

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABBES LAGHROUR
KHENCHELA
FACULTE DES SCIENCES ET DE
TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE GENIE INDUSTRIEL



جامعة عباس لغرور خنشلة
كلية العلوم والتكنولوجيا
قسم الهندسة الصناعية

No. Réf. :/ /2023

Mémoire de fin d'études
Pour obtenir le diplôme de MASTER (LMD)

Présenté par :

BOUHAFER Houria & TADJER Rawiya

OPTION : Génie des procédés de l'environnement

Thème

*Extraction et Caractérisation des Huiles
Végétales*

Soutenu le: 06/2023 devant la commission d'examen composée de :

M.	Dr. R. KIHAL	Présidente
M.	Dr. A. MAKHLOUF	Directeur du Mémoire
M.	Dr. F. ALLOUCHE	Examinatrice

Année universitaire: 2022-2023

REMERCIEMENT

En tout premier lieu, nous remercions avant, après et à l'infini ALLAH le tout puissant de nous avoir donné la force nécessaire et la patience qui nous a permis de mener à bien ce modeste travail

Nous tenons à remercier :

Dr. A. MAKHLOUF d'avoir accepté de nous encadrer. Ça ne sera pas suffisant pour lui exprimer toute notre reconnaissance pour la confiance et le grand soutien, pour le temps qu'il nous a consacré toutes les fois que cela était nécessaire, pour ses conseils précieux qu'il nous a prodigués tout au long de notre travail et pour son aide.

D'autre part, nous remercions tous les membres du «Laboratoire» et surtout M^{me} LILYA de nous avoir accordé leur aide et leur amitié. Nous tenons également à remercier M^r BOUMAZA pour son écoute, le temps qu'il nous a consacré et les fructueuses informations qu'il nous a données.

Nous remercions tous les professeurs de notre spécialité

"GENIE DES PROCÉDÉS DE L'ENVIRONNEMENT"

Nous remercions le jury M^{me} KHAL et M^{me} ALLOUCHE.

Enfin nous aimons bien remercier nos proches, dont le soutien permanent y a pour beaucoup dans l'achèvement de ce travail ; nos familles ; nos amies qui ont su nous soutenir, nous encourager, nous aider et nous supporter tout au long des années.

DEDICACE

Je dédie ce travail

*A la tendresse personnifiée celle qui a étayé mon chemin, réconforté dans les moments de doute et d'hésitation soit avec un sourire, soit avec une main tendre et apaisante. A celle qui m'a donné la vie et veillé à mes chevets qui ont toujours eu confiance en moi, **A ma Mère "DJAMILA"***

A celui qui a tout fait pour ses enfants, qui a travaillé dur pour nous offrir le meilleur.

*A celui qui toujours à travers un regard mouillé exprime sa Fierté. Je dis merci **Baba** et ce travail est pour toi.*

*A l'homme de ma vie, mon exemple éternel "**AYMEN**", qui n'a cessé de me conseiller et de m'encourager tout au long de ce travail, et à qui je voudrais exprimer mes affections et mes gratitude.*

*A mes chers frères : **Rami, Ala-Edin, Anis.***

*A ma chère et seule sœur **CHAHRA***

*A ma sœur qui n'est pas née de ma mère **SOUHILA***

*A mon binôme **HOURIA** qui a partagée avec moi les moments difficiles*

*A la promotion de master 2 de **Génie des procédés***

*A mes amies proches : **NINA, MINA.***

A tous ceux qui me connaissent de près ou de loin

RAWIYA

DEDICACE

*De plus profond de mon cœur et avec grand amour, sincérité,
fierté et plus grand plaisir*

Je dédie ce travail

*A mes chers parents, source de vie et d'affection, pour leurs
sacrifices, leur patience, leur soutien et leur encouragement*

*A ma Mère "LATIFA" qui m'a appris et donné l'amour, la
tendresse et l'espoir*

A mon Père "ATHEMEN" source de ma force et de sécurité

*A mes chers Frères "FAROUK, KHIREDDINE, FARES,
AMINE, ISLAM" source de motivation qui ont toujours à
mes côtés dans tous les chemins de ma vie, merci de m'avoir
fait confiance, ce qui m'a aidé à passer avec succès toutes les
étapes de ma vie*

*Et A leurs Enfants "CHAHED, DJINANE, SABRINE,
OUJDANE et MOUHAMED-AJOUB" source de joie et de
bonheur*

Avec mes souhaits de bonheur, de succès et de santé.

*A mes grandes familles et surtout mon oncle "ALI" et ma cousine
"NOURA" et sa fille "MAISSA"*

*A mes chères copines "MASSILIA" et "MAHA" pour les moments
quand vous écoutez à mes pensées, quand vous vous rejouiez de
ma joie et quand vous traitez ma tristesse...Allah vous bénisse
dans ma vie.*

A mon binôme RAWIJA qui m'a accompagné dans ce travail.

A tous ceux qui me connaissent et m'aiment.

HOURIA

SOMMAIRE

Liste des abréviations.....	VIII
Liste des tableaux.....	VIII
Liste des figures.....	IX
Équations.....	XI
Introduction Générale.....	1
Chapitre I :Recherche Bibliographique.....	3
I.Introduction.....	4
II.Source des huiles végétales.....	4
II.1. Définition.....	4
II.2. Les propriétés physiques des huiles végétales.....	5
II.3. Les compositions chimiques des huiles végétales.....	5
II.3.1. Les acides gras.....	7
II.3.1.1. Les différents acides gras.....	7
II.3.2. Les phospholipides.....	10
II.3.3. Les stérols.....	11
II.3.4. Composés phénoliques et tocophérols.....	12
II.4. Classification.....	13
II.4.1. Classification des huiles selon leurs compositions en acides gras.....	13
II.4.1.1. La famille oléique.....	14
II.4.1.2. La famille linoléique.....	14
II.4.1.3. La famille alpha-linolénique.....	14
II.4.1.4. La famille riche en acides gras saturés (AGS).....	14
II.4.2. Autres classifications.....	14
II.4.2.1. Les huiles vierges.....	14
II.4.2.2. Les huiles obtenues par pressage à froid.....	14
II.4.2.3. Les huiles raffinées.....	15
III.Sources des huiles aromatiques.....	15
III.1. Historique.....	15
III.2. Définition.....	16
III.3. Les parties de plantes où trouver les HEs.....	17
III.4. Localisation des huiles essentielles dans la plante.....	20
III.5. Composition chimique des plantes aromatiques.....	22

III.6. La composition chimique des huiles essentielles.....	23
III.7. Propriétés physico-chimiques des HEs.....	25
III.8. Propriétés thérapeutiques.....	26
III.9. Critères de qualité des huiles essentielles.....	26
III.10. Principales voies d'administrations des HEs.....	27
III.10.1. Voie orale.....	27
III.10.2. Voie respiratoire.....	27
III.10.3. Voie cutanée.....	27
III.11. Précautions d'emploi.....	28
III.12. Toxicité des HEs.....	28
III.13. Les utilisations des HEs.....	28
III.13.1. Utilisation pour leurs propriétés odorantes.....	28
III.13.2. Utilisation pour leurs propriétés médicinales.....	29
Chapitre II :Les méthodes d'Extraction des Huiles Essentielles.....	30
I.Généralité sur la plante : clou de girofle.....	31
I.1. Origine et Etymologie.....	31
I.2. Classification botanique.....	31
I.2.1. Description botanique.....	31
I.2.2. Culture et Récolte.....	32
I.2.3. Parties de la plante utilisées.....	33
I.3. Propriétés thérapeutique.....	33
I.4. Composition chimique d'Huiles Essentielle de clou de girofle.....	33
I.5. Stabilité d'Huile Essentielle de clou de girofle.....	35
I.6. Toxicité d'huile essentielle de clou de girofle.....	35
I.7. Utilisation d'Huile Essentielle de clou de girofle.....	35
I.8. Comment conserver huile essentielle de clou de girofle.....	36
II.Extraction.....	36
II.1. Définition.....	36
II.2. Choix de la méthode d'extraction.....	37
II.3. Les méthodes de l'extraction.....	38
II.3.1. Les méthodes conventionnelles.....	38
II.3.1.1. L'entraînement à la vapeur d'eau.....	38
II.3.1.2. L'hydro-distillation.....	39

II.3.1.3. Vapo-diffusion (hydro-diffusion)	40
II.3.1.4. Expression à froid ou Expression mécanique.....	40
II.3.1.5. Extraction par solvant.....	42
II.3.1.6. Extraction par enfleurage.....	44
II.3.1.7. Extraction par CO2.....	44
II.3.2. Les méthodes innovantes.....	46
II.3.2.1. Extraction par Détente Eclair (Flash Détente)	46
II.3.2.2. Extraction par Micro-ondes.....	47
II.3.2.3. Extraction par ultrasons.....	50
II.4. Avantages et inconvénients des différents procédés d'extraction.....	52
Chapitre III :Partie Expérimentale.....	53
I. Matériels et Méthodes.....	54
I.Matériels utilisés.....	55
I.1. Matière végétale.....	55
I.2. Pesée.....	55
I.3. Extraction.....	56
I.4. Décantation.....	56
I.5. Élimination du solvant organique (évaporation).....	57
I.6. Détermination des paramètres physico-chimiques.....	57
I.6.1. La Densité.....	57
I.6.2. L'indice de réfraction.....	57
I.6.3. Le pH.....	57
I.6.4. Analyse et spectromètre FTIR.....	58
II. Méthodes.....	59
II.1. Extraction de l'huile essentielle du clou de girofle.....	59
II.2. Détermination des caractéristiques physico-chimiques.....	61
II.2.1. La densité relative.....	61
II.2.2. L'indice de réfraction.....	62
II.2.3. Control du pH.....	62
II.2.4. Mode opératoire et accessoires de spectroscopie FTIR.....	64
II. Résultats et Discussions.....	64
1.Mode de calcul de rendement.....	65
2.Caractéristiques organoleptiques.....	66

3.Caractéristiques physico-chimique.....	66
4.Densité relative à 20°C.....	66
5.Indices de réfraction à 20°C.....	67
6.Contrôle du pH.....	67
7.Résultats d'analyse infrarouge.....	68
Conclusion Générale.....	71
Références Bibliographiques.....	73
Résumé	82

LISTE DES ABREVIATIONS

HE : Huile essentielle

HEs : Huiles essentielles

AGMI : Acides gras mono-insaturés

AFNOR : Association Française de Normalisation

COV : Composés organiques volatils

CONV : Composés organiques non volatils

FTIR : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1: Caractéristiques physiques de quelques huiles.....	5
Tableau I.2: Différentes fractions de stérols (campesterol, stigmastérol and β-sitostérol) dans huiles végétales.	12
Tableau I.3 : Teneur en tocophérol dans les principales huiles végétales (mg/kg équivalent ppm).	12
Tableau II.1 : Teneurs en % des principaux composés de l'huile essentielle du clou de girofle. .	34
Tableau II.2: Paramètres mise en œuvre dans les opérations d'extraction.....	37
Tableau II.3: Quelques solvants d'extraction.	40
Tableau II.4 : Avantages et inconvénients de quelques s procédés d'extraction].	52
Tableau III.1: Résultats d'extraction.....	65
Tableau III.2: Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle de clou de girofle.	66
Tableau III.3: Caractéristiques physiques d'huile essentielle de clou de girofle.	66
Tableau III.4: Les résultats obtenus confirment la nature (acide) de cette huile.	67
Tableau III.5: Données analytiques sur l'huile de clou de girofle.	68

LISTE DES FIGURES

Figure I.1: Différents huiles végétales.....	5
Figure I.2: Structure d'une molécule de triglycéride	6
Figure I.3: Représentation des composants d'un corps gras et leurs proportions....	6
Figure I.4 : Structure des acides gras, insaturé, mono-insaturé et polyinsaturé.	8
Figure I.5: L'acide palmitique (C 16 :0).....	8
Figure I.6: L'acide stéarique (C 18 : 0)	8
Figure I.7: L'acide oléique [C 18 : 1 (n-9)].....	9
Figure I.8: L'acide linoléique (C 18 : 2 (n-6 n-9)).	9
Figure I.9 L'acide linoléique (C 18 : 3 (n-3 n-6 n-9)).	10
Figure I.10: L'acide arachidonique [(C 20 : 4) (n-6 n-9 n-12 n-15)].	10
Figure I.11: Comportement des phospholipides face à l'eau.....	11
Figure I.12: Structure chimique des tocophérols et Les polyphénols.	13
Figure I.13: les fleurs (a : rose; b : lavande, c : girofle, d : oranger).	17
Figure I.14 : Les feuilles (a :eucalyptus, b :menthe, c :thym, d :laurier, e :sarriette, f :sauge, g :pin, h :sapin).....	18
Figure I.15 : Racines (a : vétiver), rhizomes (b : gingembre, c : acore).....	18
Figure I.16 : Les fruits (a : fenouil, b : anis).....	18
Figure I.17: Les graines (a : noix de muscade, b : coriandre).....	19
Figure I.18 : Le bois (a : cannelle, b : bois de rose, c : santal rouge, d : santal blanc).	19
Figure I.19 : Les poils sécréteurs (a : Lamiacées, b : Géraniacées, c : Verbénacées).	19
Figure I.20: Photo présente : a : Apiacées, b : Myrtacées, c : Rutacées.	20
Figure I.21: Poches sécrétrices.	20
Figure I.22: Exemple de quelques glandes sécrétrices : (1), (2), (3); (Lavande).	21
Figure I.23 : Observation en microscopie optique de glandes peltées sécrétant des huiles essentielles à différents stades de maturité chez <i>Pélagonium</i> sp. (a) : Début de maturation, (b, c) : remplissage avec l'HE, (d) : éclatement de la glande. C : cuticule.	21
Figure I.24: Structure de quelques dérivées de phénylpropane.....	23

Figure I.25: L'isoprène, un diène.	23
Figure I.26: Quelques exemples de monoterpènes.	24
Figure I.27: Quelques composés terpéniques.	24
Figure I.28: Quelques composés d'origines diverses.	24
Figure II.1: Arbre de girofle.	32
Figure II.2: Feuilles de girofle.	32
Figure II.3: Fleur de girofle.	33
Figure II.4 : Bouton floraux récolté.	33
Figure II.5 : Poudre de clou de girofle.	33
Figure II.6: Schéma descriptif de l'entraînement à la vapeur d'eau.	38
Figure II.7: Schéma du principe de la technique d'hydro-distillation (distillation).	39
Figure II.8: Schéma descriptif de l'Hydro-diffusion.	40
Figure II.9: Appareil d'expression à froid.	41
Figure II.10: Schéma des différents Sfumatrices.	41
Figure II.11: Presse mécanique model P500R.	42
Figure II.12: Configuration d'une presse en continue.	42
Figure II.13: Schéma de l'extraction par enfleurage.	44
Figure II.14: Schéma simplifié d'extraction par CO2 supercritique.	446
Figure II.15 Schéma de l'extraction par Flash Détente.	47
Figure II.16: Schéma du procédé d'extraction MAP.	47
Figure II.17 : Schéma du procédé d'extraction par entrainement à l'air assisté par micro-ondes.	48
Figure II.18 : Schéma du procédé VMHD.	48
Figure II.19: Schéma de l'hydrodistillation assistée par micro-ondes [.	48
Figure II.20 : Schéma du procédé d'extraction sans solvant assistée par micro-ondes (ESSAM).	48
Figure II.21: L'appareil de l'xtraction par ultrasons	50
Figure II.22: Schéma démonstratif de la cavitation ultrasonore.	51
Figure III.1: Montage d'hydro-distillation.	55

Figure III.2: Ampoule à decanter.	56
Figure III.3: Evaporateur rotatif de type HS-2005V-N.....	57
Figure III.4: Spectromètre FTIR (PerkinElmer).....	58
Figure III.5: Peser le clou de girofle avec Balance électronique de précision.	59
Figure III.6: Le distillat extrait.	59
Figure III.7: Les phases qui composent le distillat.	60
Figure III.8: La première goutte de distillat.	61
Figure III.9: Le densimètre.	61
Figure III.10: Le réfractomètre.....	62
Figure III.11: Le pH-mètre.....	62
Figure III.12: Accessoires de spectroscopie FTIR.	63
Figure III.13: Spectre FTIR (mode transmittance) de l'huile essentielle.....	68

INTRODUCTION

GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Les huiles essentielles sont des extraits végétaux hautement concentrés qui capturent les composés aromatiques volatils responsables de l'odeur et des propriétés caractéristiques des plantes. Elles sont utilisées depuis des siècles dans diverses cultures pour leurs applications thérapeutiques, cosmétiques et culinaires. Les huiles essentielles sont extraites de différentes parties des plantes, notamment les feuilles, les fleurs, les tiges, l'écorce et les racines, par des procédés tels que la distillation à la vapeur d'eau, la pression à froid ou l'extraction par solvant. Ces huiles possèdent un large éventail de propriétés bénéfiques et trouvent des applications dans divers domaines.

