 3.2 : Représentation schématique du comportement de molécules possédant un dipôle en l'absence de champ électrique, sous l'effet d'un champ électrique continu et sous l'effet d'un champ électrique de haute fréquence [55]

Cette technique a montré l'augmentation des rendements et minimiser les temps d'extraction [56, 57].

3.2.2.4 Extraction par ultrason

Les ultrasons sont des ondes vibrationnelles mécaniques de fréquence allant de 16 KHz à 1 GHz pouvant se propager dans les solides, les liquides et les gaz. La propagation des ondes, dans un milieu liquide, va générer des cycles successifs de compression (haute pression) et de raréfaction (basse pression) [58]. Cette différence de pression permet de créer des mouvements moléculaires et d'augmenter la distance entre elles pendant la raréfaction. Ainsi, des bulles de cavitation se forment et deviennent asymétrique à proximité d'une surface solide ce qui permet de projeter des jets de liquide à très grande vitesse (**figure 3.3**) [59]. Dans le cas d'une matrice végétale, ces jets de liquides vont percer les parois végétales et permettre ainsi la libération des molécules dans le milieu liquide [58].



Figure 3.3: Évolution d'une bulle de cavitation à proximité d'une surface solide [59]

Les principaux avantages de l'utilisation des ultrasons dans l'extraction solide-liquide incluent :

- L'augmentation de la cinétique et du rendement d'extraction,
- Réduction de la température de fonctionnement permettant l'extraction des composés thermolabiles,
- Faible coût de l'appareillage et facilité de l'opération par comparaison à d'autres nouvelles techniques d'extraction telles que l'extraction assistée par micro-ondes,
- Possibilité d'utilisation de n'importe quel solvant ce qui permet d'intervenir dans l'extraction d'une large variété de composés naturels [42].

Cependant une dispersion non homogène de la phase solide peut contribuer à l'atténuation des ondes ultrasons, et la zone qui subit les ultrasons est alors restreinte à une zone localisée près de l'émetteur ce qui peut réduire le rendement d'extraction [58].

3.3 Limitations de l'extraction par solvant

Bien que l'extraction par solvant présente de nombreux avantages, elle est confrontée à quelques limitations liées essentiellement à :

- Coûts chers à cause du prix de l'équipement et de la grande consommation de solvants.
- le manque de sélectivité : de ce fait, de nombreuses substances lipophiles peuvent se retrouver dans les concrètes (huiles fixes, phospholipides, caroténoïdes, cires, coumarines, etc.) et imposer une purification ultérieure [49].
 - Les traces du solvant qui restent dans l'extrait.
 - les problèmes de sécurité et de toxicité, ainsi que la réglementation liée à la protection de l'environnement [60].

3.4 Travaux antérieurs

Le nombre de travaux publiés concernant l'inule visqueuse sont très limités notamment ceux concernant l'extraction dans un Soxhlet, quelques travaux sont cités ci-dessous :

En 2001, *Al-Dissi et al* ont fait l'extraction sur les feuilles de l'inule visqueuse broyées (cueillie à Oman, Jordanie) dans un Soxhlet, utilisant successivement les solvants suivants : éther de pétrole, dichlorométhane, méthanol.

Les extraits à l'éther de pétrole et au dichlorométhane, ont montré des effets abortifs prononcés. Les résultats de cette étude sont en accord avec la réputation traditionnelle de cette plante comme abortifs. De plus, L'inule visqueuse possède également la faculté d'empêcher la croissance d'un fœtus [61].

En 2003, une recherche entreprise par une équipe de chercheur israélien de l'université de Bar Ilan en Israël sur l'inule visqueuse cueillie à différentes périodes de l'année, les résultats de l'extraction par solvant (acétone et hexane) ont montré que les lots de Mai, Juin, Septembre et Octobre donnent les meilleurs rendements. L'application de ces extraits au feuillage de plantes, infectés par diverses maladies a diminué le pourcentage de feuilles infectées [62].

En 2006, *Tédjini* a étudié l'extraction de l'inule visqueuse par l'hexane dans un Soxhlet. la plante a été cueillie à la fin du mois de mars à Mascara .Le rendement obtenu était de 6,51% [63].

En 2009, Mahmoudi et Rougou ont fait une étude sur l'extraction des concrètes de l'inule visqueuse par différents solvants dans un Soxhlet, les rendements obtenus sont les suivants : Pentane 7,58%, Hexane 11,62%, Heptane 5,78%, Éther de pétrole 56,67%, Acétate d'éthyle 15,9%, Éthanol 24,74% [64].

En 2014, Chahmi et al ont étudié l'extraction de l'inule visqueuse du Maroc par deux solvants, les résultats qu'ils ont obtenus sont : éthanol 23,9%, acétate d'éthyle 21,3% [65].

CHAPITRE 4 MATÉRIEL ET MÉTHODES

4.1 Matière végétale : inule visqueuse (*Inula viscosa* (L.))

L'inule visqueuse provient des champs 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 mois d'Avril 2015, se présente sous forme de parties aériennes (feuilles et tiges). Les feuilles ont été isolées des tiges. Une série d'extraction est faite à partir des feuilles cueillies le 18 Avril 2015, ces dernières ont été séchées à l'ombre pendant deux semaines, à température ambiante quasi-constante, égale à 18 ± 1 °C. Une autre série d'extraction est effectuée à partir des feuilles qui ont déjà subi une extraction par entraînement à la vapeur d'eau.

Dans notre étude, la plante a été utilisée sans subir aucun traitement préliminaire : broyage, tamisage ...

Due à la forte pluviométrie connue cette année, certaines feuilles ont atteint leur croissance très tôt. Nous avons procédé alors à la séparation des feuilles en deux catégories : petites et grandes feuilles (**Annexe B**) selon leurs dimensions moyennes (**Tableau 4.1**).

Tableau 4.1 : Caractéristiques de la plante utilisée

Plante	Date de cueillette	Parties utilisées	Caractéristiques	séchage
Inule visqueuse	04/04/2015	Feuilles	Petites feuilles : Longueur 7,4 cm Largeur : 1,8 cm Les feuilles ont subi une extraction par EVE	3 semaines après l'extraction par EVE
Inule visqueuse	18/04/2015	Feuilles	Petites feuilles : Longueur 7,4 cm Largeur : 1,8 cm Grandes feuilles : Longueur : 12,8 cm Largeur : 3,9 cm	2 semaines à l'air ambiant

4.2 Taux d'humidité

Le taux d'humidité de la plante est mesuré par la méthode Dean et Stark, cette méthode a été approuvée par l'AOAC en 2002 et a atteint de bons niveaux de fidélité [66].

La fraction d'humidité extraite de l'échantillon par la chaleur est exprimée en masse ou en volume. Le plus souvent, un solvant organique insoluble dans l'eau (par exemple toluène, xylène) est ajouté aux échantillons solides avant la distillation. Ce solvant constitue avec l'eau un mélange azéotropique qui bout à une température inférieure à 100° C. les vapeurs montantes sont condensées et refroidies à l'aide d'un réfrigérant, après refroidissement, les deux composants liquides se séparent. La fraction eau est déterminée volumétriquement.