Il a été démontré que les huiles essentielles ont un impact positif sur la santé émotionnelle et mentale. Elles peuvent contribuer à améliorer l'humeur, à réduire les sentiments de stress et d'anxiété et à favoriser la relaxation. Parmi les huiles essentielles couramment utilisées pour le bien-être émotionnel figurent la lavande, la camomille, la bergamote et l'encens.

Répulsifs naturels contre les insectes : Certaines huiles essentielles, comme la citronnelle, le lemon-grass et la menthe poivrée, ont des propriétés insectifuges. Elles peuvent être utilisées comme alternatives naturelles aux insecticides chimiques, offrant une protection contre les moustiques, les tiques et autres nuisibles.

Arômes et aromatisation : Les huiles essentielles sont utilisées dans l'industrie alimentaire et des boissons pour créer des saveurs et des arômes uniques. Elles sont très concentrées et puissantes, de sorte qu'il suffit d'une petite quantité pour imprégner les plats, les desserts, les boissons et même les cocktails de goûts et de parfums délicieux.

Aromathérapie et bien-être : Les huiles essentielles sont largement utilisées en aromathérapie pour favoriser la relaxation, améliorer l'humeur et favoriser le bien-être général. L'inhalation ou l'application topique d'huiles essentielles peut avoir un impact positif sur l'état mental et émotionnel, en aidant à réduire le stress, l'anxiété et à améliorer la qualité du sommeil.

Guérison naturelle et bien-être : De nombreuses huiles essentielles possèdent des propriétés antimicrobiennes, anti-inflammatoires et antioxydantes. Elles peuvent être utilisées comme remèdes naturels pour traiter diverses affections, notamment les troubles respiratoires, les problèmes de peau, les maux de tête, les troubles digestifs et bien d'autres encore. Les

huiles essentielles telles que l'arbre à thé, la lavande, l'eucalyptus et la menthe poivrée sont connues pour leurs effets thérapeutiques.

Soins personnels et cosmétiques : Les huiles essentielles sont couramment incorporées dans les produits de soins personnels tels que les savons, les lotions, les shampooings et les parfums. Elles procurent un parfum naturel, renforcent les bienfaits des soins de la peau et peuvent répondre à des problèmes spécifiques tels que l'acné, le vieillissement et la sécheresse.

Applications culinaires : Certaines huiles essentielles, comme le citron, l'orange, le basilic et le romarin, sont utilisées dans les pratiques culinaires pour ajouter de la saveur et de l'arôme aux aliments et aux boissons. Elles sont employées avec parcimonie en raison de leur puissance et peuvent conférer aux plats des profils gustatifs uniques.

Nettoyage et usages domestiques : Les huiles essentielles aux propriétés antimicrobiennes et antiseptiques, comme l'arbre à thé, le citron et la lavande, sont utilisées dans les produits de nettoyage naturels. Elles peuvent aider à désinfecter les surfaces, rafraîchir l'air et constituer des alternatives naturelles aux nettoyants ménagers conventionnels.

Soins naturels pour les animaux de compagnie : Les huiles essentielles peuvent être utilisées dans les produits de soins pour animaux de compagnie pour le toilettage, pour apaiser les irritations cutanées, pour repousser les puces et les tiques et pour calmer les animaux anxieux. Cependant, il est important d'utiliser des huiles essentielles sans danger pour les animaux et de consulter un vétérinaire pour une utilisation appropriée.

Parfum d'ambiance : Les huiles essentielles sont utilisées pour créer des arômes agréables dans des environnements tels que les maisons, les bureaux et les espaces commerciaux. Elles sont généralement diffusées à l'aide de diffuseurs, de bougies ou de diffuseurs à roseaux pour créer l'ambiance souhaitée.

Applications industrielles : Certaines huiles essentielles sont utilisées dans l'industrie, notamment dans la fabrication de savons, de détergents, de bougies et de désodorisants. Elles peuvent apporter un parfum naturel, des propriétés antimicrobiennes ou agir comme solvants.

Recherche et développement : Les huiles essentielles continuent de faire l'objet de recherches et de développements scientifiques. Des études portent sur leurs bienfaits

thérapeutiques potentiels, leurs activités antimicrobiennes et leurs applications dans divers domaines tels que les produits pharmaceutiques, l'agriculture et les nanotechnologies.

Il existe plusieurs méthodes pour extraire les huiles essentielles des plantes :

- Distillation à la vapeur d'eau : La méthode la plus courante consiste à faire passer de la vapeur d'eau à travers la plante, ce qui entraîne la libération et l'évaporation des huiles essentielles, qui sont ensuite condensées et recueillies.
- Pressage à froid : Principalement utilisée pour les agrumes, cette méthode consiste à presser mécaniquement les écorces pour en extraire les huiles.
- Extraction par solvant : Des solvants tels que l'hexane ou l'éthanol sont utilisés pour dissoudre les huiles essentielles des fleurs ou des plantes délicates. Le solvant est ensuite évaporé, laissant derrière lui l'huile concentrée.
- Extraction au CO₂ : Une méthode plus récente qui utilise du dioxyde de carbone sous pression pour extraire les huiles essentielles, préservant ainsi leur qualité et leur pureté.

Il est important de noter que les huiles essentielles sont des substances très concentrées et qu'elles doivent être utilisées avec précaution. Une dilution correcte et le respect des directives sont essentiels pour garantir une utilisation sûre et efficace.

Les huiles essentielles offrent une gamme variée d'applications et continuent d'être appréciées pour leurs propriétés naturelles et leurs bienfaits aromatiques dans diverses industries et dans la vie de tous les jours.

Le présent travail qui comporte deux grandes parties, notre premier souci était de réussir l'extraction de l'huile, une fois récupérée, on est passé à sa caractérisation physico-chimique de cette huile essentielle par les techniques disponibles au sein de notre laboratoire.

CHAPITRE I: RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE



I. Introduction

Les huiles représentent une part importante du régime alimentaire chez l'homme et contiennent de nombreux nutriments essentiels [1].

L'huile est utilisée depuis des siècles, bien que les premières matières grasses utilisées par l'homme proviennent de la graisse fondue des animaux. La première utilisation de l'huile n'avait pas de vocations alimentaires, il s'agissait bien souvent de combustible servant à l'éclairage [2].

Les huiles végétales sont variées en plusieurs types

- L'huile alimentaire : utilisée dans l'alimentation.
- L'huile végétale carburant : utilisée comme carburant ou comme additif dans les moteurs thermiques.
- L'huile végétale comme combustible : utilisée comme combustible pour une lampe à huile par exemple.
- Une huile végétale utilisée dans d'autres domaines qu'alimentaire, par exemple :
 - L'huile de cumin noir, l'huile de pépins de raisin, l'huile de coco, le beurre de karité, ... utilisés en cosmétique voire en pharmacie.
 - L'huile de lin comme siccatif [3].

II. Source des huiles végétales

II.1. Définition

Les huiles végétales représentent un vaste ensemble très varié de corps gras d'origine, de composition, de qualité et de goûts différents. Celles-ci sont présentées selon leurs caractéristiques physico-chimiques, leur mode de fabrication, leur composition en acides gras, en vitamines, en composés mineurs, leur intérêt nutritionnel et leurs usages. Toutes ont un intérêt différent [4].



Figure I.1 : Différents huiles végétales.

II.2. Les propriétés physiques des huiles végétales

La solubilité et le point de fusion sont les deux principales propriétés physiques des huiles.

Ainsi ils sont caractérisés par leur : arôme, fluidité [5].

Tableau I.1 : Caractéristiques physiques de quelques huiles [5].

Huile	Point de fusion (c°)	Densité	Viscosité (cSt)
Huile de tournésol	-15	0.94	66
Huile de maïs	-18 à -10	0.90	65-72
Huile de soja	-15	0.91	57-76
Huile de colza	< 2	0.91	98

II.3. Les compositions chimiques des huiles végétales

La composition chimique des huiles végétales correspond dans la plupart des cas à un mélange de 95 % de triglycérides (**Figure I.2**) [6], qui sont eux même constituées de glycérols (3-5%) et d'acides gras (90-95%).

D'autres composants mineurs sont retrouvés en faible quantité, tel que des acides gras libres, des polyphénols, des stérols et des vitamines (tocophérols, tocotriénols...) (**Figure I.3**).

Certains de ces composants minoritaires cités sont très importants, appréciés et recherchés dans de nombreux domaines pour leurs activités, notamment dans le domaine médical pour un but thérapeutique et dans la cosmétique et les soins de la peau [7].

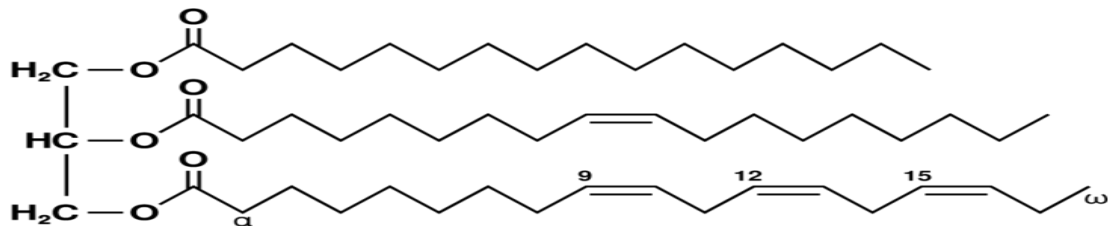


Figure I.2 : Structure d'une molécule de triglycéride [8].

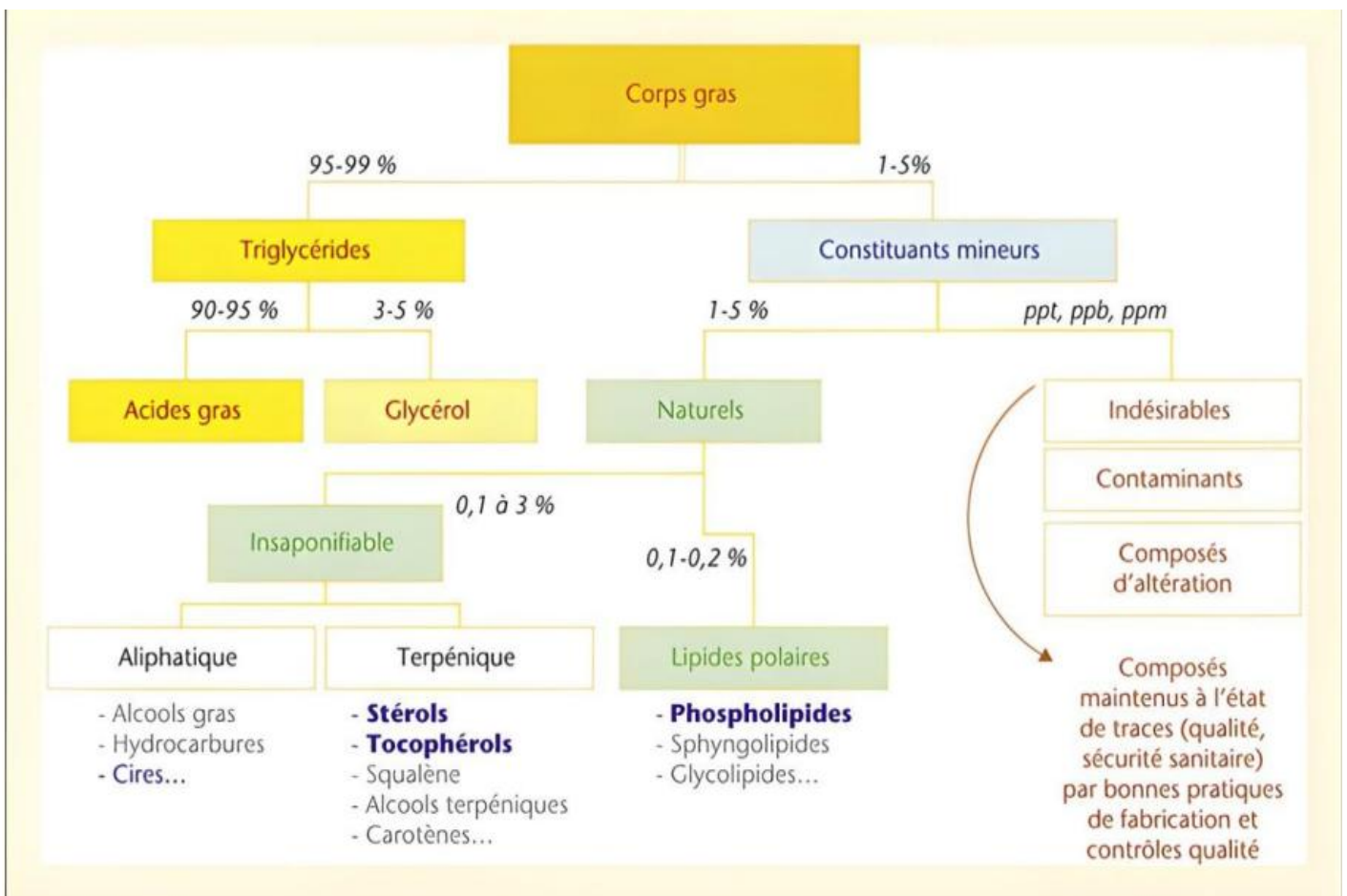


Figure I.3 : Représentation des composants d'un corps gras et leurs proportions.

II.3.1. Les acides gras

Les composants majoritaires des huiles, sont Les acides gras, peuvent être en fonction de leur configuration chimique saturés ou insaturés (monoinsaturé ou polyinsaturée) [7].

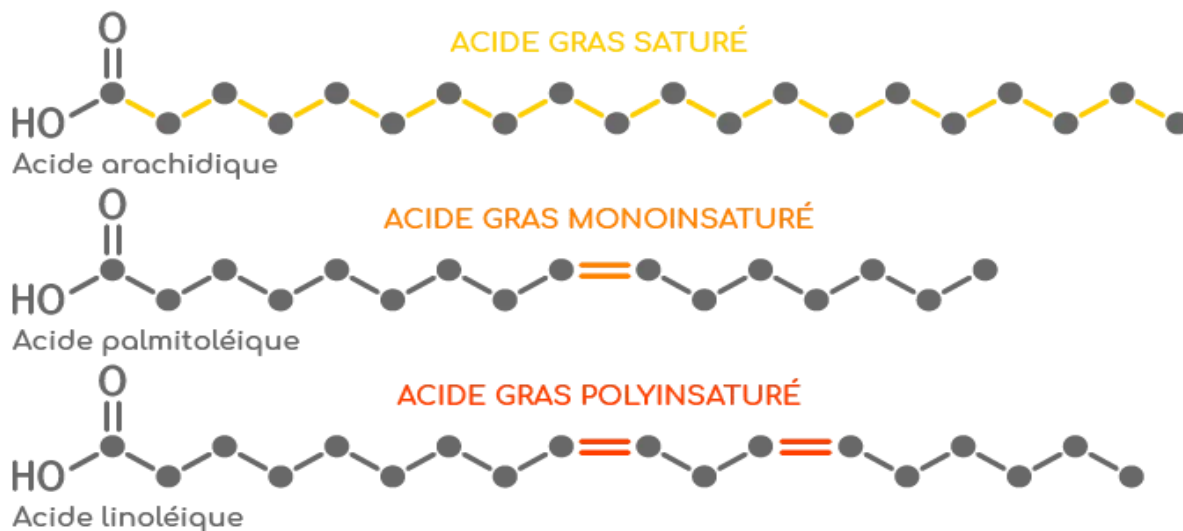


Figure I.4 : structure des acides gras, insaturé, mono-insaturé et polyinsaturé [8].

Un acide gras se compose d'un enchaînement d'atomes de carbone et d'hydrogène, avec à une extrémité une fonction acide carboxylique COOH. Cela forme une chaîne plus ou moins longue selon le type d'acide gras. En fonction du nombre d'atomes d'hydrogène que l'on retrouve sur ces carbones, on distingue plusieurs configurations d'acides gras : les insaturés et les saturés [9].

II.3.1.1. Les différents acides gras

a. Acides gras saturés

➤ L'acide palmitique

- Est un acide gras saturé. Il est présent sous la forme d'un solide blanc, qui fond à 64°C.
- Est un acide gras à chaîne longue.
- Le principal produit de la synthèse des lipides dans les cellules animales. On le symbolise souvent par les nombres C16:0 pour indiquer qu'il a 16 atomes de carbone et aucune liaison éthylénique.
- C'est un excellent aliment énergétique [10].