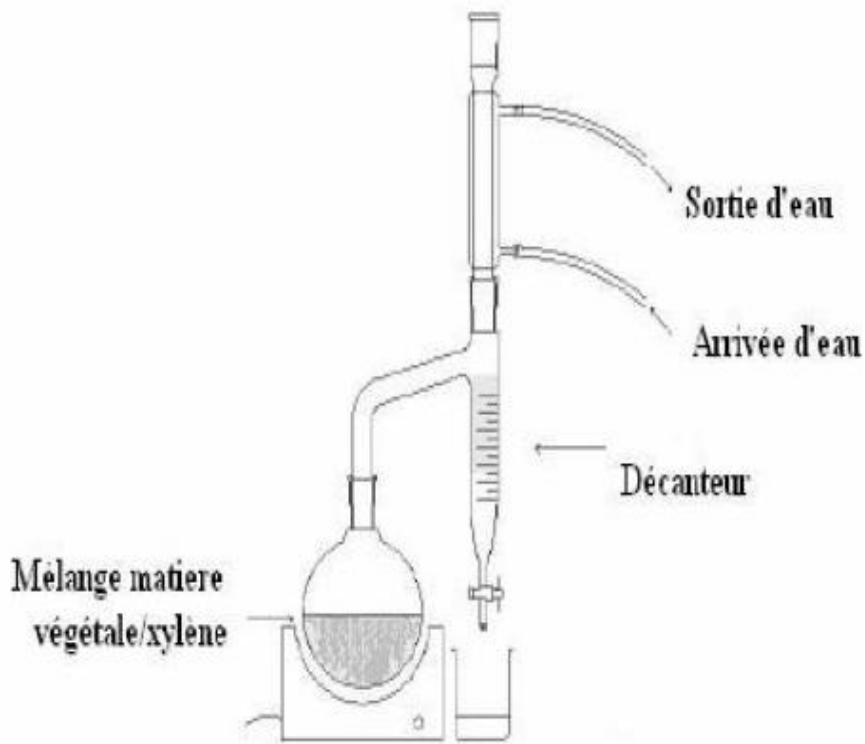


Figure 4.1 : Appareil de Dean et Stark

La méthode est normalisée ISO 1897-2 ([19] Site web) dont le protocole expérimental est le suivant :

- Peser une masse de matière végétale et l'introduire dans un ballon de 250 mL ;
- Ajouter un volume de xylène jusqu'à immersion ;
- Rassembler le montage tel qu'il est montré dans la **figure 4.1** ;
- Porter le mélange à ébullition, arrêter l'opération quand le volume d'eau recueilli dans le décanteur est constant ;
- Lire le volume recueilli et appliquer la formule de calcul du taux d'humidité ;

La teneur en eau de la matière végétale, exprimée en pourcentage massique (%), est calculée par la formule suivante :

$$H = \frac{V_{eau} * \rho_{eau}}{M} * 100 \quad (1)$$

Où H désigne 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 et M, la masse de la matière végétale humide, en g.

Remarque : la matière végétale étant sèche, un mL d'eau est ajouté au préalable dans le décanteur pour pouvoir lire le volume recueilli.

4.3 Appareillage et protocole expérimental d'extraction par solvant

4.3.1 Appareillage

L'extracteur Soxhlet permet le traitement des solides (matière végétale) avec des solvants en phase liquide ou partiellement vaporisés. Le corps en verre de l'extracteur, contient une cartouche remplie de matière végétale. Cette cartouche est fixée sur un réservoir de solvant (ballon) et est surmontée d'un réfrigérant. Le schéma d'un appareil Soxhlet est représenté sur la Figure 4.2.

4.3.2 Protocole expérimentale

- Préparer une cartouche en papier filtre, sa hauteur doit être du niveau du siphon
- Peser une masse de 8g de matière végétale et la mettre dans la cartouche.

- Introduire la cartouche dans l'extracteur Soxhlet.
- Introduire 400 mL de solvant dans un ballon de 500 mL
- Rassembler le montage tel qu'il est montré dans la **figure 5.2**
- Laisser l'extraction se dérouler pendant 8h.

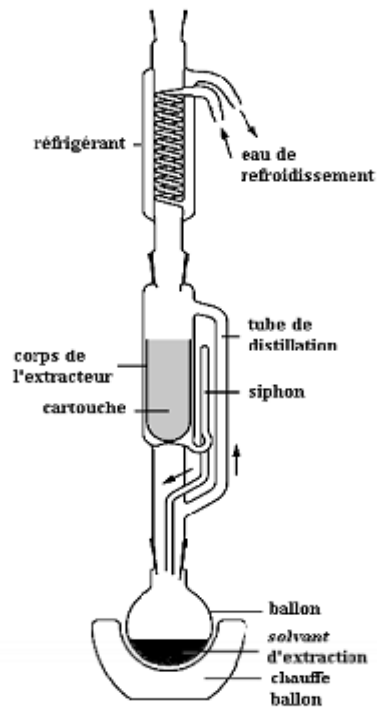


Figure 4.2 : Schéma de l'extracteur Soxhlet

4.3.3 Extraction

Le ballon contenant le solvant d'extraction est chauffé, et le solvant ainsi vaporisé puis condensé tout en restant en contact avec la matière végétale. Le solvant collecté dans le ballon s'enrichit de plus en plus en soluté à chaque cycle d'extraction et la matière végétale est toujours en contact avec du solvant fraîchement distillé. L'extraction est continue jusqu'à l'épuisement de la matière solide chargée dans la cartouche. L'extraction est terminée lorsque le solvant d'extraction qui s'écoule devient de plus en plus clair c'est-à-dire avec une concentration négligeable de soluté.

4.3.4 Distillation sous vide

Afin d'éliminer le solvant et récupérer l'extrait, nous avons procédé à la distillation sous vide en utilisant un évaporateur rotatif. Dans cet appareil on réalise une évaporation sous vide en utilisant une pompe à vide. Pendant l'évaporation le ballon est mis en rotation et plongé dans un bain liquide chauffé. L'appareil est muni d'un réfrigérant avec un ballon-collecteur de condensat. La rotation du ballon crée une surface d'échange plus grande et renouvelée permettant donc d'effectuer une évaporation rapide.

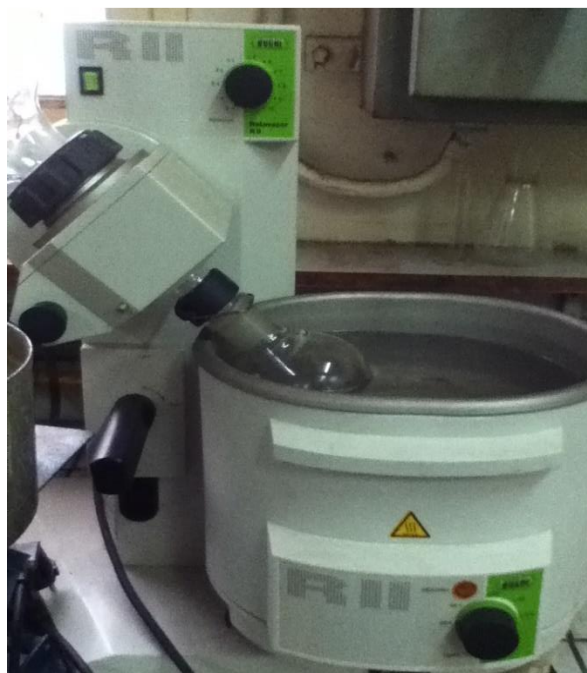


Figure 4.3 : Photo de d'un évaporateur rotatif

L'abaissement de la pression permet d'évaporer le solvant à température réduite, évitant ainsi la dégradation thermique éventuelle des composés. C'est une méthode d'évaporation simple, utile, douce et rapide.

4.4 Choix du solvant

Le choix du solvant d'extraction peut se faire sur la base de ses capacités de pénétration dans la matière végétale, de son pouvoir de solubilisation et de ses propriétés de transfert de matière. Notre choix du solvant repose sur sa capacité de pénétration cellulaire et de

diffusion dans les organes sécréteurs d'une part et sa sélectivité d'extraction sans avoir une action destructrice sur les molécules aromatiques d'une autre part.

Dans notre étude nous avons choisi de travailler avec cinq solvants organiques de différentes polarités : l'éthanol, le méthanol, l'acétone, l'acétate d'éthyle et l'hexane. Leurs caractéristiques sont présentées dans le **tableau 4.2**.

Tableau 4.2 : Caractéristiques des solvants utilisés [44]

	Méthanol	Éthanol	Acétone	Acétate d'éthyle	Hexane
Masse moléculaire (g/mol)	32,04	46,06	58,08	88,10	86,18
Point d'ébullition (°C à 1 atm)	64,54	78,29	56,06	77,11	68,73
Tension de vapeur (KPa à 25°C)	16,93	7,87	30,80	12,6	20,17
Constante diélectrique (sans unité à 25°C)	32,66	24,25	20,56	6,05 (à 20°C)	1,88
Classement selon la polarité	polaire	polaire	polaire	moyennement polaire	apolaire

4.5 Conditions opératoires

13 expériences ont été menées durant ce travail. Dans le but d'évaluer la capacité d'extraction de ces différents solvants, les extractions ont été réalisées dans les mêmes conditions opératoires : une masse de matière végétale de 8g avec un volume de solvant à 400 mL, un taux d'humidité peu variant et une durée d'extraction de 8h. Les conditions opératoires sont poussées au maximum car ce travail vise à évaluer le potentiel plante de l'inule visqueuse.

- 8 extractions sont effectuées en utilisant des petites et des grandes feuilles, cueillies le 18 Avril, avec les différents solvants (**Tableau 4.3**).

Tableau 4.3 : Conditions opératoires d'extraction par solvant

Feuilles utilisées	Masse (g)	Taux d'humidité H (%)	Solvant	Volume (mL)	Duré d'extraction (h)
Petites feuilles	8	17	hexane	400	8
Petites feuilles	8	15,3	méthanol	400	8
Petites feuilles	8	15,3	acétone	400	8
Grandes feuilles	8	14,8	acétone	400	8
Grandes feuilles	8	14,8	hexane	400	8
Petites feuilles	8	13	Acétate d'éthyle	400	8
Petites feuilles	8	13	éthanol	400	8
Grandes feuilles	8	14	Acétate d'éthyle	400	8

- 2 extractions sont réalisées en utilisant une succession de solvants (solvant polaire suivi d'un solvant apolaire et solvant apolaire suivi d'un solvant polaire) ; les feuilles qui ont déjà subi une extraction par l'éthanol (solvant polaire) sont suivies d'une extraction par l'hexane (solvant apolaire) et les feuilles ayant été traitées par l'hexane sont suivies d'une extraction par l'éthanol (**Tableau 4.4**).

Tableau 4.4 : Conditions opératoires d'extraction par succession de solvants

Matière végétal	Feuilles utilisées	Masse (g)	Taux d'humidité H (%)	Solvant	Volume (mL)	Durée d'extraction (h)
Feuilles épuisées par l'éthanol	Petites feuilles	8	11,5	Hexane	400	8
Feuilles épuisées par l'hexane	Petites feuilles	7,4	11,5	Éthanol	370	8

- 3 extractions sont réalisées à partir des feuilles récupérées lors de l'extraction par l'entraînement à la vapeur d'eau. Les solvants utilisés sont d'une polarité décroissante, éthanol, acétate d'éthyle et hexane (**Tableau 4.5**).

Tableau 4.5 : Conditions opératoires d'extraction par solvant muni sur les feuilles utilisées dans l'extraction par EVE

Matière végétal	Feuilles utilisées	Masse (g)	Taux d'humidité H (%)	Solvant utilisé	Volume (mL)	Durée d'extraction (h)
Feuilles issues de l'extraction par EVE	Petites feuilles	8	11,33	Éthanol	400	8
Feuilles issues de l'extraction par EVE	Petites feuilles	8	11,33	Acétate d'éthyle	400	8
Feuilles issues de l'extraction par EVE	Petites feuilles	8	11,33	Hexane	400	8

Le rendement de l'extraction est calculé par la formule suivante :

$$R(\%) = \frac{M \text{ récupérée}}{M*(1-H)} * 100 \quad (2)$$

R désigne le rendement de l'extraction, en %.

$M_{\text{récupérée}}$ la masse récupérée, sa valeur est déterminée par un pesage dans une balance analytique, en g.

M la masse de la matière végétale utilisée initialement, en g.

H le taux d'humidité.

Tous les rendements sont exprimés par rapport à la matière sèche (MS).

CHAPITRE 5 RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

5.1 Aspect couleur

Les extraits obtenus, après distillation sous vide, par l'éthanol, méthanol, acétate d'éthyle et acétone ont un aspect pâteux d'une couleur brune tandis que l'extrait obtenu par l'hexane s'est présenté sous forme de pâte jaune, tableau 6.1. L'extrait est laissé à l'air libre et en obscurité pendant un moment jusqu'à ce qu'on ne sent plus l'odeur du solvant, les pesées sont effectuées juste après.

Tableau 5.1 : Couleurs des extraits obtenus par différents solvants

solvant	Méthanol	Éthanol	Acétate d'éthyle	Acétone	Hexane
Couleur de l'extrait	Verte foncée	Verte foncée	verte	verte	Jaune pale

5.2 Rendement des extractions

Tous les rendements sont exprimés par rapport à la matière sèche et sont représentés dans le tableau reporté en annexe (**Annexe C**). Le calcul des rendements des extraits de la plante séchée avec les différents solvants sont présentés sur la **figure 5.1**

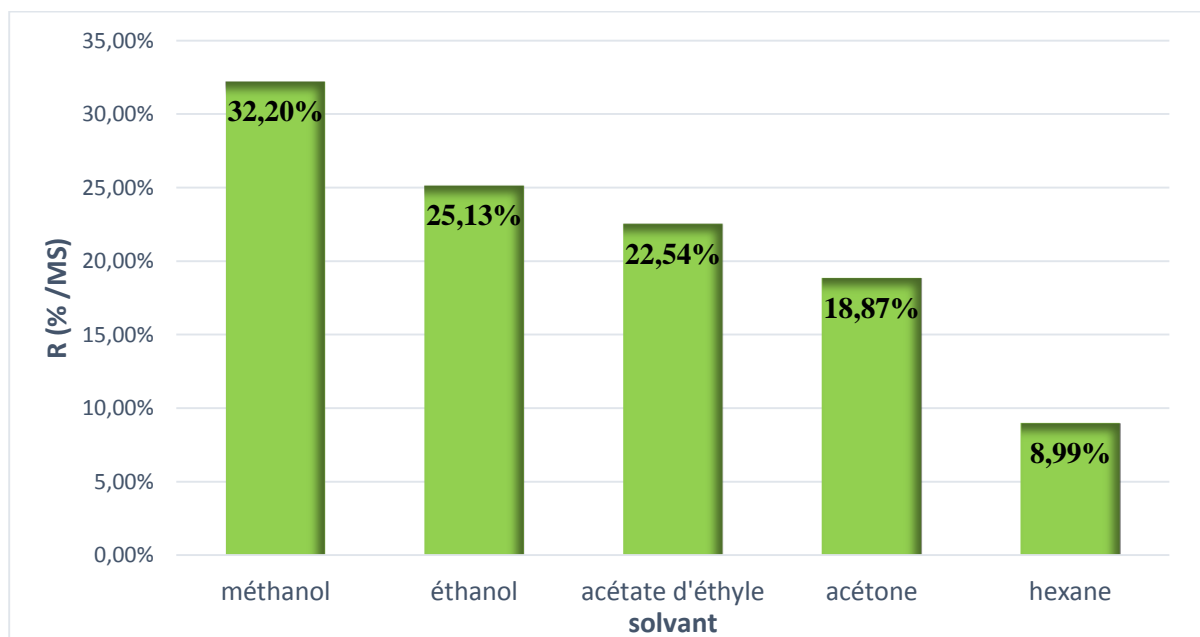


Figure 5.1 : Rendement global d'extrait d'inule visqueuse obtenu par Soxhlet avec l'hexane, l'acétone, l'acétate d'éthyle, l'éthanol, et le méthanol.

Les différents solvants utilisés : méthanol, éthanol, acétone, acétate d'éthyle et hexane, sont de polarités décroissantes. Les résultats montrent que les rendements d'extraction suivent le même ordre de décroissance des polarités sauf pour l'acétone et l'acétate d'éthyle où nous remarquons que le rendement avec l'acétate d'éthyle est plus élevé que celui avec l'acétone tandis que les polarités sont en inverses. Les rendements obtenus avec l'éthanol et le méthanol sont les plus élevés : 32,20% et 25,13% respectivement. L'hexane enregistre le plus faible rendement avec 8,99%.