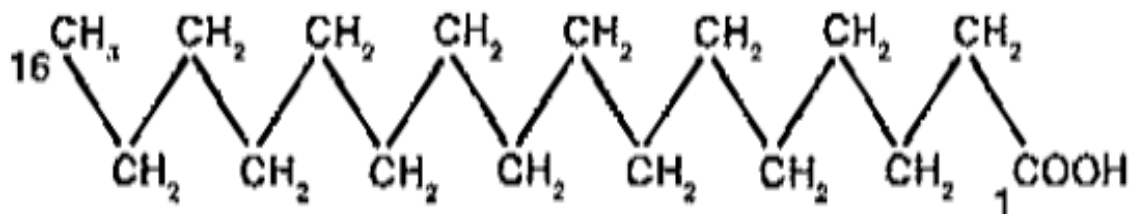


Figure I.5 : L'acide palmitique (C 16 :0) [8].

➤ **L'acide stéarique**

Est un autre acide gras saturé à chaîne longue, qu'on symbolise par les nombres 18:0. Il est également un solide blanc, qui fond à 70°C. Il est abondant dans toutes les graisses animales (surtout chez les ruminants) et végétales [10].

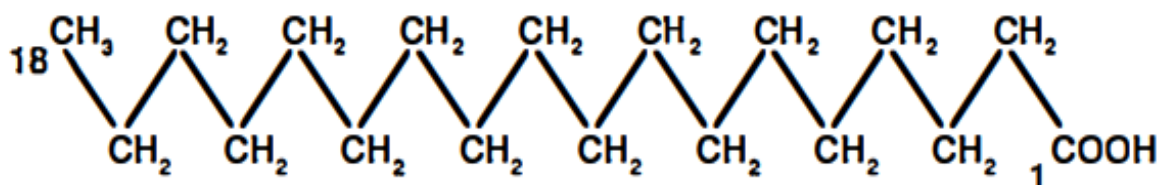


Figure I.6 : L'acide stéarique (C 18 : 0) [10].

b. Acide gras mono-insaturés

➤ **L'acide oléique**

- Est le plus abondant des acides gras à chaîne longue dans l'organisme humain.
- Il est symbolisé par les nombres 18 :1.
- L'acide oléique est donc un acide gras insaturé, plus précisément monoinsaturé.
- A la température normale du corps humain, il se présente sous la forme d'un liquide (huile).
- Il ne se solidifie qu'à 4°C. Son nom provient de l'huile d'olive, mais il est abondant dans toutes les huiles animales et végétales [10].

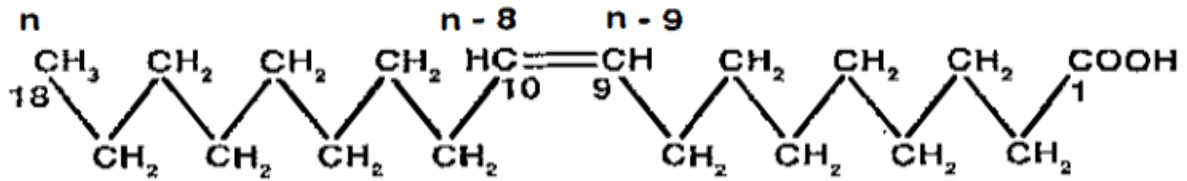


Figure I.7 : L'acide oléique [C 18 : 1 (n-9)] [8].

c. Acide gras Poly-insaturés

➤ L'acide linoléique :

- Est un acide gras à chaîne longue, présent dans les huiles végétales.
- On le symbolise par les nombres 18:2.
- C'est un acide gras insaturé, et même polyinsaturé.
- A la température de notre corps, c'est un liquide (huile) qui ne se solidifie qu'à -12°C.
- En présence d'air, il s'oxyde rapidement (rancissement). Son nom vient de l'huile de lin, mais il est abondant dans toutes les huiles végétales.

L'acide linoléique ne peut pas être synthétisé dans l'organisme des animaux. Il est reçu exclusivement par voie digestive (huiles végétales) et c'est un composé indispensable de notre ration alimentaire. Parce qu'il doit être présent dans notre alimentation et qu'il est irremplaçable dans ses fonctions on le qualifie d'acide gras indispensable et essentiel [10].

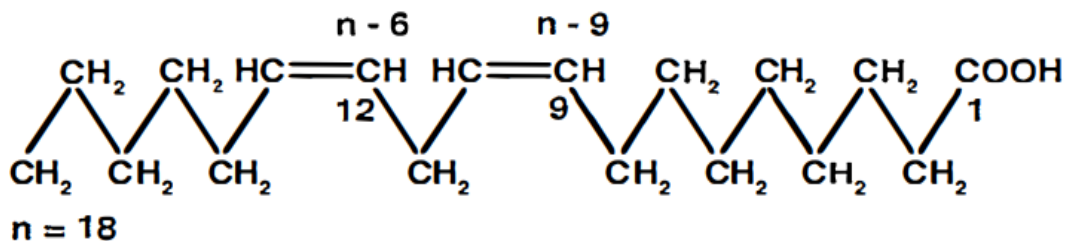


Figure I.8 : L'acide linoléique (C 18 : 2 (n-6 n-9)) [8].

➤ L'acide linoléique

- Est un acide gras à chaîne longue qu'on trouve dans les huiles végétales et dans les huiles des poissons.
- On le symbolise par les nombres 18:3.
- Il est un acide gras insaturé.
- Il est sous forme liquide (huile) à température ambiante et ne se solidifie qu'à 11 °C.

- En présence d'air, il s'oxyde rapidement (rancissement).
- L'acide linoléique ne peut pas être synthétisé dans l'organisme des animaux, il est reçu exclusivement par voie alimentaire (huiles végétales) [10].

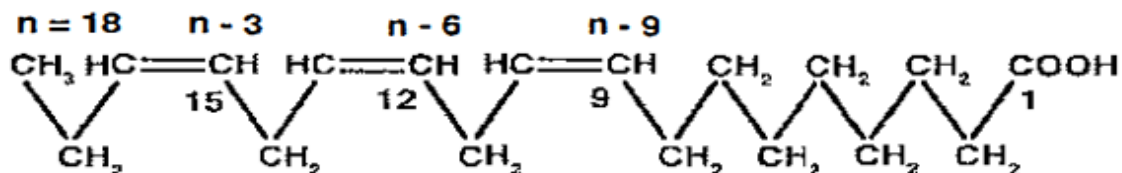


Figure I.9 : L'acide linoléique (C 18 : 3 (n-3 n-6 n-9)) [8].

➤ **L'acide arachidonique**

- Est un acide gras à chaîne longue, présent dans certaines huiles végétales.
- On le symbolise par les nombres 20:4.
- Il est un acide gras polyinsaturé.
- L'acide arachidonique est fabriqué par l'organisme humaine à partir de l'acide linoléique, il n'est donc pas un acide gras indispensable.
- Il est le précurseur direct des hormones eicosanoïdes [10].

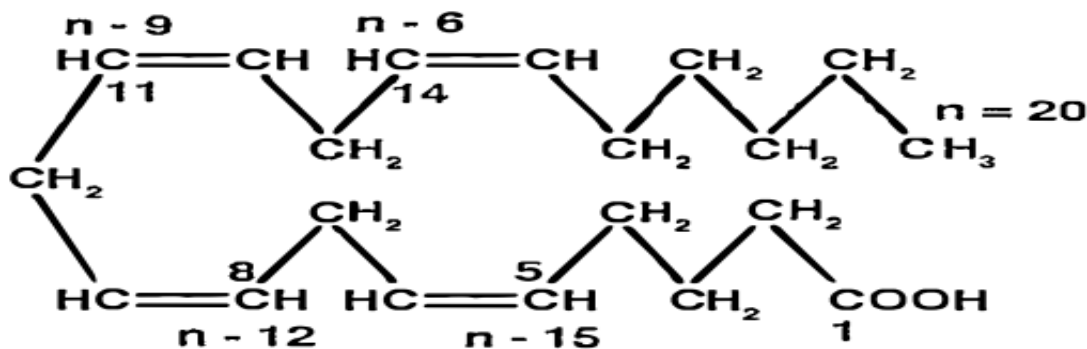


Figure I.10 : L'acide arachidonique [(C 20 : 4) (n-6 n-9 n-12 n-15)] [8].

II.3.2. Les phospholipides

Les phospholipides (phosphatides), présents dans les corps gras végétaux bruts (jusqu'à 2% de certaines huiles) sont essentiellement des phosphoglycérides (c'est-à-dire des dérivés du phosphoryl-3 glycérol), des sphingolipides (dérivés de la phytosphingosine) et des phospholipides comportant, en outre, des motifs glucidiques. On représente souvent les phospholipides par un groupement phosphate hydrophile, et deux chaînes hydrocarbonées [11].

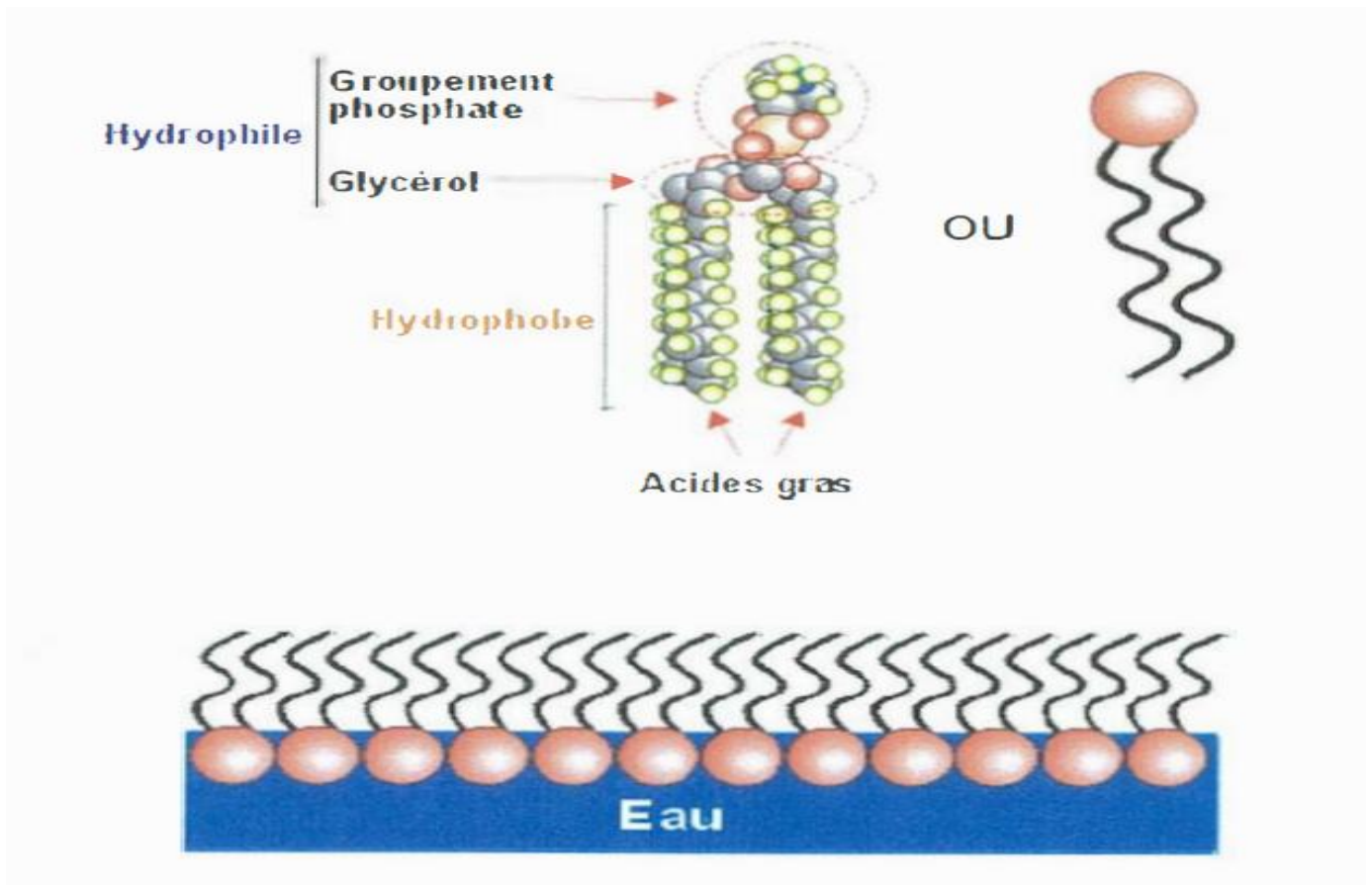


Figure I.11 : Comportement des phospholipides face à l'eau [11].

II.3.3. Les stérols

La majorité des huiles végétales contient de faibles concentrations en stérols (1-5g/kg d'huile). Par exemple, les huiles de colza et de graines de maïs contiennent respectivement 5-11 et 8-22 g/ kg d'huile brute. Généralement, le phytostérol est le principal stérol et représente 50 à 80% des stérols totaux avec d'autres fractions telles que le campesterol, stigmastérol and β -sitostérol. Les stérols sont très sensibles aux traitements thermiques et aux différentes opérations de raffinage des huiles [12-13].

Tableau I.2 : Différentes fractions de stérols (campesterol, stigmastérol and β -sitostérol) dans huiles végétales [14].

Huiles		Concentration	En (mg /kg huile)	
	Total stérols (mg/kg)	compesterol	stigmastérol	β-sitostérol
Palme	300-700	19-27	8-14	50-62
Colza	4500-11300	25-39	0-1	45-58
Soja	1800-4500	16-24	15-19	47-60
Tournesol	2400-5000	6-13	6-13	50-70

Durant le raffinage, la désodorisation permet l'élimination de certains composés mineurs à courte chaîne, tels que les aldéhydes, cétones, tocophérols, stérols, pesticides organochlorés et composés volatils [14-15].

II.3.4. Composés phénoliques et tocophérols

Les tocophérols sont des composés naturels très sensibles à l'oxydation, connus pour leurs pouvoir antioxydant et présents à de faibles concentrations (jusqu'à 500 ppm seulement). Il existe différentes fractions α , β , et γ de tocophérols. Les huiles végétales contiennent souvent de très faibles teneurs en tocophérols (200- 800 ppm) et comme l'indique (**Tableau I.3**), cette concentration est fonction de la nature de l'huile et des procédés d'extraction [16].

Tableau I.3 : Teneur en tocophérol dans les principales huiles végétales (mg/kg équivalent ppm) [17-19].

Huiles végétales	Total (mg/kg)	Tocophérols (mg/kg)			
		α	β	γ	δ
Palm	150-1500	4-193	0234	0-526	0-123
Colza	430-2680	100-386	0-140	189-753	0-22
Soja	600-3370	9-352	0-36	89-2307	154-932
Tournesol	440-152	409-935	0-45	0-34	0-7

Cependant, les huiles obtenues par pressage sont plus riches en tocophérols que l'huile obtenue par extraction par hexane. L'huile d'olive contient une large gamme de composés phénoliques [17].

Grâce à leur structure en chaîne aliphatique (**Figure I.4**), les tocophérols sont des vitamines solubles dans l'huile et sont à l'origine de l'activité anti-oxydante. D'un point de vue localisation, cette fraction est présente essentiellement au niveau de l'amande de la graine (74%) et un peu moins (26%) au niveau de la cuticule [18].

La teneur de l'huile en tocophérols est proportionnelle au taux d'acides gras insaturés [19]. Ils sont liés à la membrane des oléosomes par le noyau chromano [20].

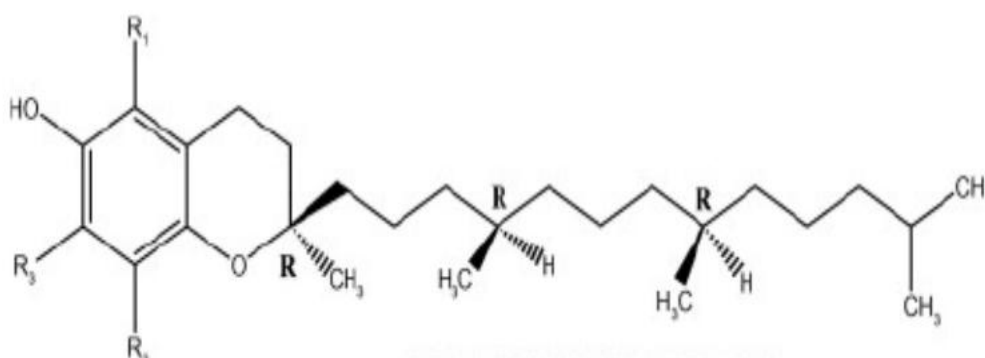


Figure I.12 : Structure chimique des tocophérols et Les polyphénols [8].

Les tocophérols sont le produit de métabolisme secondaire pour les structures végétales. Il s'agit d'une structure basée sur un cycle benzénique avec un groupement hydroxyles liés a des groupements alkyles, ester ou glucidiques [21].

II.4. Classification

II.4.1. Classification des huiles selon leurs compositions en acides gras

Selon la composition d'une huile en acides gras, elles peuvent être classées en différentes familles. Selon les caractéristiques de ces familles, elles peuvent être nombreuses, il existe 4 familles principales [7].