Discussion

Ces résultats indiquent que l'inule visqueuse contient plus de composés polaires qui sont beaucoup plus solubles dans l'éthanol et le méthanol, ces derniers sont connus comme de bons solvants d'extraction, ils extraient une large gamme de composés polaires notamment les polyphénols, les flavonoïdes, les tanins, les alcaloïdes, les oses et les acides aminés. En plus des composés cités, les pigments, les résines, les gommages sont aussi extraits par ces solvants ce qui a donné la couleur verte aux extraits correspondant.

Le méthanol peut aussi dissoudre les composés non polaires grâce au groupement constitué du carbone et des trois hydrogènes qu'il possède.

L'acétate d'éthyle et l'acétone dissolvent moins de composés (polyphénols, flavonoïdes, saponines, alcaloïdes basses, pigments et résines) car leurs polarités sont plus faibles. Le rendement élevé observé avec l'acétate d'éthyle par rapport à celui avec l'acétone est dû à la grande quantité de polyphénols extraite par l'acétate d'éthyle, dans l'étude faite sur l'activité antioxydante de ces extraits, les teneurs en polyphénols obtenues pour l'extrait acétonique et avec acétate d'éthyle sont 51,25 % et 64,07 % respectivement [1]. Ces valeurs révèlent bien l'efficacité de l'acétate d'éthyle dans l'extraction des composés phénoliques par rapport à l'acétone pure d'où le rendement élevé observé.

L'hexane étant un solvant apolaire, Il solubilise les composés apolaires tels que les quinones, les caroténoïdes, les stérols et les hydrocarbures. Cependant nous constatons que l'hexane, extrait une quantité non-négligeable (~9 %) de ces composés inertes. Il est donc intéressant d'appliquer l'extraction Soxhlet avec l'hexane comme une étape de prétraitement pour l'élimination de ces produits (lavage préliminaire de la matrice végétale) si on s'intéresse à un composé pur.

Comparaison des résultats

Tableau 5.2 : Rendements d'extraction dans un Soxhlet obtenus dans les études antérieurs

Région	année	solvant	Rendement	référence
Alger	2007	méthanol	19,92	[67]
		pentane	4	
Alger	2009	éthanol	22,4	[64]
		Acétate d'éthyle	13,86	
		Hexane	10,23	
Médéa	/	hexane	17,38	[64]
Maroc	2014	éthanol	23,9	[65]
		Acétate d'éthyle	21,3	

Les résultats que nous avons obtenus sont en accord avec ceux qui ont été rapportés par les travaux ci-dessus, nous constatons que les rendements que nous avons trouvés sont un peu plus élevés sauf pour l'extrait obtenu avec l'hexane de Médéa (17,32%) qui est supérieur à notre extrait (8,99 %); pour les extraits d'Alger de 2009, il a été noté que la distillation sous vide n'était pas complète donc il restait des quantités de solvants considérables.

5.3 Comparaison des rendements des petites feuilles avec les grandes feuilles

Nous avons réalisé trois extractions avec les grandes feuilles, les solvants utilisés sont : l'acétate d'éthyle, l'acétone et l'hexane. Le choix de ces solvants s'est effectué en se basant sur la différence de leurs polarités d'une part et sur la facilité de séparation sous vide de ces solvants d'autre part.

Les rendements obtenus avec les grandes feuilles sont comparés à ceux des petites feuilles, les résultats sont présentés sur la **figure 5.2**

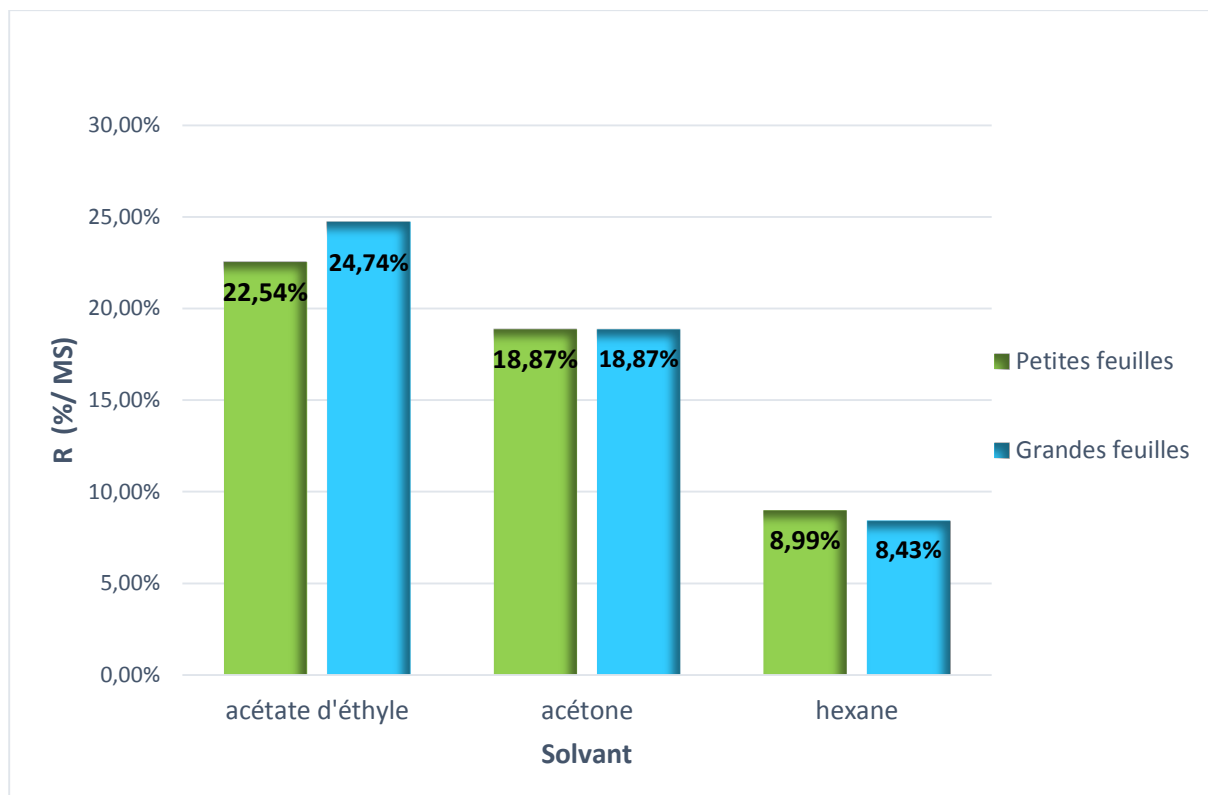


Figure 5.2 : Comparaison des rendements obtenus avec les petites et grandes feuilles d'inula visqueuse par extraction dans un Soxhlet

Nous remarquons que les rendements d'extraction des grandes feuilles sont très proches et presque égaux à ceux des petites feuilles notamment pour l'acétone (18,87% pour les deux catégories) et l'hexane (8,99% pour les petites feuilles et 8,43 pour les grandes feuilles), pourtant on attendait des rendements plus élevés pour les grandes feuilles. Cela peut être expliqué par le fait que les grandes feuilles perdent beaucoup de composés volatils au cours du stockage (grande surface d'échange) d'ailleurs leurs couleurs tendaient vers le marron à la fin de la période de séchage contrairement aux petites feuilles. Ce phénomène a été observé aussi lors de l'extraction par EVE : les grandes feuilles fraîches donnaient des rendements plus élevés en HE par contre après séchage les rendements des grandes feuilles deviennent inférieurs à ceux des petites feuilles [68].

5.4 Extraction par succession de solvants

Les feuilles ayant subi une extraction par l'éthanol auparavant sont suivies d'une extraction par l'hexane et les feuilles qui ont subi une extraction par l'hexane sont suivies d'une

extraction par l'éthanol. Nous avons choisi l'éthanol et l'hexane car leurs polarités sont opposées et le rendement obtenu avec l'éthanol est important.