II.4.1.1. La famille oléique

Dans cette famille l'acide gras majoritaire est l'acide oléique (C18:1 ω 9, ou n-9), un AGMI. Exemples : huiles d'olive, d'arachide, de noisette, et certaines variétés de l'huile de colza et l'huile de tournesol [7].

II.4.1.2. La famille linoléique

Dans cette famille l'acide gras majoritaire est l'acide linoléique (C18:2 ω 6 ou n-6), un AGPI avec deux insaturations. Exemples : huiles de soja, de tournesol, l'huile de pépins de raisin [7].

II.4.1.3. La famille alpha-linolénique

Dans cette famille l'acide alpha-linolénique (C18:3 ω 3 ou n-3), un AGPI avec deux insaturations et présent de façon significative. Exemples : huiles de soja, huile de noix et de lin (certaines variétés) [7].

II.4.1.4. La famille riche en acides gras saturés (AGS)

Dans cette famille de nombreux AGS peuvent être retrouvés en quantité moyenne à forte. Les principaux représentants sont : l'acide laurique (C12:0), l'acide palmitique (C16:0) et l'acide stéarique (C18:0) [7].

II.4.2. Autres classifications

Les huiles végétales alimentaires peuvent aussi être différenciées selon leurs procédés d'obtention et leur degré de raffinage [7].

II.4.2.1. Les huiles vierges

Elles sont obtenues par pressage combiné à un chauffage et dont le raffinage est limité à des procédés physiques (décantation, filtration et centrifugation) [7].

II.4.2.2. Les huiles obtenues par pressage à froid

La seule différence entre celle-ci et les huiles vierges, c'est l'absence de chauffage pendant le procédé d'extraction mécanique [7].

II.4.2.3. Les huiles raffinées

Après une extraction par un procédé mécanique ou par solvants (hexane), un procédé de raffinage est nécessaire afin d'éliminer les composés indésirables. Les huiles obtenues sont appelées huiles raffinées [7].

III. Sources des huiles aromatiques (essentiels)

III.1. Historique

Les premières preuves de fabrication et d'utilisation des huiles essentielles datent de l'an 3000 avant J.C. Environ. Il existe d'autres traces qui témoignent de la persistance et l'évolution de ces pratiques. Les huiles essentielles semblent donc avoir accompagné la civilisation humaine depuis ses premières genèses. Les égyptiens puis les grecs et les romains ont employé diverses matières premières végétales ainsi que les produits qui en découlent, notamment les huiles essentielles. Ces utilisations concernaient différents domaines : parfumerie, médecine, rites religieux, coutumes païennes, alimentation, ... Par exemple, chez les Romains et les Grecs, romarin et thym étaient associés comme emblème décoratif dans la pratique des cultes et dans la célébration des triomphes.

L'étape byzantine de la civilisation va permettre l'instauration des bases de la distillation et, avec l'ère arabe de la civilisation, l'huile essentielle devient un des principaux produits de commercialisation internationale ; Avicenne, philosophe, médecin et scientifique persan, va définir précisément le procédé d'entraînement à la vapeur. L'Iran et la Syrie deviennent les principaux centres de production de divers types d'extraits aromatiques.

Suite aux croisades, ces savoirs seront diffusés en Europe. Les huiles essentielles seront utilisées lors de l'épidémie de peste. Et il faudra attendre pour que la notion d'huile essentielle apparaisse. Apothicaires et herboristes commencent à prescrire quelques huiles essentielles.

Ensuite, les huiles essentielles vont bénéficier des avancées scientifiques, au niveau des techniques d'obtention et de l'analyse de leur composition chimique. Parallèlement, leur utilisation va aussi tirer profit de l'avènement de l'aromathérapie [22].

III.2. Définition

De très nombreux auteurs ont tenté de donner une définition des huiles essentielles.

L'AFNOR donne la définition suivante: (l'huile essentielle est le produit obtenu à partir d'une matière première d'origine végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques, soit par distillation. L'huile essentielle est ensuite séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques).

Cette définition détermine les huiles essentielles au sens strict. Mais, de ce fait, elle écarte les produits obtenus, toujours à partir de matière première végétale, mais en employant d'autres procédés d'extraction, comme l'utilisation de solvants non aqueux ou l'enfleurage.

Ainsi nous pouvons définir quatre autres types de produits :

- **Concrète** : extrait à odeur caractéristique, obtenu à partir d'une matière première fraîche d'origine végétale, par extraction par un solvant non aqueux, nommé aussi essence concrète ou essence.
- **Résinoïde** : extrait à odeur caractéristique, obtenu à partir d'une matière première sèche d'origine végétale, par extraction par un solvant non aqueux.
- **Pommade florale** : corps gras parfumé obtenu à partir de fleurs, soit par enfleurage à froid (par diffusion des constituants odorants des fleurs dans le corps gras), soit par enfleurage à chaud (par digestion ou immersion des fleurs dans le corps gras fondu).
- **Absolue** : produit à odeur caractéristique, obtenu à partir d'une concrète, d'une pommade florale ou d'un résinoïde par extraction par éthanol à température ambiante. Pour certains auteurs, il est important de distinguer essences et huiles essentielles : Essence : sécrétion naturelle élaborée par l'organisme végétal, contenue dans divers types d'organes producteurs, variables selon la partie de la plante considérée.
- **Huile essentielle** : extrait naturel de matières premières d'origine végétale, obtenu par distillation par la vapeur d'eau, c'est-à-dire que l'huile essentielle est l'essence distillée. Nature et composition de ces deux substances diffèrent en raison des phénomènes d'oxydo-réduction qui ont généralement lieu lors de la distillation et qui modifient la composition biochimique de l'essence. Les huiles essentielles sont solubles dans l'alcool, l'éther et les huiles fixes, mais insolubles dans l'eau. Elles sont généralement liquides à température ambiante. Elles ont une densité inférieure à l'unité, à l'exception de quelques cas (cannelle, saffras et vétiver) [22].

III.3. Les parties de plantes où trouver les HEs

Toutes les parties des plantes aromatiques peuvent contenir de l'huile essentielle :

- les fleurs bien sur, exemples : oranger, rose, lavande ; le bouton floral (girofle) ou les bractées (ylang-ylang).
- les feuilles le plus souvent, exemples : eucalyptus, menthe, thym, laurier, sarriette, sauge, aiguilles de pin et sapin.
- les organes souterrains, exemples : racines (vétiver), rhizomes (gingembre, acore).
- Les fruits, exemples : fenouil, anis, épicarpes des Citrus.
- Les graines : noix de muscade, coriandre.
- Le bois et les écorces, exemples : cannelle, santal, bois de rose. Les huiles essentielles sont produites par diverses structures spécialement différenciées dont le nombre et les caractéristiques sont très variables.
- Les poils sécréteurs épidermiques rencontrés souvent chez les Lamiacées, géraniacées et Verbénacées. Ils produisent les essences dites superficielles.
- Les organes sécréteurs sous-cutanés comprenant des cellules et des poches sécrétrices qui sont généralement disséminées au sein du tissu végétal chez les Myrtacées, Rutacées, ainsi que des canaux sécréteurs chez les Apiacées [23].



Figure I.13 : les fleurs (a : rose; b : lavande, c : girofle, d : oranger).



Figure I.14 : Les feuilles (a :eucalyptus, b :menthe, c :thym, d :laurier, e :sarriette, f :sauge, g :pin, h :sapin).



Figure I.15 : Racines (a : vétiver), rhizomes (b : gingembre, c : acore).



Figure I.16 : Les fruits (a : fenouil, b : anis).



Figure I.17 : Les graines (a : noix de muscade, b : coriandre).



Figure I.18 : Le bois (a : cannelle, b : bois de rose, c : santal rouge, d : santal blanc).



Figure I.19 : Les poils sécréteurs (a : Lamiacées, b : Géraniacées, c : Verbénacées).



Figure I.20 : Photo présente : a : Apiacées, b : Myrtacées, c : Rutacées.

III.4. Localisation des huiles essentielles dans la plante

Les plantes aromatiques comportent trois principales catégories d'appareils sécréteurs : les poils glandulaires épidermiques, les poches et les canaux glandulaires schizogène et schizolysigène. Ce sont des cavités situées dans les parenchymes des feuilles, des tiges et des fruits, chez certaines espèces. Les structures glandulaires peuvent se rencontrer dans tous les organes végétaux. Les plantes dans lesquelles ces structures sont rares, elles souvent présentent dans un seul organe et la plupart sont fournies avec toutes leurs parties [25].

Les glandes sont constituées dans les plantes par une cavité entourées d'une couche des cellules. Dans cette cavité s'accumule la liqueur sécrétée. On nomme glandes vésiculaires de petits réservoirs remplis d'huile essentielle et qu'on observe dans l'enveloppe herbacée des végétaux [26,40].

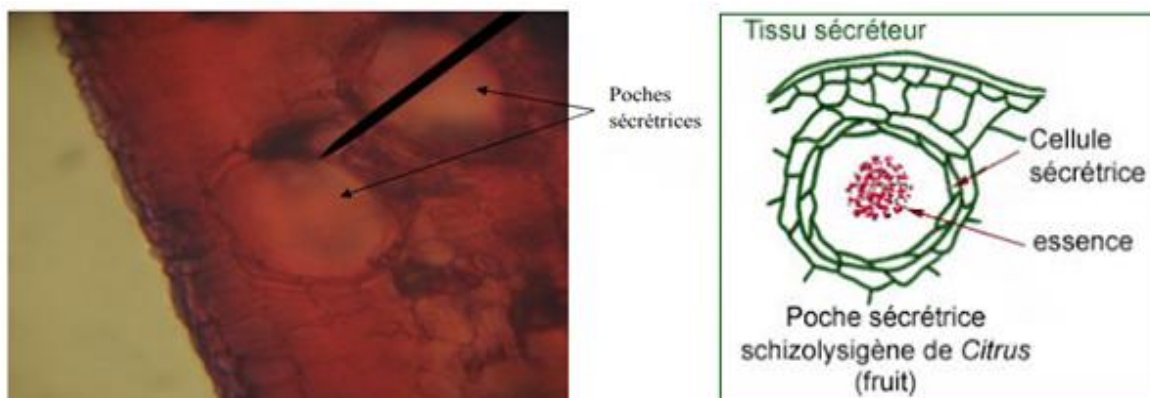


Figure I.21 : Poches sécrétrices [27-28].

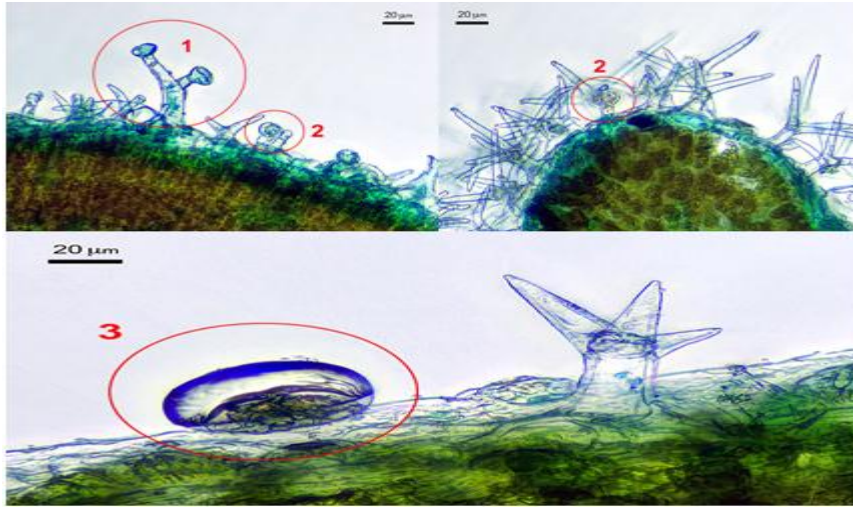


Figure I.22 : Exemple de quelques glandes sécrétrices : (1), (2), (3); (Lavande) [29].

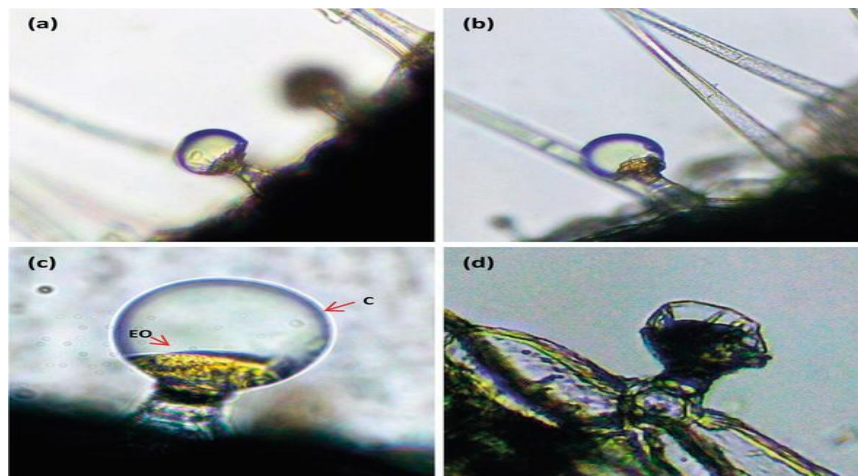


Figure I.23 : Observation en microscopie optique de glandes peltées sécrétant des huiles essentielles à différents stades de maturité chez *Pélargonium* sp. (a) : Début de maturation, (b, c) : remplissage avec l'HE, (d) : éclatement de la glande. C : cuticule [29].

Ces glandes peltées ont une cuticule épaisse et rigide mais le long des stades de maturité de ces glandes l'épaisseur de cette cuticule diminue pour faciliter l'éclatement et la libération du contenu vers la fin de la maturité de la glande ou par contact avec certains insectes [27].

III.5. Composition chimique des plantes aromatiques

La composition chimique des plantes aromatiques est complexe et est constituée de deux fractions. La première fraction dite volatile (COV) est présente dans différents organes de la plante selon la famille ; cette fraction est composée de métabolites secondaires qui constituent l'huile essentielle.

Les plantes aromatiques ont la particularité de renfermer au sein de leurs organes sécréteurs, des cellules génératrices de métabolites secondaires où il apparaît clairement comment les molécules très volatiles sont synthétisées à partir d'unités méthyl-2-buta-1,3-diène (isoprène) et où les réactions d'addition de ces unités conduisent aux terpènes, sesquiterpènes, diterpènes et leurs produits d'oxydation tels que les alcools, aldéhydes, cétones, éthers et esters terpéniques. L'ensemble de ces produits sont accumulés dans des cellules sécrétrices offrant à la plante une odeur caractéristique.

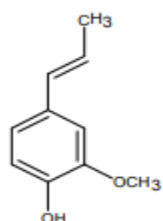
La deuxième fraction dite non volatile de la plante, composés organiques non volatils (CONV), est composée essentiellement de coumarines, flavonoïdes, composés acétyléniques ainsi de lactones sesquiterpéniques phénols ou polyphénols jouant un rôle fondamental dans l'activité biologique de la plante [23,41].

III.6. La composition chimique des huiles essentielles

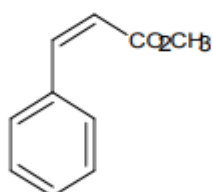
Les HEs constituent des mélanges complexes de composés organiques possédant des structures et des fonctions chimiques très diverses. Cette composition peut varier d'une dizaine jusqu'au plus de 300 constituants (HEs de vétiver, de patchouli, de géranium) qui peuvent être classés en deux catégories : les composés terpéniques et les composés aromatiques. On y trouve également, et en faibles concentrations des acides gras, des cétones et des coumarines volatiles, des lactones (dérivés des acides cinnamiques), des alcaloïdes de faible poids moléculaire. La nature du composé majoritaire (phénol, alcool, aldéhyde, cétone...) joue un rôle principal dans l'efficacité de leurs effets biologiques voire les composés minoritaires. En général une huile essentielle contient en moyenne soixante-quinze molécules actives [23-24].

a. Les composés aromatiques

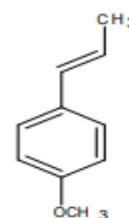
Sont des composés oxygénés et volatils dérivés du phénylpropane. Cette classe comporte des composés odorants bien connus comme la vanilline, l'eugénol, l'anéthol, l'estragole et bien d'autres. Ils sont caractéristiques des HES du clou de girofle, de la vanille, de la cannelle, du basilic, de l'estragon, etc...[29].



Eugénol



(Z)- cénnamate de methyl



Méthylchavécol ou estragol

Figure I.24 : Structure de quelques dérivées de phénylpropane [37].

- **Les composés terpéniques**

Les composés terpéniques prépondérants dans la plupart des essences, sont des hydrocarbures de structure cyclique ou de chaîne ouverte. Ils sont formés d'unités isopréniques à cinq atomes de carbone (C_5H_8) et comprennent les monoterpènes ($C_{10}H_{16}$) les sesquiterpènes ($C_{15}H_{24}$), les diterpènes ($C_{20}H_{32}$) et les triterpènes ($C_{30}H_{48}$)...etc. Ils ont la même origine métabolique. Leur formule brute générale est $(C_5H_8)_n$. Avec $n = 1$ l'isoprène qui est l'unité de base [39].