Les rendements des deux extractions sont présentés dans le **tableau 5.3**, La **figure 5.3** représente les résultats obtenus dans la deuxième extraction en termes de rendements.

Tableau 5.3 : Rendement des deux extractions par succession de solvants

1 ^{ère} extraction		2 ^{ème} extraction	
Solvant	R (%/ MS)	Solvant	R (%/ MS)
Hexane	25,13	Hexane	0,38
Éthanol	8,99	Éthanol	18,81

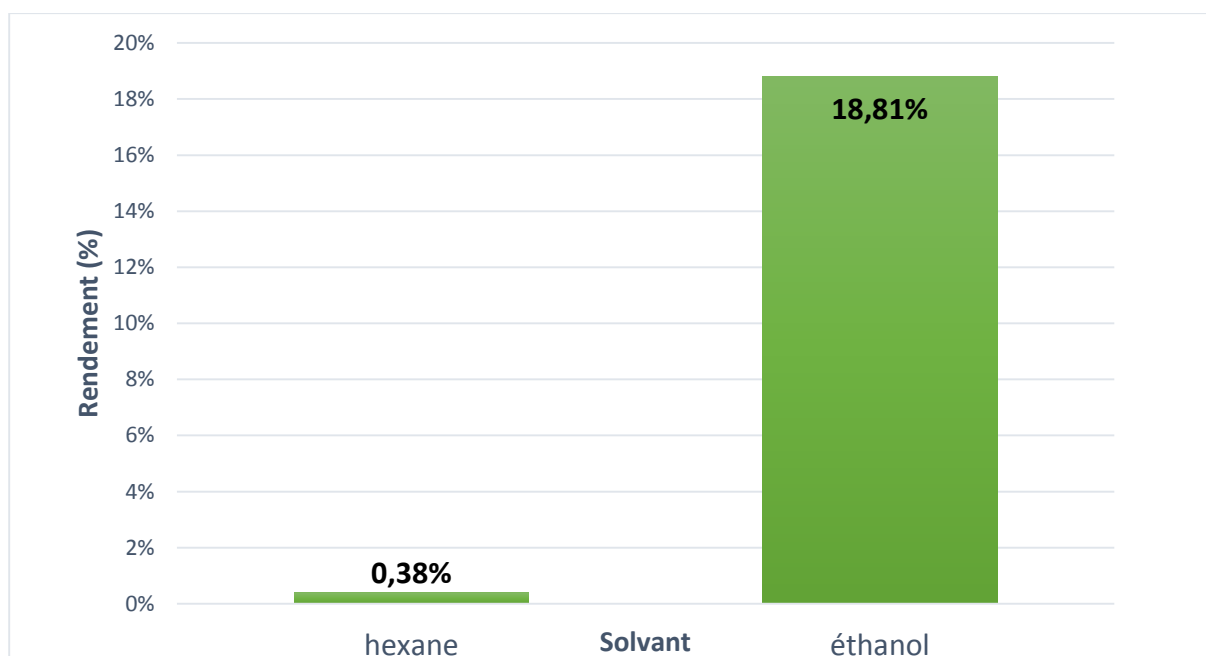


Figure 5.3 : Rendements d'extraction par succession de solvants dans le Soxhlet (éthanol → hexane, hexane → éthanol) 2^{ème} extraction.

Le rendement d'extraction par l'hexane après épuisement à l'éthanol est très faible (0,38%), nous pouvons expliquer cela par :

L'éthanol, doté d'un fort pouvoir solubilisant, a extrait la majorité des composés présents (polaires et même certains composés apolaires), 25,13% ont déjà été extraits. Il reste une minorité de composés apolaires.

L'hexane n'extrait que les composés apolaires et notre plante est plus riche en composés polaires qu'en composés apolaires. De plus, le pouvoir solubilisant de l'hexane n'est pas élevé.

Par contre, nous constatons que le rendement obtenu avec l'éthanol est élevé (18,81%), 8,99% ont déjà été extraits par l'hexane. Ce résultat confirme d'abord le rendement obtenu avec l'éthanol dans la **figure 5.1**. Il confirme aussi notre hypothèse que l'éthanol extrait la majorité des composés polaires et même apolaires.

On déduit qu'en termes de rendement, il n'est pas intéressant de suivre une extraction polaire par solvant apolaire. Par ailleurs, la succession d'un solvant apolaire par un autre polaire paraît importante. Cette déduction n'est pas définitive mais elle dépend de la finalité de l'extraction et l'utilisation de l'extrait. Dans notre cas, ces extraits seront valorisés en termes d'activité antioxydante par conséquent, les résultats de ce test vont être déterminants.

5.5 Extraction à partir des feuilles récupérées de l'EVE

Nous avons exploité les feuilles récupérées lors de l'extraction par EVE en les soumettant à une deuxième extraction par différents solvants, nous avons choisi trois solvants de polarités décroissantes à savoir l'éthanol, l'acétate d'éthyle et l'hexane. Les résultats trouvés sont rapportés dans la **figure 5.4**

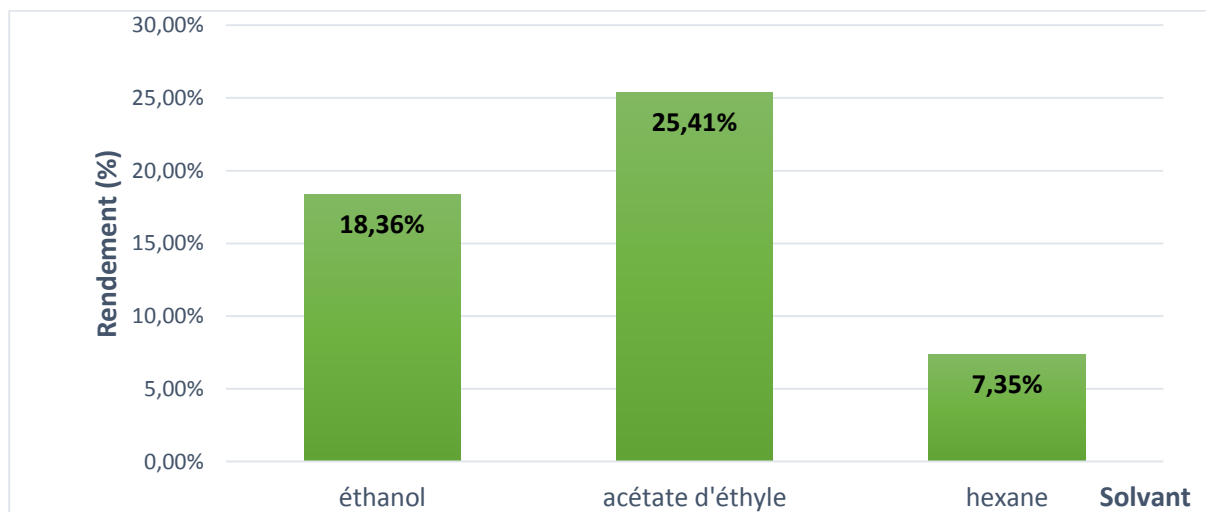


Figure 5.4 : Rendement global d'extrait d'inule visqueuse obtenu par Soxhlet avec l'éthanol, l'acétate d'éthyle et l'hexane, à partir des feuilles récupérées de l'EVE.

La **figure 5.4** révèle que l'acétate d'éthyle donne le meilleur rendement (25,41%), ce dernier est supérieur à celui de l'hexane du fait des polarités opposées, il est aussi supérieur à celui de l'éthanol bien que ce dernier possède une polarité plus élevée. Nous pouvons expliquer cela par le fait que les feuilles utilisées dans ces extractions sont déjà épuisées par l'eau. Cette dernière étant polaire, elle a extrait beaucoup de composés pouvant être extraits par l'éthanol tel que les pigments d'où la diminution du rendement constatée par rapports au précédent (**Figure 5.1**). L'acétate d'éthyle a marqué le rendement le plus élevé qui est supérieurs même à celui obtenu dans les expériences précédentes, Ceci peut être dû à un changement chimique lors du prétraitement par l'eau ou bien un changement physique de la matière végétale.

CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Notre société contemporaine s'intéresse de plus en plus aux produits à base d'extraits végétaux pour son bien-être et sa santé. C'est pourquoi, l'extraction solide-liquide est une opération couramment employée de nos jours dans différentes industries (pharmaceutique, nutraceutique, cosmétique et agro-alimentaire).

Par le présent travail, nous avons tenté de déterminer le potentiel plante de l'inule visqueuse d'Alger par l'extraction solide-liquide dans un appareil Soxhlet, plusieurs solvants avec des polarités différentes ont été testés afin de déterminer celui qui donne le meilleur rendement. Le rendement de l'extrait méthanolique est le plus élevé mais la toxicité de ce solvant l'écarte de plus en plus des utilisations industrielles. L'éthanol amène lui aussi à des rendements élevés mais sa séparation de l'extrait nécessitait un temps considérable et des températures élevées. L'extrait obtenu avec l'acétate d'éthyle a un rendement voisin de celui de l'extrait éthanolique. Sa teneur en polyphénols est importante d'après l'étude [1]. La séparation de ce solvant s'est faite en un temps restreint et à faible température.

Nous avons aussi mis en œuvre des extractions par succession de solvants à polarités opposées, la succession d'un solvant apolaire par un solvant polaire paraît intéressante car le rendement obtenu est important. Les feuilles résidus de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau mené par LAHOVAZI [68] ont été mises à l'extraction par différents solvants, l'acétate d'éthyle a montré un rendement très élevé ce qui est intéressant notamment si nous nous intéressons à l'extraction d'un composé bien défini ou des polyphénols. Toutefois, les conclusions citées sont basées uniquement sur les rendements des différentes extractions réalisées. Il est important de tenir compte de l'utilisation de l'extrait et de la propriété ou activité à laquelle on s'intéresse. Cet aspect est abordé dans une autre étude [1]. Il est important aussi de connaître la composition chimique des extraits pour bien mener les explications, chose que nous n'avons pas faite faute de non disponibilité du matériel nécessaire.

Les résultats obtenus par ce travail montrent clairement le potentiel élevé de l'inule visqueuse, ils peuvent être une référence pour les prochains travaux allant vers une chimie verte par l'utilisation de solvants verts et des techniques plus modérées telle que l'extraction assistée par micro-ondes afin de diminuer la consommation énergétique

BIBLIOGRAPHIE

- [1] MESSAOUDI S., LAHOVAZI N., 2015. Activité antioxydante des extraits et des huiles essentielles de l'Inule visqueuse. Projet de fin d'étude. École nationale polytechnique, Alger.
- [2] SECA M.L.A, GRIGORE A., PINTO D.C.G.A., SILVA A.M.S., 2014. The genus *Inula* and their metabolites: From ethnopharmacological to medicinal uses. *Journal of Ethnopharmacology*. **154**. 286–310.
- [3] RAMLI B., 2013. Extraction des flavonoïdes de la plante *Inula Viscosa* de la région d'Oran et mise en évidence de l'activité microbienne. Mémoire de Magister. Université d'Oran.p23.
- [4] ANDERBERG A., 1991, Taxonomy and phylogeny of tribe Inuleae (Asteraceae) *Pl. Syst. Evol.***176 (1-2)**.75–123.
- [5] XING-YU X., PENG S., DE-AN G., XUAN L., JUN-HUA L., LI-HONG H., 2015. Cytotoxic sesquiterpene lactone dimers isolated from *Inula japonica*. *Fitoterapia*.**101**.218–223.
- [6] GHANTOUS A., GALI-MUHTASIB H., VUORELA H., SALIBA N.A., DARWICH N., 2010. What made sesquiterpene lactones reach cancer clinical trails? *Drug Discovery Today*. **15**. 668-678.
- [7] OROFINO M.R., GROOTJANS S., BIAVATTI M.W., VANDENABEELE P., D'HERDE K., 2012. Sesquiterpene lactones as drugs with multiple targets in cancer treatment: focus on parthenolide. *Anti-Cancer Drugs*. **23**, 883–896.
- [8] REEB C., 2010. Plantes mellifères : L'Inule visqueuse. *Abeilles & Fleurs*. **720**. 19-20.
- [9] BRULLO S., DE MARCO G., 2000. Taxonomical revision of the genus *Dittrichia* (Asteraceae). *Portugaliae Acta Biologica* **19**.341-354.
- [10] CONESA H.M., MARIA-CERVANTES A., ALVAREZ-ROGEL J., GONZALEZ-ALCARAZ M.N., 2011. Influence of soil properties on trace element availability and plant accumulation in a Mediterranean salt marsh polluted by mining wastes: Implications for phytomanagement RID A-3481-2009. *Science of the Total Environment*. **409**. 4470-4479.
- [11] STAVRIANAKOU S., LIAKOPOULOS G., KARABOURNIOTIS G., 2006. Boron deficiency effects on growth, photosynthesis and relative concentrations of phenolics of *Dittrichia viscosa* (Asteraceae). *Environmental and Experimental Botany*. **56**. 293-300.
- [12] PAROLIN P., M. ION SCOTTA, C. BRESCH. 2014. Biology of *Dittrichia viscosa*, a Mediterranean ruderal plant: a review. *FYTON*. **83**. 251-262.
- [13] DPIPWE (Department of Primary Industries, Parks, Water and Environment), 2011. False Yellow Head Weed Management Plan. Statutory Weed Management Plan as at June 2011. Tasmania / Australia

- [14] CIVAM, 2011. Les Conseils de Saison du CIVAM Oléicole. **13**.1-4.
- [15] KARAGEORGOU P., LEVIZOU E., MANETAS Y., 2002. The influence of drought, shade and availability of mineral nutrients on exudate phenolics of *Dittrichia viscosa*. *Flora*. **197**. 285-289.
- [16] HAOUI I.E., 2011. Extraction et valorisation des huiles essentielles de l'inula viscosa (L.) Mémoire de Magister, Ecole Nationale Polytechnique d'Alger. p 61.
- [17] DE LAURENTIS, N., LOSACCO V., MILILLO M.A., LAI M., 2002. Chemical investigations of volatile constituents of *Inula viscosa* (L.) Aiton (Asteraceae) from different areas of Apulia, Southern Italy. *Delpinoa*. **44** .115-119.
- [18] LAURO, L., ROLIH, C., 1990. Observations and research on an extract of *Inula viscosa* Ait. *Bollettino della Società Italiana di Biologia Sperimentale*. **66**. 829-834.
- [19] PEREZ ALONSO M.J., VELASCO-NEGUERUELA A., EMIN DURU M., HARMANDAR M., GARCIA VALLEJO M.C.1996. Composition of the volatile oil from the aerial parts of *Inula viscosa*. *Flavour and Fragrance Journal*. **11**. 349-351.
- [20] PAROLIN P., BRESCH C., BRUN R., BOUT A., BOLL, N. DESNEUX R., PONCET C., 2012. Secondary plants used in biological control: a review. *International Journal of Pest Management*. **58**.91-100.
- [21] FRANCO-MICÁN, S., CASTRO J., CAMPOS M., 2010. Preliminary study of the parasitic complex associated with *Dittrichia viscosa* in Andalusia (Spain). *IOBC/WPRS Bulletin*. **53**. 139-143.
- [22] NAWAFLEH E., IRSHEDAT M., BATAINEH T., MUHAIDAT R., AL-QUDAH M., ALOMARY A., 2012. The effects of *Inula viscosa* Extract on corrosion of copper in NaOH Solution. *Res.J.Chem.Sci*. **2(9)**, 37-41,
- [23] PEYRON L., 1992 : Techniques classiques actuelles de fabrication des matières premières naturelles aromatiques. Ed. Tec & Doc-Lavoisier et Apria. Chapitre 10, p 217 – 238.
- [24] Nabil B., 2011. Extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires. Thèse de doctorat. Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse & École Nationale Supérieure Agronomique .128.
- [25] SALLE J-L., 2004 : Les huiles essentielles, synthèse d'aromathérapie. Ed Frison-Roche, 2ème édition. 220.
- [26] MÖLLER K., 2008 : La distillation à l'alambic, un art à la portée de tous. Editorial UNICO.
- [27] LEYBROS J. et FREMEAUX P., 1990 : Extraction solide-liquide, aspect théorique. *Techniques de l'ingénieur*. **J 2780**. 7-8.