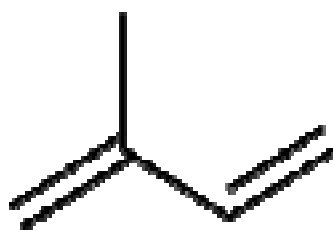


Figure I.25 : L'isoprène, un diène [39].

- **Monoterpènes**

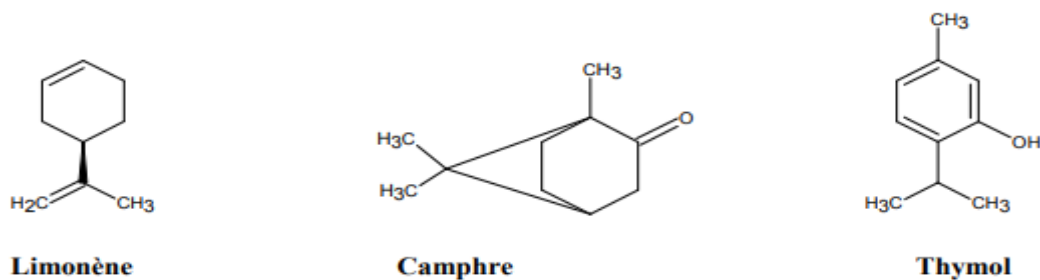


Figure I.26 : Quelques exemples de monoterpènes [39].

- **Sesquiterpènes**

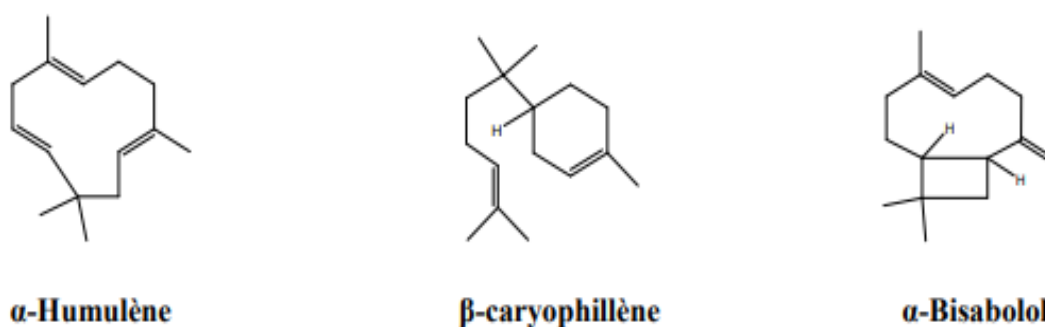


Figure I.27 : Quelques composés terpéniques [39].

b. Composés d'origines diverses

Il s'agit de produits résultants de la transformation de molécules non volatiles. Ces composés contribuent aux arômes de fruits [23-24].

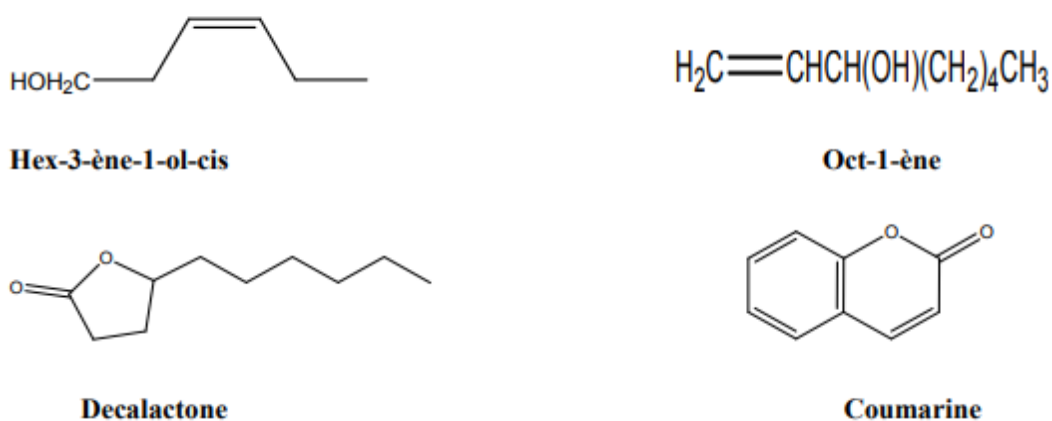


Figure I.28 : Quelques composés d'origines diverses [37].

➤ **La composition chimique d'une huile essentielle peut varier considérablement**

- Dans une même plante selon les organes (feuille, fleur, fruit, bois).
- Dans l'année selon la saison pour une même plante.
- Selon les conditions de culture pour une même espèce végétale (ensoleillement, humidité, longueur du jour, fertilité du sol).
- Selon les races chimiques (ou chemotypes) pour une même espèce (l'exemple classique est le thym avec 7 races chimiques) [23].

III.7. Propriétés physico-chimiques des HEs

Malgré leurs différences de constitution, les huiles essentielles possèdent un certain nombre de propriétés physico-chimiques communes :

- Elles sont généralement sous forme liquides à température ambiante et leur grande volatilité les oppose aux huiles fixes (lipides).
- Lorsqu'elles viennent d'être préparées, leurs teintes est généralement comprise dans une gamme allant de l'incolore, à jaune pâle à l'état liquide à température ordinaire (il existe toutefois quelques exceptions, comme l'huile essentielle de camomille romaine (*Anthemis Nobilis*) qui possède une coloration bleu clair due à la présence du chamazulène).
- Elles possèdent un indice de réfraction souvent élevé et sont douées de pouvoir rotatoire puisque constituées, pour l'essentiel, de molécules asymétriques.
- Peu solubles dans l'eau, elles lui communiquent cependant leurs odeurs (eaux distillées aromatiques).
- Elles sont solubles dans les alcools et dans la plupart des solvants organiques.
- Elles sont très facilement altérables et sensibles à l'oxydation, mais ne rancissent pas
- Le caractère odorant des huiles essentielles est lié à la volatilité des molécules qui les composent ce qui permet de les obtenir par entraînement à la vapeur d'eau.
- Toutes les HE sont volatiles, odorantes et inflammables.
- Leur densité est le plus souvent inférieure à l'unité.
- Seules trois HE officinales ont une densité supérieure à celle de l'eau, ce sont les HE de cannelle, de girofle et de saffran [31-32].

III.8. Propriétés thérapeutiques

Dans la plupart des cas, on distingue plusieurs propriétés pour une même huile essentielle d'une plante. Ceci est dû au nombre de composants différents présents en quantité suffisante dans l'huile essentielle pour engendrer une action thérapeutique. Généralement, c'est la molécule majeure qui déterminera l'action principale de l'huile essentielle. Les propriétés antimicrobiennes des huiles essentielles représentent le domaine le plus étudié, car ces propriétés sont les seules vraiment bien connues et régulièrement utilisées. Elles ont aussi une activité au niveau cutané sur les mycoses mais également en usage interne sur les muqueuses. Elles sont actives sur les levures et les dermatophytes.

Dans les domaines phytosanitaires et agro-alimentaire, les huiles essentielles ou leurs composés actifs pourraient également être employés comme agents de protection contre les champignons phytopathogènes et les microorganismes envahissant les denrées alimentaires. [33-35].

III.9. Critères de qualité des huiles essentielles

L'obtention d'une huile essentielle de qualité thérapeutique se révèle être un processus particulièrement délicat car cette huile essentielle doit impérativement répondre à de nombreux critères de qualité [27] comme :

- La certification botanique;
- L'origine géographique;
- Le mode de culture et de récolte ;
- Le stade de développement;
- L'organe distillé ou exprimé;
- Le mode d'extraction;
- La spécificité biochimique ou chémotype.

III.10. Principales voies d'administrations des HEs

III.10.1. Voie orale

L'absorption orale des huiles essentielles est sans doute la plus commode, mais c'est également la plus délicate du fait du risque de toxicité lors du dépassement des doses conseillées. La voie orale est indiquée pour des infections internes (digestives, respiratoires, urinaires) et plutôt conseillée chez l'adulte. Cette voie est privilégiée pour obtenir un effet systémique. Il y a là encore plusieurs types d'administration : en sublingual, en gélules, en capsules molles, dans une cuillerée de miel, d'huile d'olive, sur un sucre ou dans de la mie de pain [27].

III.10.2. Voie respiratoire

Les huiles essentielles sont composées d'un grand nombre de molécules volatiles. Elles qui pourront être libérées dans l'atmosphère à l'aide d'un diffuseur spécialement conçu pour cela, ou transportées par la vapeur d'eau dégagée lors d'une inhalation, afin de pénétrer dans l'organisme par les voies respiratoires et de stimuler l'odorat. Les inhalations et l'aérosolthérapie sont des méthodes très efficaces pour traiter les pathologies sinusales et bronchiques. C'est une voie qui permet une action locale intéressante. Certaines huiles essentielles riches en phénols (Girofle, Thym...) sont irritantes pour les muqueuses et ne doivent pas être utilisées en diffusion [27].

III.10.3. Voie cutanée

La voie externe cutanée est un excellent mode d'administration des huiles essentielles. Etant lipophiles, elles traversent rapidement la bicouche des phospholipides cutanés pour atteindre la circulation sanguine. Une fois appliquées, leur action ne peut être ni freinée ni maîtrisée. La voie cutanée est indirectement une voie générale et olfactive. L'action de l'huile essentielle n'est pas seulement locale mais également générale car elle pénètre facilement et rapidement les différentes couches cutanées, elle diffuse ensuite dans la microcirculation périphérique puis dans la circulation générale. La perméabilité existe au niveau de la couche cornée, et au niveau du derme et de l'hypoderme [27].

III.11. Précautions d'emploi

Etant donné leur concentration et leur activité, les huiles essentielles doivent toujours être utilisées avec parcimonie et prudence. Des précautions d'emploi sont donc nécessaires pour une utilisation simple et sécurisée.

- Ne jamais appliquer une huile essentielle pure sur la peau, les muqueuses ou autour des yeux.
- Les huiles essentielles sont à éviter pour les femmes enceintes, les personnes âgées ou fragiles et les enfants de moins de 3 ans.
- Ne jamais utiliser de l'huile essentielle par voie orale sans l'avis d'un aromathérapeute qualifié.
- Conserver les huiles essentielles hors de portée des enfants, certaines sont des poisons mortels en cas d'ingestion.
- En cas d'ingestion accidentelle, prendre 1 à 10 cuillerées d'huile végétale. Consultez un médecin [36,27].

III.12. Toxicité des HEs

Si l'aromathérapie est classée dans le langage commun dans les médecines douces, cette appellation est à prendre avec une grande précaution. Cette thérapeutique n'est pas dénuée de toxicité, des effets indésirables relativement importants peuvent survenir lorsque sa pratique n'est pas adaptée.

La toxicité des huiles essentielles (principalement des cétones mono terpéniques) est connue depuis le siècle dernier [27].

III.13. Les utilisations des HEs

Les huiles essentielles sont, principalement, utilisées en raison de leurs propriétés odorantes d'une part, et de leurs propriétés médicinales.

IV.13.1. Utilisation pour leurs propriétés odorantes

Les huiles essentielles sont employées dans le secteur de la cosmétique, notamment pour la fabrication des parfums ; dans les compositions parfumantes des détergents et des produits de parfumerie fonctionnelle ; aussi dans le domaine alimentaire. L'utilisation des huiles essentielles pour l'élaboration des parfums est évidente. Dans le secteur de la parfumerie fonctionnelle, les huiles essentielles sont sélectionnées pour renforcer l'impression

de propreté; de même, dans le domaine alimentaire, les huiles essentielles ont pour objectif de développer les arômes, le plus souvent dans des plats préparés [22].

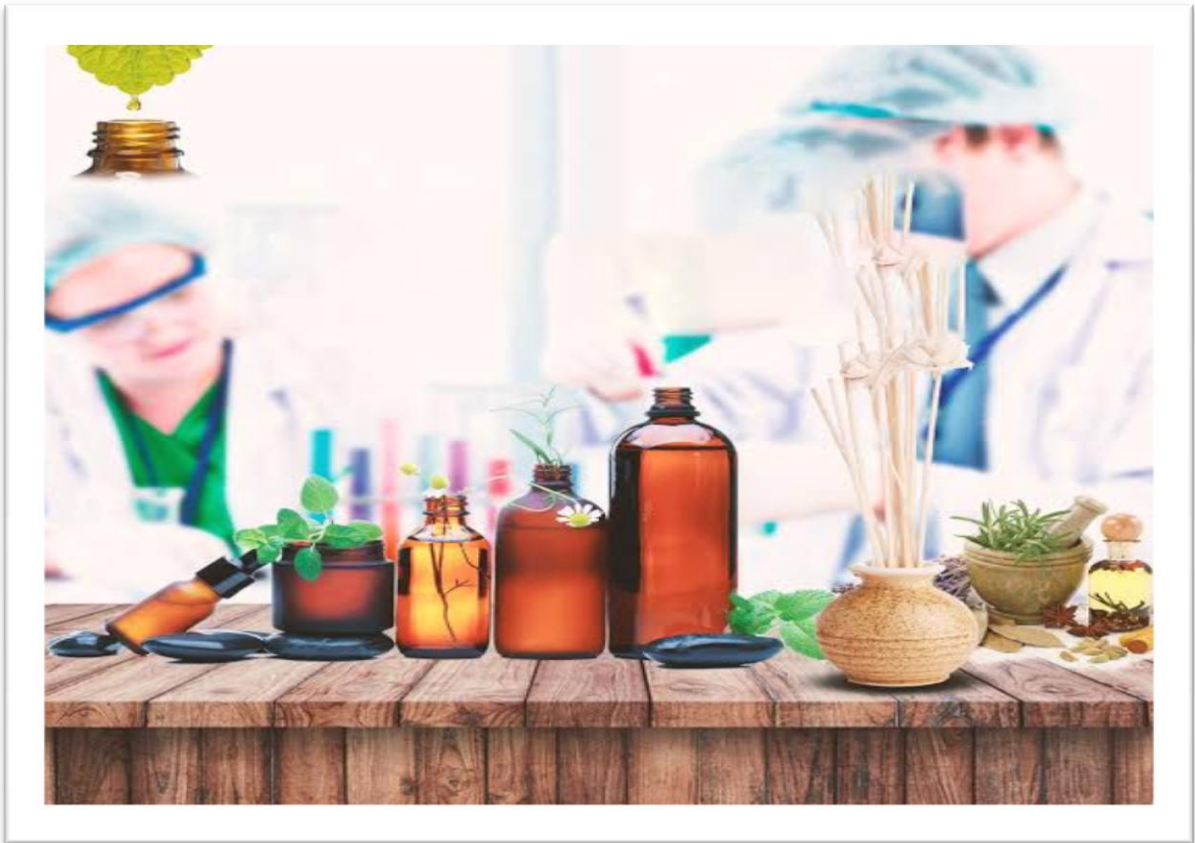
III.13.2. Utilisation pour leurs propriétés médicinales

Historique des plantes en raison de leurs propriétés thérapeutiques, a, avec les avancées techniques et scientifiques, mené à l'isolation de principes actifs. Il faut alors distinguer phytothérapie et aromathérapie :

- la phytothérapie est la médecine par les plantes, utilisés en partie ou en totalité, sous différentes formes (teintures mères, extraits fluides ou secs, poudres, infusions, décoctions, ...).
- l'aromathérapie n'utilise que les principes actifs d'une partie de la plante, où ils sont extrêmement concentrés.

Ces deux types de médecines sont complémentaires. Les huiles essentielles sont employées en aromathérapie pour les cas aigus, alors que la phytothérapie est plus adaptée aux cas chroniques [22,38].

CHAPITRE II : LES METHODES D'EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES



I. Généralité sur la plante : clou de girofle

I.1. Origine et Etymologie

Le girofle est un arbre endémique des Moluques du nord (Indonésie) et était anciennement cultivé dans les îles de Trente, Tidore, Bacan et sur la côte Ouest d'Halmahera. Les girofliers poussent également sur d'autres îles de l'Afrique de l'Est, la plus importante étant Madagascar. Les clous sont à l'origine du nom latin *Clavus*. Le terme clou de girofle est apparu en 1225, *Eugenia* : en hommage à Eugène de Savoie-Carignan (1663-1736) humaniste et botaniste *Caryophyllata* : du grec, *karuo* (noyer) et *phyllon* (feuille) : à feuille de noyer. Giroflier, Clove, Spicchio, Clavo, Gewürznelke, Koronfol, Cengekeh [42].

I.2. Classification botanique

La position systématique *Eugenia caryophyllata* est:

Règle : Plante

Sous Embranchement : Angiosperme

Classe : Dicotylédone

Sous Classe : Rosidées

Ordre : Myrtales

Famille : Myrtaceae

Genre : *Syzygium* ou *Eugenia*

Espèce: *Syzygium aromaticum*, *Eugenia caryophyllata* [43-44,71-72].