- [28] PENCHEV P.I., 2010. Étude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse. 65 – 80.
- [29] WICHTL M., ANTON R., 2003. Plantes thérapeutiques - Tradition, pratique officinale, science et thérapeutique. Ed Tec et Doc et EMI.
- [30] DEHAK D., 2013. Méthodes d'extraction et de séparation des substances naturelles. Présentation (ppt) de la thèse de doctorat. Université KASDI Merbah Ouargla.
- [31] N'GUSSAN A.H.O, DELIKO C.E.D, AKHANOVNA M.B, BEKRO Y.A, 2011. Teneurs en composés phénoliques de 10 plantes médicinales employées dans la tradithérapie de l'hypertension artérielle, une pathologie émergente en Côte d'Ivoire. *Revue de génie industrielle*.6. 55-62.
- [32] BERTRAND C., ANDREU V., 2013. Caractéristiques et intérêts des préparations à base de plantes. Colloque Intrants Naturels 9&10 avril ITAB/GRAB. 7.
- [33] MACHEIX J.J., FLEURIET A., JAY-ALLEMAND C., Les composés phénoliques des végétaux, un exemple de métabolites secondaires d'importance économique .Ed Lavoisier.192.
- [34] HOPKINS W.G., 2003. Physiologie végétale. Ed De Boeck Université .268-269.
- [35] AKKAWI M., ABBASI I., JABER S., ABUREMELEH Q., NASEREDIN A., LUTGEN P., 2014. Investigation of Traditional Palestinian Medicinal Plant *Inula viscosa* as Potential Anti-malarial Agent. *Br. J. Pharmacol. Toxicol.* **5(5)**. 156-162.
- [36] SARNI-MANCHADO P., CHEYNIER V., 2006. Les polyphénols en agroalimentaire (résumé). Ed Tec et Doc / Lavoisier.
- [37] BENMESSAOUD LEFT D., ZERTOUBI M., IRHZO A., AZZI M., 2013. Huiles et Extraits de plantes comme inhibiteurs de corrosion pour différents métaux et alliages dans le milieu acide chlorhydrique. *J. Mater. Environ. Sci.* **4 (6)** .855-866.
- [38] FAUSTIN M., 2013. Étude de l'effet des alcaloïdes sur la corrosion de l'acier C38 en milieu acide chlorhydrique 1M : Application à *Aspidosperma album* et *Geissospermum laeve* (Apocynacées).Thèse de doctorat. Institut de l'enseignement supérieur de la Guyane. 186.
- [39] SELLES C., 2012. Valorisation d'une plante médicinale à activité antidiabétique de la région de Tlemcen : *Anacyclus pyrrhura* L. Application de l'extrait aqueux à l'inhibition de corrosion d'un acier doux dans H₂SO₄ 0,5M. Thèse de doctorat. Université Abou Beker Belkaid, Tlemcen. 219.
- [40] HERZI N., 2013. Extraction et purification de substances naturelles : comparaison de l'extraction au CO₂-supercritique et des techniques conventionnelles. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse).7.
- [41] DIBERT K., 1989. Contribution à l'étude de l'extraction solide-liquide de l'huile et de l'acide chlorogénique du café vert. Thèse de doctorat. Claude Bernard LYON I.

- [42] BEN AMOR B., 2008. Maîtrise de l'aptitude technologique de la matière végétale dans les opérations d'extraction de principes actifs : texturation par détente instantanée contrôlée (DIC).thèse de doctorat. Université de la Rochelle. France.187.
- [43] Mafart, P. and E. Béliard. 1993. Génie Industriel Alimentaire techniques séparatives. Paris, Techniques et Documentation-Lavoisier.
- [44] GERIN, M. 2002. Solvants industriels : Santé, Sécurité, Substitution. . Paris, Ed. Masson.
- [45] Schultz, H., Ambroscheit G., 1989. "Characterization of oakmoss products used in perfumery by high-performance liquid chromatography." *J. Chromatog A.* **466**. 301-306.
- [46] OLLIER, C., 1991. L'extraction végétale en phytothérapie. Faculté de pharmacie. Montpellier, Université de Montpellier I.
- [47] KIM N.S., LEE D.S. 2002. Comparison of different extraction methods for the analysis of fragrances from *Lavandula* species by gas chromatographymass spectrometry. *Journal of Chromatography A.* **982**. 31-47.
- [48] DAPKEVICIUS A., VENSKUTONIS R, VAN BEEK T.A., LINSSEN J.P.H. 1998. Antioxidant activity of extracts obtained by different isolation procedures from some aromatic herbs grown in Lithuania. *Journal of Science Food and Agriculture.* **77(1)**. 140-146.
- [49] ABDOUL D. S., 2002. Compositions chimiques d'huiles essentielles extraites de plantes aromatiques de la zone soudanienne du Burkina Faso: valorisation. Thèse de doctorat. Université de Ouagadougou. 24-27
- [50] LUQUE DE CASTRO M. D., GARCIA-AYUSO L. E., 1998. "Soxhlet extraction of solid materials: An outdated technique with a promising innovative future." *Analytica Chimica Acta.* **369**.1-10.
- [51] Luque-Garcia J. L., Luque de Castro M. D., 2004. Ultrasound-assisted Soxhlet extraction: An expeditive approach for solid sample treatment-Application to the extraction of total fat from oleaginous seeds. *Journal of Chromatography A.***1034**. 237-242.
- [52] Chung-Hung C., Rozita Y., Gek-Cheng N., 2014, Modeling and kinetics study of conventional and assisted batch solvent extraction. *Chemical engineering research and design.***92**.1169–1186;
- [53] D. GRIGONIS P., VENSKUTONIS R., SIVIK B., SANDAHL M., ESKILSSON C.S., 2005. Comparison of different extraction techniques for isolation of antioxidants from sweet grass (*Hierochloë odorata*), *The Journal of Supercritical Fluids.* **33 (3)**.223-233.
- [54] Wang L., Waller C.L., 2006. Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants. *Trends in Food Science & Technology.* **17**. 300 – 312.
- [55] Thomas M., 2011. Nouvelles méthodologies d'extraction, de fractionnement et d'identification : application aux molécules bioactives de l'argousier (*Hippophae rhamnoides*). Food and Nutrition. Université d'Orléans. French. <NNT : 2011ORLE2032 >. <tel-00677211 >

- [56] CHAN, C.-H., YUSOFF, R., NGOH, G.-C., KUNG, F.W.-L., 2011. Microwave-assisted extractions of active ingredients from plants. *J. Chromatogr. A* .**1218** (37), 6213–6225
- [57] Li, J., Zu, Y.-G., Fu, Y.-J., Yang, Y.-C., Li, S.-M., Li, Z.-N., Wink, M., 2010. Optimization of microwave-assisted extraction of triterpene saponins from defatted residue of yellow horn (*Xanthoceras sorbifolia* Bunge.) kernel and evaluation of its antioxidant activity. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.* **11**, 637.
- [58] Marston A., 2011. Thin-layer chromatography with biological detection in phytochemistry. *Journal of Chromatography A*, **1218**(19), 2676-2683.
- [59] KIM J.S., KWON Y.S., SA Y.J., KIM M.J., 2010. Isolation and identification of sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides*) phenolics with antioxidant activity and α - glucosidase inhibitory effect. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* .**59**(1). 138-144
- [60] LAGUNEZ RIVERA L., 2006. Étude de l'extraction de métabolites secondaires de différentes matières végétales en réacteur chauffe par induction thermomagnétique directe. Thèse de doctorat. Institut national polytechnique de Toulouse. p40.
- [61] NISREEN M., AL-DISSI, ABDULAZIM S., SALHAB, HAMEED A., AL- HAJJ, 200. Effects of *Inula viscosa* leaf extract on abortion and implantation in rats. *Journal of Ethnopharmacology*. **77** (1). 117- 121.
- [62] WENQIAO WANG B., BEN-DANIEL H., YIGAL C., 2004. Control of Plant Diseases by Extracts of *Inula viscosa*, Faculty of Life Sciences of Bar-Ilan University, Ramat-Gan 52900, Israel.
- [63] TEDJINI B., 2006. Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse, Projet de fin d'étude, ENP, Alger.
- [64] MAHMOUDI L., ROUGOU N., 2009. Extraction et valorisation des extraits de l'inule visqueuse d'Alger. Projet de fin d'étude. École nationale polytechnique. 52-54
- [65] CHAHMI N., ANISSI J., JENNAN S., FARAH A., SENDIDE K, EL HASSOUNI M., 2015. Antioxidant activities and total phenol content of *Inula viscosa* extracts selected from three regions of Morocco. *Asian Pac J Trop Biomed*. **5**(3). 228-233.
- [66] HORWITZ W., 2002 Official methods of analysis of AOAC International. Gaithersburg, Md: AOAC International. Chapitre 7.
- [67] ZOUACH F., AY F., 2007. Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'inule visqueuse. Projet e fin d'étude. Ecole nationale polytechnique. 58-59.
- [68] LAHOUAZI N., 2015. Extraction des huiles essentielles de l'inule visqueuse. Mémoire de master. Ecole nationale polytechnique, Alger.

WEBOGRAPHIE

- [1] **Site web** <http://www.passeportsante.net/fr/Solutions/HuilesEssentielles/Fiche.aspx?doc=huile-essentielle-inule>
- [2] **Site web** <http://www.robinarma.com>
- [3] **Site web** <http://fr.wikipedia.org/wiki/H%C3%A9micryptophyte>
- [4] **Site web** <http://fr.wiktionary.org/wiki/nanophan%C3%A9rophyte>
- [5] **Site web** <http://fr.wikipedia.org/wiki/Hermaphrodite>
- [6] **Site web** <http://documents.irevues.inist.fr/handle/2042/31524>
- [7] **Site web** <http://www.laboratorio.takiwasi.org/fra/extract.php>
- [8] **Site web** www.albanmuller.com
- [9] **Site web** <http://www.futura-sciences.com/magazines/matiere/infos/dossiers/d/chimie-aromes-alimentaires-384/page/4/>
- [10] **Site web** <http://www.berkem.com/content/tout-sur-l-extraction-vegetale-55>
- [11] **Site web** <http://www.ecosociosystemes.fr/alcaloide.html>
- [12] **Site web** <http://www.cnrtl.fr/lexicographie/alcalo%C3%AFde>
- [13] **Site web** <http://fr.wikipedia.org/wiki/Terp%C3%A8ne>
- [14] **Site web** <http://www.intracen.org/itc/secteurs/plantes-medicinales/>
- [15] **Site web** <http://www.ciesin.org/docs/002-256c/002-256c.html>
- [16] **Site web** <http://www.eusacolors.com/fr/oleoresines-et-huiles-essentielles>
- [17] **Site web** http://www.laveritesurlcosmetiques.com/themen_003_fr.html
- [18] **Site web** <http://santepourvous.overblog.com/2015/01/les-secteurs-d-utilisation-des-extraits-de-plante.html>
- [19] **Site web** http://isotc.iso.org/livelink/livelink/fetch/8802251/8802269/8803087/946301/Withdrawn_standards__Detailed_list_%28PDF_format%29.pdf?nodeid=1845704&vernum=-2

**ANNEXE A - DISTRIBUTION DES DIFFÉRENTES FAMILLES DE LA FLORE
ALGÉRIENNE EN FONCTION DU NOMBRE D'ESPÈCES.**

Famille	Nb. d'espèces	Pour cent.	Famille	Nb. d'espèces	Pour cent.
Astéracées	648	15,72 %	Zygophyllacées	27	0,65 %
Fabacées	453	10,99 %	Plantaginacées	26	0,63 %
Poacées	368	8,93 %	Iridacées	24	0,58 %
Brassicacées	200	4,85 %	Fumariacées	21	0,50 %
Lamiacées	184	4,46 %	Dipsacacées	20	0,48 %
Caryophyllacées	182	4,41 %	Résédacées	20	0,48 %
Apiacées	163	3,95 %	Amaranthacées	19	0,46 %
Scrofulariacées	110	2,66 %	Linacées	19	0,46 %
Cistacées	94	2,28 %	Polypodiacées	19	0,46 %
Liliacées	86	2,08 %	Primulacées	19	0,46 %
Boraginacées	81	1,96 %	Amaryllidacées	18	0,43 %
Chénopodiacées	75	1,82 %	Papavéracées	17	0,41 %
Cypéracées	73	1,77 %	Asclépiadacées	16	0,38 %
Orchidacées	60	1,45 %	Clusiacées	16	0,38 %
Ranunculacées	54	1,31 %	Gentianacées	15	0,36 %
Euphorbiacées	51	1,23 %	Polygalacées	14	0,33 %

Rosacées	50	1,21 %	Onagracées	13	0,31 %
Rubiacees	50	1,21 %	Potamogetonacées	13	0,31 %
Géraniacées	46	1,11 %	Rhamnacees	13	0,31 %
Plumbaginacées	44	1,06 %	Tamaricacées	13	0,31 %
Convolvulacées	43	1,04 %	Aizoacées	12	0,29 %
Malvacées	39	0,94 %	Oléacées	12	0,29 %
Campanulacées	37	0,89 %	Thyméliacées	12	0,29 %
Valérianacées	35	0,84 %	Cucurbitacées	10	0,24 %
Polygonacées	34	0,82 %	Fagacées	10	0,24 %
Solanacées	33	0,80 %	Frankéniacées	10	0,24 %
Orobanchacées	32	0,77 %	Violacées	10	0,24 %
Crassulacées	27	0,65 %	Autres familles	303	7,35 %
Juncacées	27	0,65 %	Total	4120	

**ANNEXE B – PETITES ET GRANDES FEUILLES DE L'INULE
VISQUEUSE**



ANNEXE C – CONDITIONS OPÉRATOIRES ET RENDEMENTS DES DIFFÉRENTES EXPÉRIENCES

Date de manipulation	Matière végétale	Masse (g)	Taux d'humidité H (%)	Solvant utilisé	Volume (mL)	Duré d'extraction (h)	Rendement (%/ MS)
03/05/15	PF	8	17	hexane	400	8	8,99
04/05/15	PF	8	15,3	méthanol	400	8	32,20
05/05/15	PF	8	15,3	acétone	400	8	18,87
06/05/15	GF	8	14,8	acétone	400	8	18,87
07/05/15	GF	8	14,8	hexane	400	8	8,43
09/05/15	PF	8	13	Acétate d'éthyle	400	8	22,54
10/05/15	PF	8	13	éthanol	400	8	25,13
11/05/15	GF	8	14	Acétate d'éthyle	400	8	34,74
12/05/15	PF épuisées par l'éthanol	8	11,5	hexane	400	8	0,38
14/05/15	PF épuisées par l'hexane	7,4	11,5	éthanol	370	8	18,81
16/05/15	PF issues de l'EVE	8	11,33	éthanol	400	8	18,36
17/05/15	PF issues de l'EVE	8	11,33	Acétate d'éthyle	400	8	25,41
18/05/15	PF issues de l'EVE	8	11,33	hexane	400	8	7,35