I.2.1. Description botanique

- Le giroflier est un arbre de 8 - 20 mètres de hauteur, au tronc gris clair (**Figure II.1**).
- Le feuillage est persistant coriace vert luisant de 12 cm de long, qui dégage un effluve enivrant et sucré (**Figure II.2**).
- Les fleurs sont petites, composées de 4 pétales blancs et de 4 sépales rouges disposées en cymes corymbiformes terminales de 25 fleurs environ, formant 3 fourches (**Figure II.3**).
- Le fruit de couleur rouge foncé est ovoïde et renferme une ou deux graines.

•Le giroflier donne en janvier-février des boutons floraux pourpres cramoisis, groupés en cimes terminales [45,46,62-64].



Figure II.1 : Arbre de girofle.



Figure II.2 : Feuilles de girofle.



Figure II.3 : Fleur de girofle.

I.2.2. Culture et Récolte

Très délicat, le giroflier aime les terres fertiles, profondes, fraîches, et les expositions à l'est. Il se propage par semis de graines fraîches au printemps, ou bouture semi ligneuse en été à l'étouffé (sous plastique). En Europe il se cultive que dans des serres chaudes. La Récolte se fait 6 à 8 ans après la plantation et pour plus de 50 ans, réalisée à la main pour ne pas abîmer les branches. Les boutons sont récoltés à maturité juste avant l'épanouissement de

la fleur (**Figure II.4**). Chaque arbre produit environ 34 kg de clou de 13 à 19 mm de long. Ils sont ensuite dégriffés (séparation du bouton du pédoncule qui est conservé pour extraire l'huile essentielle). Puis ils sont séchés au soleil, pour passer d'une couleur brun roux à brun foncé [47-48,65].



Figure II.4 : Bouton floraux récoltés.



Figure II.5 : Poudre de clou de girofle.

I.2.3. Parties de la plante utilisées

L'huile essentielle est extraite à partir des clous de girofle, ainsi que des feuilles (les feuilles ont assez d'arômes pour les rendre potentiellement intéressantes). Les fruits mûrs (mère de girofle) n'ont qu'une utilisation locale [49,70].

I.3. Propriétés thérapeutiques

Le clou de girofle est très utilisé pour ses propriétés, anti-infectieuse, antivirale, antiseptique, antifongique, mais également antiparasitaire, et antibactérien puissant à large spectre d'action. Son utilisation stimule le système immunitaire. Effet stimulant général, mais aussi hypertensif, neurotoxique, Activité antioxydant, effet anesthésique particulièrement appréciée des dentistes, Stomachique (qui facilite la digestion gastrique) et Anti-inflammatoire [50,66-67].

I.4. Composition chimique d'Huiles Essentielle de clou de girofle

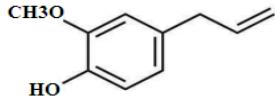
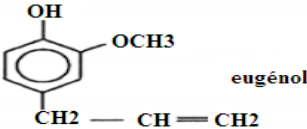
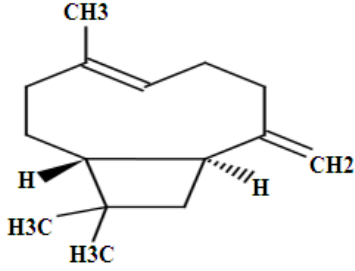
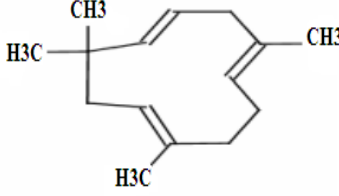
L'étude de la composition chimique d'huile essentielle de clou de girofle a permis de déterminer Les éléments chimiques naturels qui la constituent, elle est dominé par l'eugénol (pouvant atteindre 82,27% du produit s'il est de première qualité). L'acétate d'eugényle fait également partie des composants de l'huile essentielle de girofle avec un taux de 12,7% ainsi que la bêta-caryophyllène (3,99%) et l'alpha-humulène (0,48%)L'étude des huiles essentielles a montre aussi qu'il s'agit de mélanges complexes et éminemment variables de constituants

Chapitre II : Les Méthodes d'Extraction des Huiles Essentielles

qui appartiennent de façon quasi exclusive à deux groupes caractérisés par des origines bio-synthétiques distinctes:

- Le groupe des terpénoïdes constitué presque exclusivement de mono et sesquiterpènes et leurs produits d'oxydation.
- Le groupe des composés aromatiques dérivés du phényl propane beaucoup moins fréquents [51-52,68].

Tableau II.1 : Teneurs en % des principaux composés de l'huile essentielle du clou de girofle [45,51-53,69].

Auteur/norme composés	(Bruneton, 1995 ; Farnsworth, 1998 ; Blaschek et al., 1998)	(Pharmacopée Européenne, 2004)	Structure chimique
Eugénol	60-95	70-88	
Acétate d'eugényle	2-27	4-15	
β-caryophyllène	5-10	5-14	
-humulène	-	0-1	

I.5. Stabilité d'huile essentielle de clou de girofle

Le huile essentielle de clou de girofle est très volatile et généralement très sensibles au phénomène d'oxydation, elle est souvent associées à d'autres substances, telles que les gommés et tendent même à se résinifier par exposition à l'air. Ces phénomènes d'altération modifient fortement la composition chimique des huiles essentielles mais améliorent l'activité antimicrobienne. Les procédés conduisant à l'altération naturelle sont en général les activités causées par la chaleur et l'oxygène de l'air et sont catalysées par la lumière et la présence de certains métaux [54].

I.6. Toxicité d'huile essentielle de clou de girofle

Certaines substances naturelles peuvent présenter des effets néfastes pour l'homme au même titre que certaines substances de synthèse. Les huiles essentielles contenant surtout des phénols et des aldéhydes peuvent irriter la peau, les yeux et les muqueuses. Surtout huile essentielle Clou de girofle, elle peu aussi provoquer des réactions cutanées allergiques.

Puisque l'huile essentielle de clou de girofle est très utilisé en parfumerie elle peu se comporter en irritant des muqueuses respiratoires et favoriser le déclenchement de crises d'asthmes pour les asthmatiques. Elle est aussi toxique pour le foie [55-56].

I.7. Utilisation d'huile essentielle de clou de girofle

Les industries consommatrices d'essences de girofle utilisent surtout des produits moins coûteux, principalement les huiles essentielles des feuilles : près de 2000 tonnes en 1994 contre 70 tonnes pour les huiles essentielles des clous. Ces essences sont utilisées dans la parfumerie et dans la cosmétologie pour leurs propriétés parfumantes, leurs qualités olfactives, quelque fois jugées irremplaçables pour leur originalité ou leur puissance, grâce à son odeur agréable est recherchée en cosmétologie et en parfumerie haut de gamme, associée à d'autres essences telles que le santal, le patchouli ou la rose pour lesquelles elle joue le rôle de fixateur naturel.

La fabrication de dentifrice, de savon, de crèmes, de lotions et de parfums. Les doses maximales autorisées sont estimées à 0,25% dans les savons et 1% dans les parfums.

Chapitre II : Les Méthodes d'Extraction des Huiles Essentielles

L'huile essentielle du clou de girofle est utilisée Dans l'agroalimentaire, elle est utilisée pour parfumer les vins chauds et les punchs de fruits. Pour leurs propriétés aromatisants, elle est utilisée aussi dans les laitages, les boissons non alcoolisées.

Dans les spécialités pharmaceutiques et les produits utilisés par les médecines dites douces (phytothérapie et aromathérapie) pour leurs propriétés thérapeutiques et ses propriétés anti-infectieuses, cicatrisantes et pour la réparation des tissus , de stimulant de l'expectoration dans les bronchites chroniques, dans le traitement des inflammations du nez et de la gorge, et pour la fabrication de calmants dentaires et de médicament contre la toux [57-61].

I.8. Comment conserver huile essentielle de clou de girofle

L'huile essentielle de bonne qualité se conserve parfaitement durant plusieurs années si vous les entreposez de façon correcte. En ce qui concerne les essences d'agrumes, elles se conservent entre 2 et 3 ans, Pour l'huile essentielle de clou de girofle La première précaution à prendre est de systématiquement bien visser le bouchon. Parce que elle est très volatiles et en refermant mal le flacon, les arômes s'échappent, et le lieu idéal pour les entreposer devra être frais et sombre afin d'empêcher leur oxydation et de se transformer en résine, il faut aussi les conserver à l'abri de la lumière directe et de la chaleur.

L'huile essentielle de clou de girofle a la faculté de "ronger" le plastique. Aussi assurez-vous de garder les flacons debout, afin de protéger le bec compte-goutte et le bouchon, souvent en matière plastique [62,73].

II. Extraction

II.1. Définition

L'extraction c'est un procédé de séparation en génie chimique et en chimie de laboratoire qui consiste à extraire une espèce chimique, c'est-à-dire prélever une ou plusieurs espèces chimiques d'un mélange solide ou liquide.

Les extractibles sont des produits aisément extraits à l'aide de solvants organiques ou aqueux, sans procéder à des traitements sévères [74].

II.2. Choix de la méthode d'extraction

La diversité et la complexité des huiles essentielles 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, de changement de pH ou entraîner une perte de composés volatils. Pour cela, différents paramètres et propriétés sont à prendre en compte.

Tableau II.2 : Paramètres mise en œuvre dans les opérations d'extraction [76].

Techniques	Propriétés	Produits fabriqués
Evaporation Déshydratation - Séchage Concentration de miscella (S/pres.atm. ou réduite) Concentration de jus de fruits	Volatilité	Résinoïde, concrètes Oléorésines
Distillation Rectification (S/pres.atm. ou réduite) Distillation sèche		Isolats, diterpènes Huile empyreumatique
Co-distillation Avec eau (S/pres.atm. ou en surpression) Hydro-distillation 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 diterpènes
Cristallisation après concentration partielle et refroidissement		Menthol – Anéthol
Broyage – tamisage Expression – Filtration Glaçage – Filtration Séparation au moyen de membranes	Formes et taille des particules	Huiles essentielles d'agrumes
Séparation chromatographique		
Décoloration		
	Adsorption	Huiles essentielles Absolues

II.3. Les méthodes de l'extraction

Les huiles essentielles sont obtenues, à partir de matières premières végétales, par plusieurs méthodes d'extraction. Et avec l'augmentation de la demande de ces huiles, des méthodes plus élaborées ont été développées pour, à la fois, augmenter le rendement et diminuer le coût de la consommation d'énergie. C'est ainsi, qu'aujourd'hui, les méthodes d'extraction sont divisées en deux catégories : les méthodes conventionnelles et les méthodes innovantes [78].

II.3.1. Les méthodes conventionnelles

II.3.1.1. L'entraînement à la vapeur d'eau

La distillation à la vapeur est un type spécial de distillation ou de séparation pour les matériaux sensibles à la température comme les huiles, les résines, les hydrocarbures, etc., qui sont insolubles dans l'eau et peuvent se décomposer à leur point d'ébullition. La nature fondamentale de la distillation à la vapeur est qu'elle permet de distiller un composé ou un mélange de composés à une température sensiblement inférieure à celle des points d'ébullition des constituants individuels. Les huiles essentielles contiennent des substances dont le point d'ébullition peut atteindre 200 ° C ou des températures supérieures. Cependant, en présence de vapeur ou d'eau bouillante, ces substances sont volatilisées à une température proche de 100°C, à pression atmosphérique [77,79].

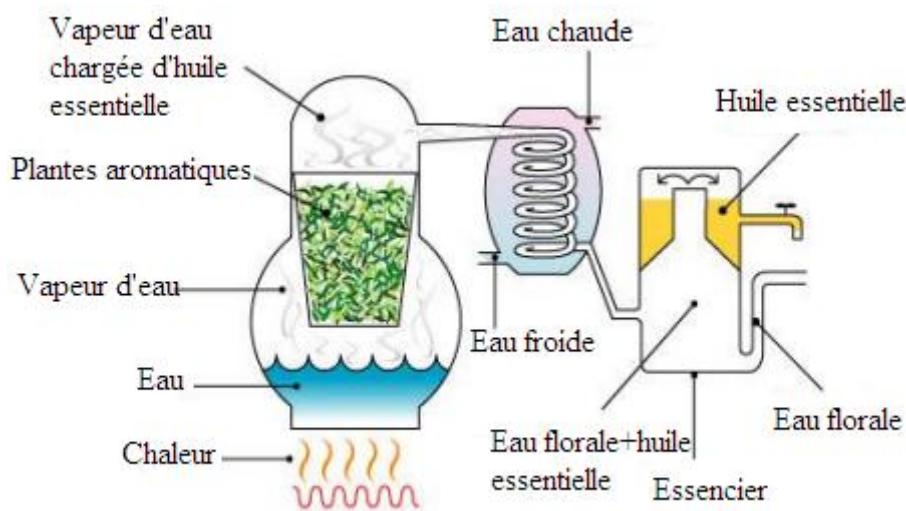
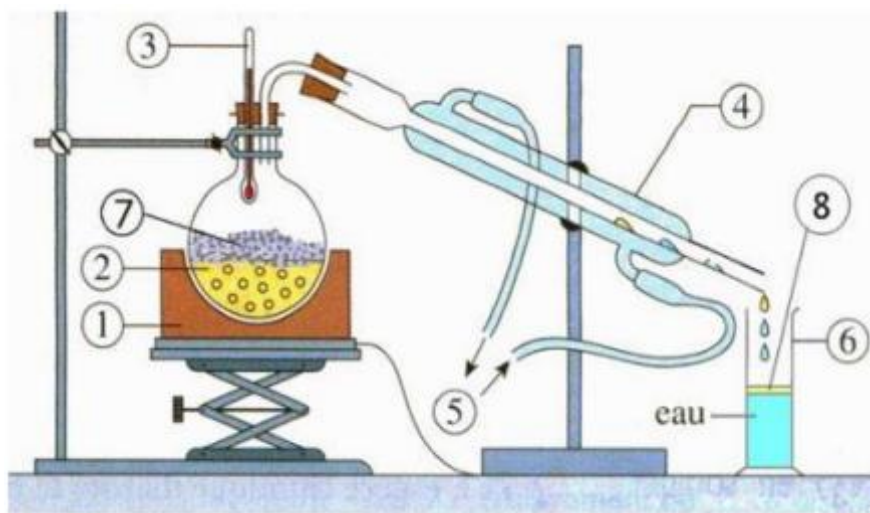


Figure II.6 : Schéma descriptif de l'entraînement à la vapeur d'eau [79-80].

La figure décrit le processus d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau dans lequel de la vapeur ascendante traverse le lit de matériel végétal. L'huile diffuse du solide vers le fluide et le mélange vapeur résultant est acheminée, d'abord, vers un condenseur, puis vers un décanteur où l'huile est collectée [80].

II.3.1.2. L'hydro-distillation

L'hydro-distillation consiste à immerger directement le matériel végétal à traiter (intact ou éventuellement broyé) dans un alambic rempli d'eau qui est ensuite porté à ébullition. Lorsque l'on chauffe le ballon qui contient la solution aqueuse, l'eau se vaporise. Cette vapeur casse les cellules végétales, libérant les molécules d'intérêt. Les plus volatiles d'entre elles sont emportées avec la vapeur. Celle-ci est ensuite refroidie dans un condenseur. Les différentes substances sont récupérées séparément dans de la verrerie de laboratoire [81].



- 1- Chauffe ballon
- 2- Ballon
- 3- Thermomètre
- 4- Réfrigérant
- 5- Entrer et sortie d'eau de refroidissement
- 6- Eprouvette à extraire l'essence
- 7- Matière à extraire l'essence
- 8- La couche d'huile essentielle

Figure II.7 : Schéma du principe de la technique d'hydro-distillation (distillation) [81].

II.3.1.3. Vapo-diffusion (hydro-diffusion)

La méthode de vapo-diffusion pour l'extraction des huiles est un type de distillation à la vapeur et ne diffère que par la manière dont la vapeur pénètre dans le récipient de l'alambic. En hydro-diffusion, la vapeur est introduite par le haut sur le matériel végétal tandis que dans le cas de la distillation à la vapeur, la vapeur est alimentée par le bas, la vapeur peut saturer les plantes plus uniformément et en moins de temps qu'avec la distillation à la vapeur [83].

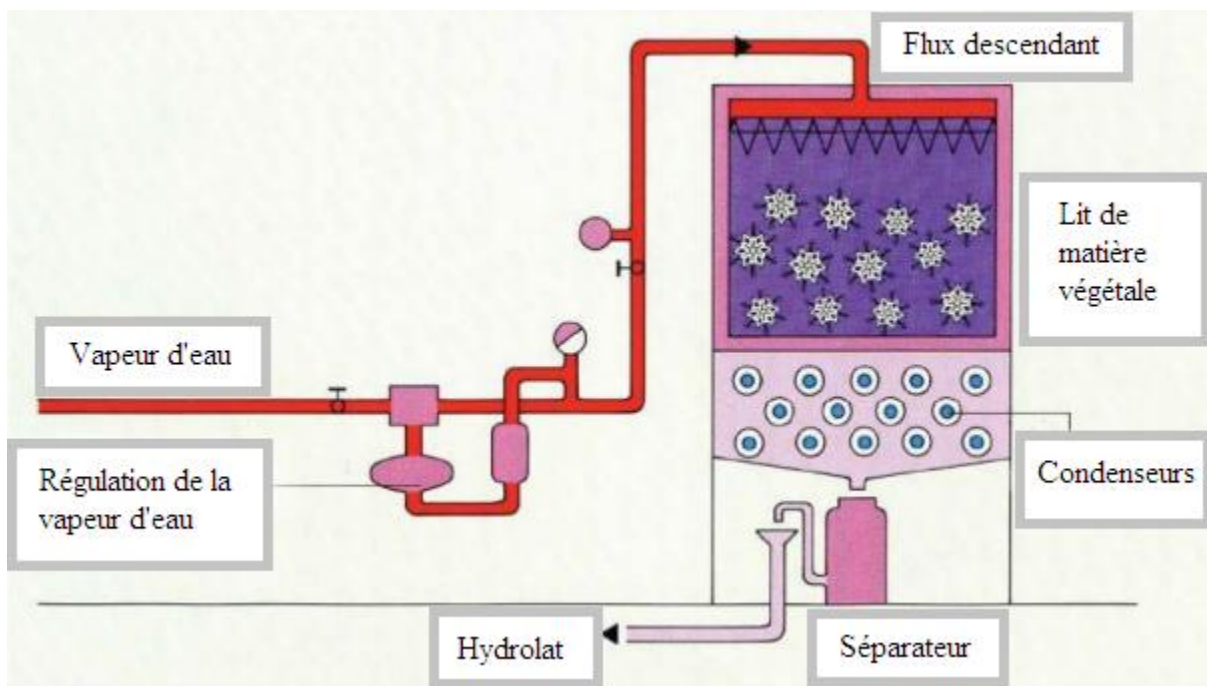


Figure II.8 : Schéma descriptif de l'Hydro-diffusion [84].

II.3.1.4. Expression à froid ou Expression mécanique

L'expression ou la pression à froid est la méthode d'extraction la plus ancienne et est utilisée presque exclusivement pour la production d'huiles essentielles d'agrumes. Cette méthode fait référence à tout processus physique au cours duquel les glandes d'huile essentielle de la peau et des cuticules sont brisées afin que l'huile soit libérée. Ce processus aboutit à la production d'une émulsion aqueuse, qui est ensuite centrifugée pour séparer l'huile essentielle logée dans la peau (ou épicarpe) des agrumes [85].

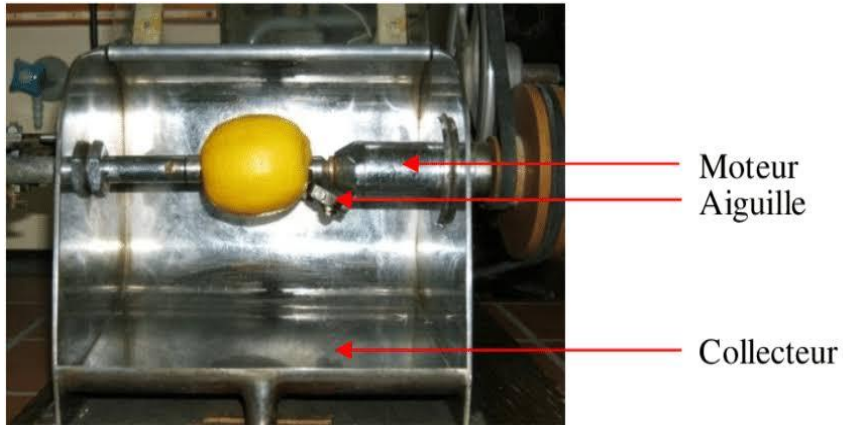


Figure II.9 : Appareil d'expression à froid.

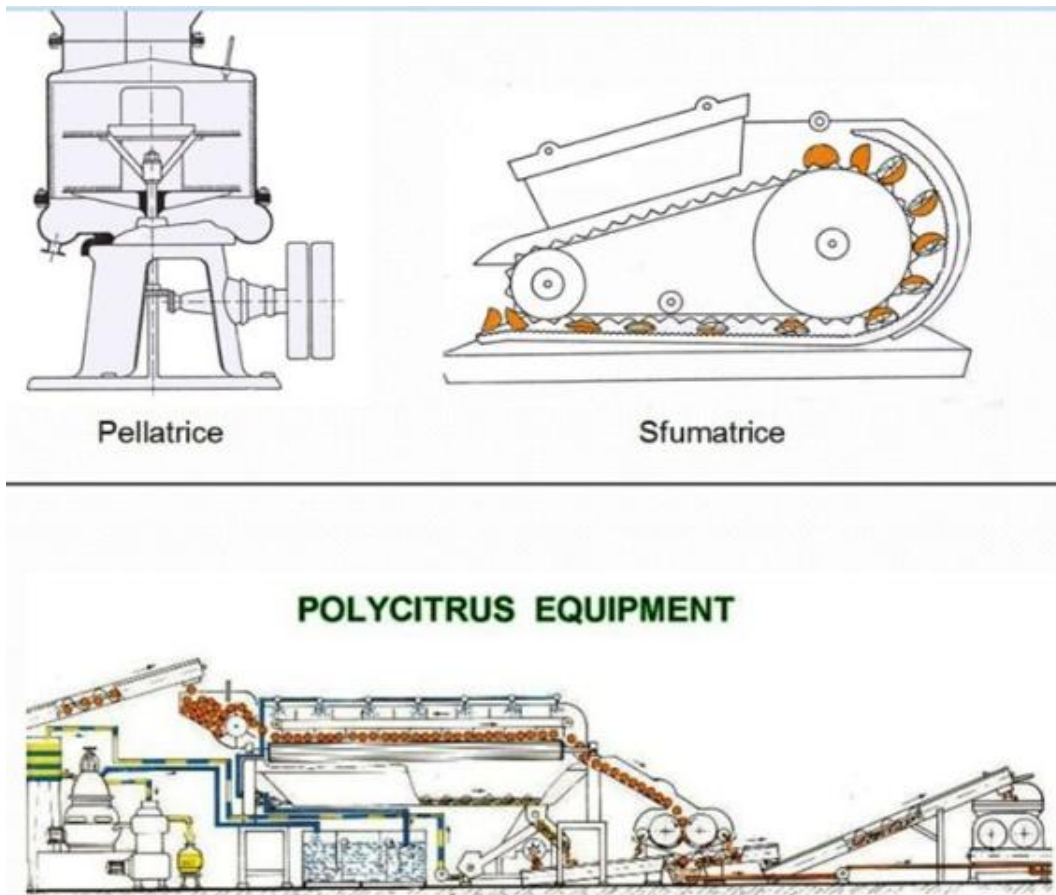
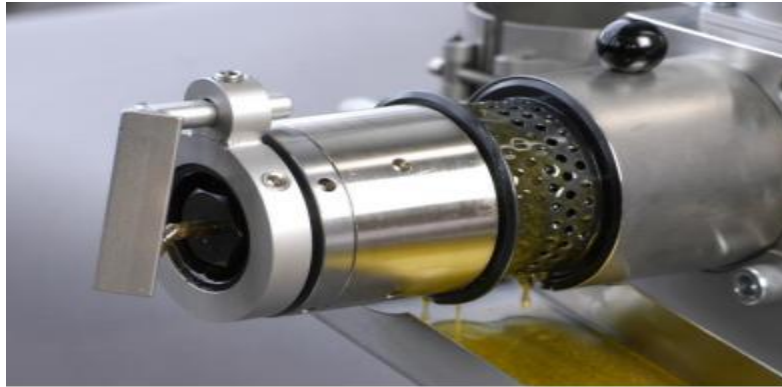
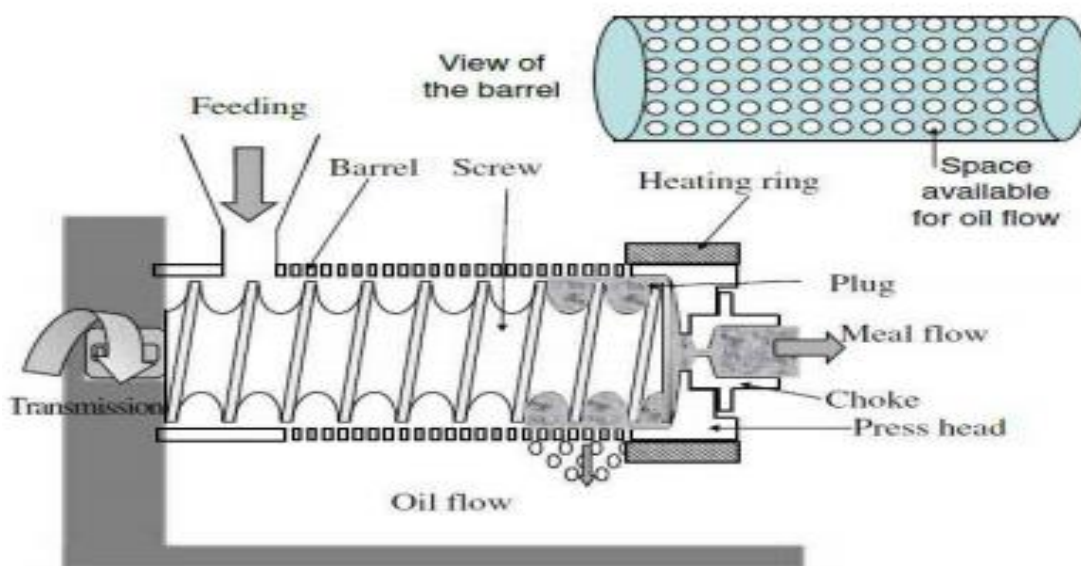


Figure II.10 : Schéma des différents Sfumatrices.



Presse mécanique model P500R

Figure II.11 : Presse mécanique model P500R.



Configuration d'une presse en continue

Figure II.12 : Configuration d'une presse en continue.

II.3.1.5. Extraction par solvant

Elle consiste à faire passer, par solubilisation, la substance à extraire dans un solvant. Celui-ci peut être de l'eau, mais généralement il s'agira d'un solvant organique : éthanol, cyclohexane, éther de pétrole, toluène, etc. Dans l'extraction par solvant, les plantes sont mélangées à un solvant. Les composés à extraire étant emprisonnés dans la cellule par la membrane cellulaire, il faudra donc des solvants capables de la traverser. En plus, il arrive que des traces de solvant soient présentes dans les molécules à extraire ou bien dans la matière végétale après traitement. L'extraction par solvant fait intervenir trois étapes [86] :

Chapitre II : Les Méthodes d'Extraction des Huiles Essentielles

a. La mise en contact du solvant avec la substance contenant le composé à extraire : elle peut se faire directement par le solvant d'extraction ou en faisant intervenir d'abord l'eau. On fait alors agir le solvant sur une décoction, une infusion ou une macération ;

b. La décantation : est réalisée à l'aide d'une ampoule à décanter. En fonction de la nature du solvant utilisé et en particulier de sa densité par rapport à celle de l'eau (1,00), la phase organique à récupérer se situera au-dessus ou en dessous ;

c. Le séchage et la filtration : afin d'éliminer le peu d'eau susceptible d'avoir été retenue dans la phase organique, on fait agir un déshydratant. On filtre ensuite pour ne recueillir que la phase organique exempte d'eau. Généralement, on fait ensuite évaporer le solvant pour récupérer l'extrait seul, il faudra donc aussi que le solvant soit volatil (température d'ébullition faible) [75,86].

Tableau II.3 : Quelques solvants d'extraction [87].

Solvants	Température D'ébullition (°C)	Densité	Avantages	Inconvénients
Cyclohexane	81	0,78	Peu toxique	Facilement inflammable
Dichloro-1,2-éthane	89	1,26	Peu inflammable	Modérément toxique, vapeurs irritantes
Dichlorométhane	40	1,34	Facile à éliminer	Forme des émulsions, nocif
Ether éthylique	35	0,71	Facile à éliminer	Très inflammable
Hexane	69	0,66	Facile à éliminer	Très inflammable
Pentane	36	0,63	Facile à éliminer	Très inflammable
Toluène	111	0,87	Peu toxique	Inflammable
Trichloréthylène	87	1,46	Ininflammable	Modérément toxique

II.3.1.6. Extraction par enfleurage

Ce procédé met à profit la liposolubilité des composants odorants des végétaux dans les corps gras. Il consiste à déposer des pétales de fleurs fraîches sur des plaques de verre recouvertes de minces couches de graisse (graisse animale). Selon les espèces, l'absorption des huiles essentielles des pétales par le gras peut prendre plusieurs heures. Les pétales sont éliminés et remplacés par des pétales frais jusqu'à saturation du corps gras. On épuise ce corps gras par un solvant que l'on évapore ensuite sous vide. Pour certaines plantes, on procède à une immersion des fleurs dans de la graisse chauffée, c'est ce que l'on appelle enfleurage à chaud ou digestion. Cette méthode appelée également macération à chaud, elle est surtout utilisée pour les fleurs délicates qui perdent leurs arômes très rapidement après la cueillette, comme les violettes et certains lys. Cette technique laborieuse, qui demande une grande labilité, est de moins en moins employée au profit de l'extraction par les solvants, en raison de son faible rendement et de l'importante main d'œuvre qu'elle nécessite [86,88,95,103].

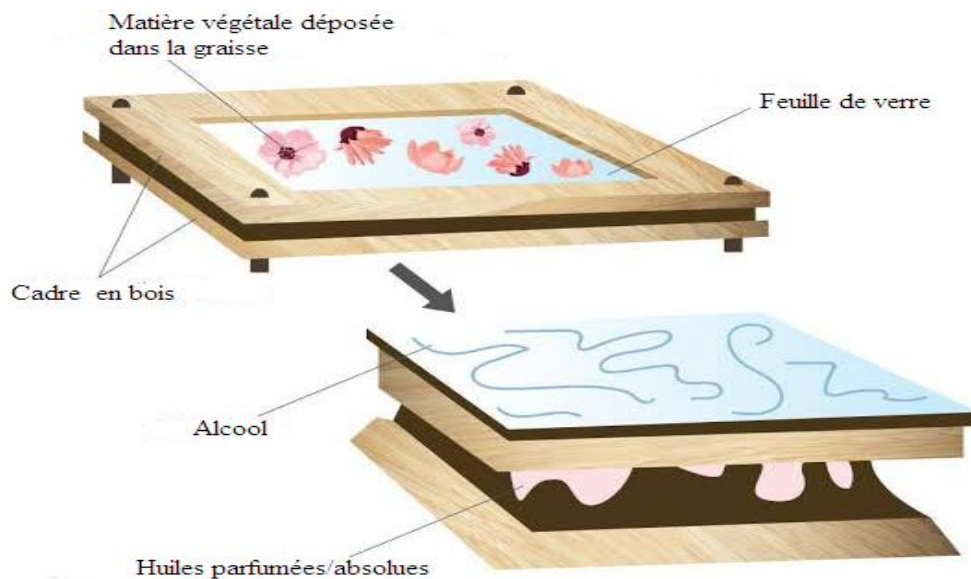


Figure II.13 : Schéma de l'extraction par enfleurage [88].

II.3.1.7. Extraction par CO2

L'extraction au CO₂ est une technique beaucoup plus récente que la distillation qui, elle, date de plusieurs siècles. Elle s'est développée au début des années 1980, et elle a introduite dans le domaine de l'aromathérapie au début des années 2000. À la place de la vapeur d'eau comme fluide d'extraction, le procédé fait appel aux remarquables propriétés d'un solvant vert totalement neutre, sans odeur, sans saveur, non toxique et non polluant : le

CO₂ naturel mis dans un état particulier qu'on appelle supercritique. Il s'agit d'un état intermédiaire entre celui de gaz et de liquide, obtenu à des basses températures voisines de l'ambiante 31°C et à des pressions élevées 74 bars, et il peut être facilement réalisé avec les technologies disponibles aujourd'hui [89-90].

- **Principe :** L'état supercritique permet au CO₂ de pénétrer au cœur des cellules végétales et de se charger des molécules aromatiques, dont il se sépare ensuite complètement en retournant à l'état gazeux. L'extraction au CO₂ supercritique s'effectue à basse température environ 30°C évitant ainsi toute altération des principes extraits. En faisant varier les conditions de pression et de température, il est possible :
 - a. de cibler des composants particuliers recherchés pour leurs vertus en procédant à une extraction sélective de la partie volatile ;
 - b. ou au contraire d'extraire l'intégralité des principes actifs regroupant des composés lipophiles, y compris les molécules volatiles les plus lourdes et une fraction de lipides dans le cas de graines.

En fin de processus, le CO₂ est récupéré totalement, ce qui en fait une méthode d'extraction très écologique, avec un solvant complètement recyclé [89-90].

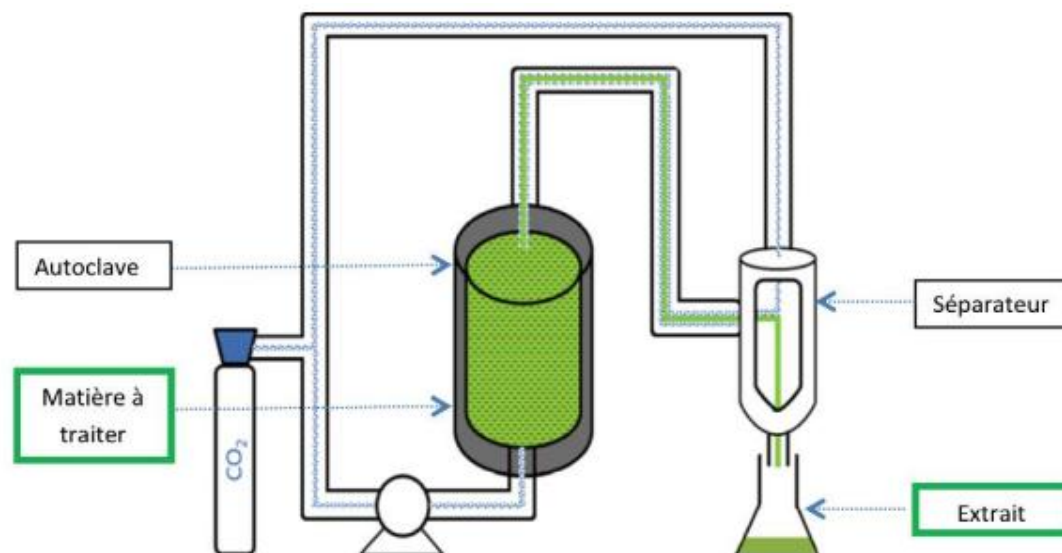


Figure II.14 : Schéma simplifié d'extraction par CO₂ supercritique [89].

II.3.2. Les méthodes innovantes

Les technologies d'extraction conventionnelles se caractérisent par plusieurs inconvénients et consomment de l'énergie en général, c'est pourquoi des méthodes plus respectueuses de l'environnement ont été adoptées dans le but de réduire les émissions de CO₂, en utilisant des technologies alternatives, rentables, durables et capables d'obtenir des produits les utilisant et leurs propriétés identiques ou améliorées.

II.3.2.1. Extraction par Détente Eclair (Flash Détente)

La Flash Détente brevetée par l'INRA en 1993, fut mise au point pour extraire les arômes de bananes, de mangues ou de lichais. Le flash détente est un procédé multi usages, multi-effets. Cette technique se réalise en deux étapes, la première consiste à étuver la matière végétale à 85 – 90°C par l'utilisation d'une vis à injection de vapeur. La seconde est une détente avec introduction brutale sous vide (environ 30 mbar) du matériel végétal (fruits, légumes, plantes, etc.). La température d'ébullition de l'eau dans ces conditions de vide se situe entre 27 et 30°C. Cette mise sous vide instantanée provoque donc l'évaporation brutale d'une partie de l'eau de constitution du matériel végétal étuvé (environ 10 % de la masse humide initiale) et une chute brutale de la température du milieu. Cette perte d'eau instantanée engendre un broyage fin dû à la création de micro-canaux intercellulaires. Ce bouleversement et cette explosion cellulaire confèrent aux produits des qualités physico-chimiques, rhéologiques et organoleptiques bien particulières. Les eaux d'évaporation sont récupérées séparément par condensation : ces eaux, particulièrement riches en composés volatils aromatiques, sont appelées eaux aromatiques et pourront être réintroduites dans les produits après l'extraction par Flash-Détente [91-92].

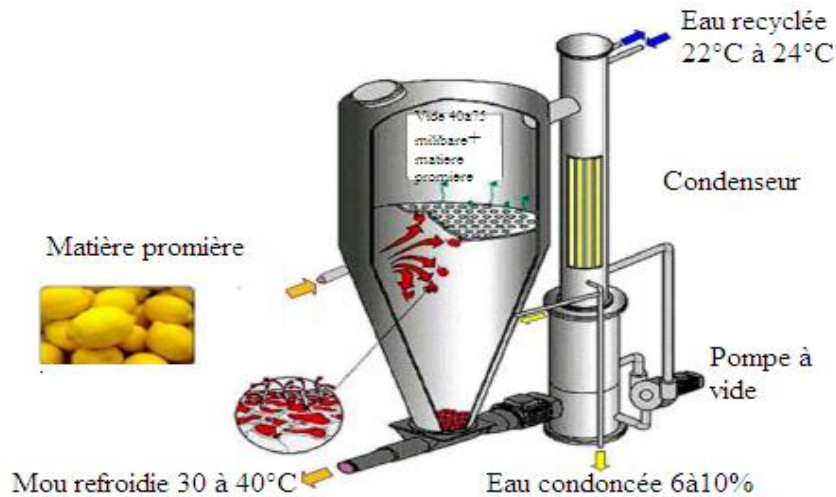


Figure II.15 : Schéma de l'extraction par Flash Détente [93].

II.3.2.2. Extraction par Micro-ondes

Les rayonnements micro-ondes sont des ondes électromagnétiques qui se propagent dans le vide à la vitesse de la lumière. Elles sont caractérisées par une fréquence comprise entre 300 MHz et 30 GHz, c'est-à-dire par une longueur d'onde comprise entre 1 m et 1 cm. Sur le spectre électromagnétique, elles sont situées entre les radiofréquences et les infrarouges. Le transfert de chaleur par micro-ondes est une propriété intéressante et est donc utilisé dans le domaine de l'extraction des HEs. En effet, contrairement au chauffage conventionnel, le produit traité est la source de chaleur, alors que la chaleur est évacuée de l'intérieur vers l'extérieur [96].

a. Extraction par solvant assistée par micro-ondes

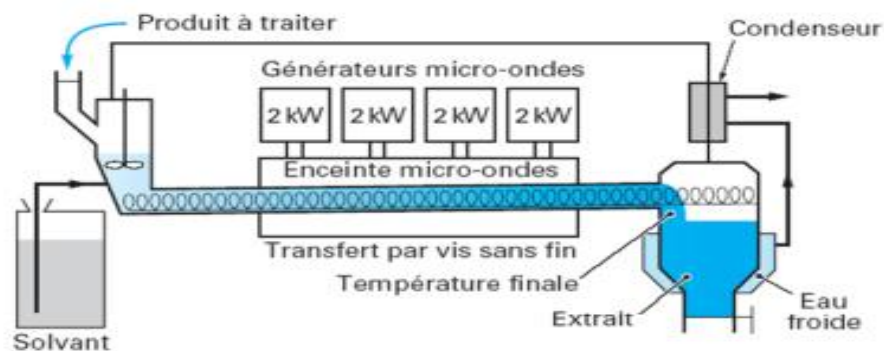


Figure II.16 : Schéma du procédé d'extraction MAP [97].

b. Entraînement à l'air assisté par micro-ondes

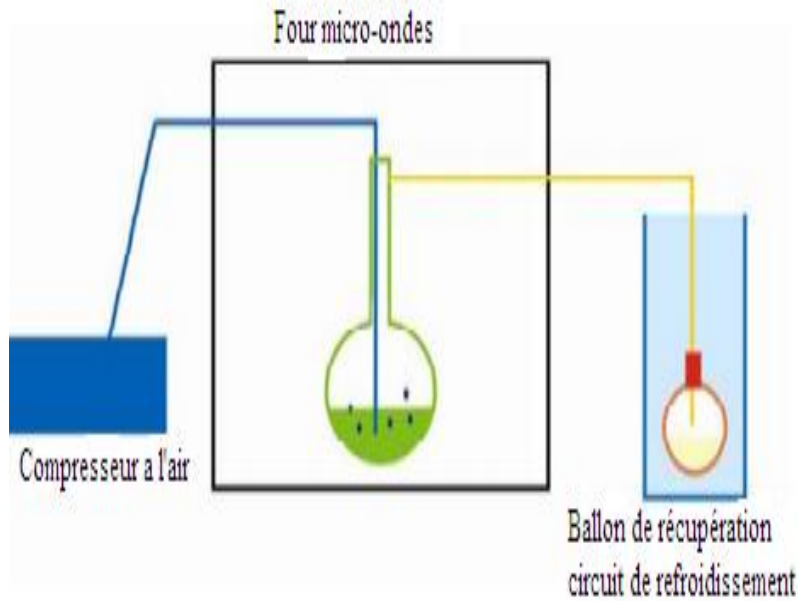


Figure II.17 : Schéma du procédé d'extraction par entraînement à l'air assisté par micro-ondes [97].

c. Hydrodistillation par micro-ondes sous pression réduite

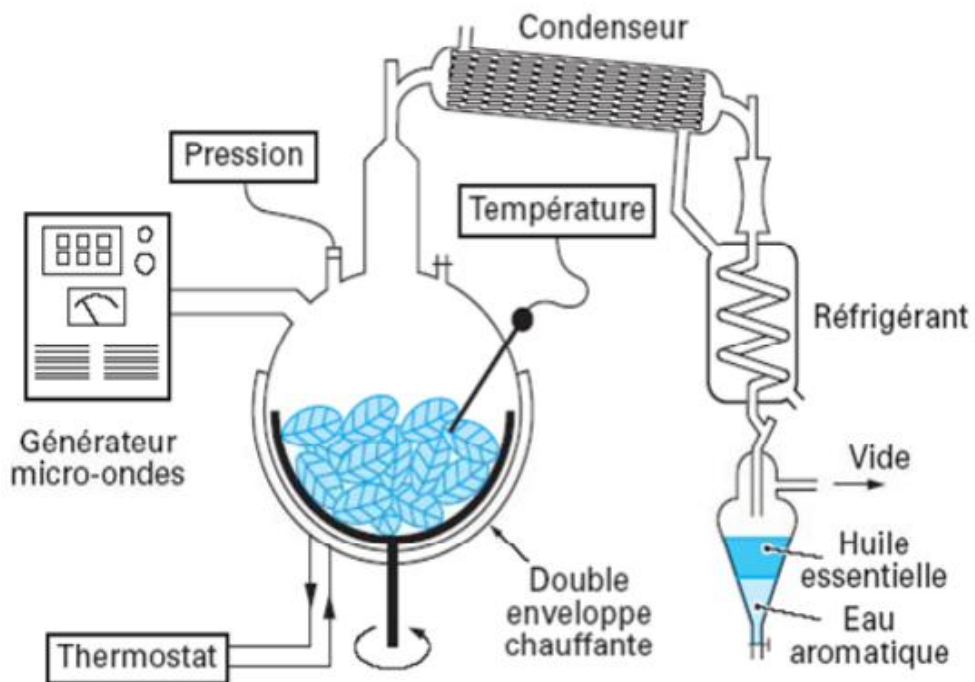


Figure II.18 : Schéma du procédé VMHD [98].

d. Hydrodistillation assistée par micro-ondes

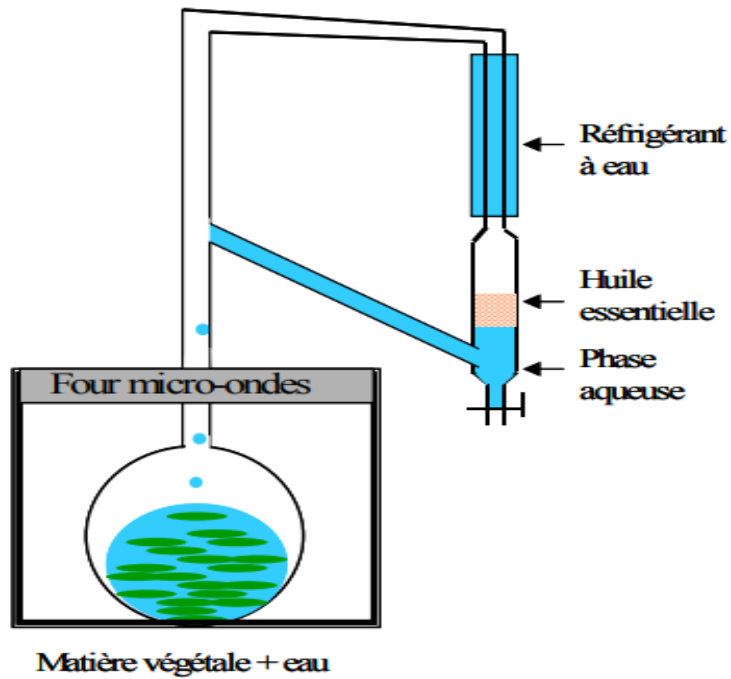


Figure II.19 : Schéma de l'hydrodistillation assistée par micro-ondes [94,98].

e. Procédé d'extraction sans solvant assistée par micro-ondes (ESSAM)

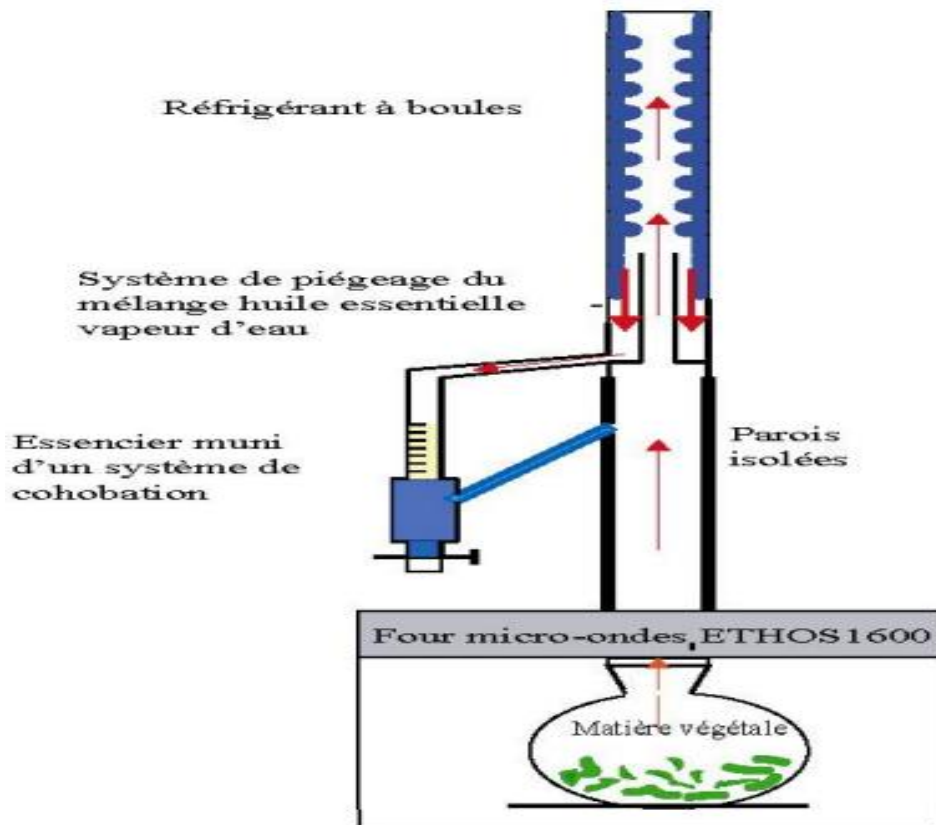


Figure II.20 : Schéma du procédé d'extraction sans solvant assistée par micro-ondes (ESSAM) [99].

II.3.2.3. Extraction par ultrasons

L'extraction des composés bioactifs par ultrasons (20–100 kHz) est une technique émergente qui offre beaucoup de reproductibilité en peu de temps, trois fois plus rapide qu'une extraction simple par solvant. Elle est facile à mettre en œuvre et peu consommatrice de solvant et d'énergie. En effet, la matière première est immergée dans l'eau ou dans le solvant, et en même temps elle est soumise à l'action des ultrasons. Cette technique peut être utilisée pour l'extraction des composés aromatique ou des essences de plantes, mais elle a surtout été développée pour l'extraction de certaines molécules ayant un intérêt thérapeutique [100].

Les mécanismes d'extraction impliquent deux phénomènes physiques :

- Les molécules peuvent parfois traverser la paroi cellulaire par simple diffusion ;
- Le contenu des cellules peut être lessivé après destruction des parois cellulaires, afin de récupérer l'ensemble des composés d'intérêt.

Les ultra-sons permettent d'améliorer ces deux phénomènes. Ils pourraient augmenter le rendement, diminuer la quantité de solvant nécessaire et/ou le temps de traitement.



Figure II.21 : L'appareil de l'extraction par ultrasons.

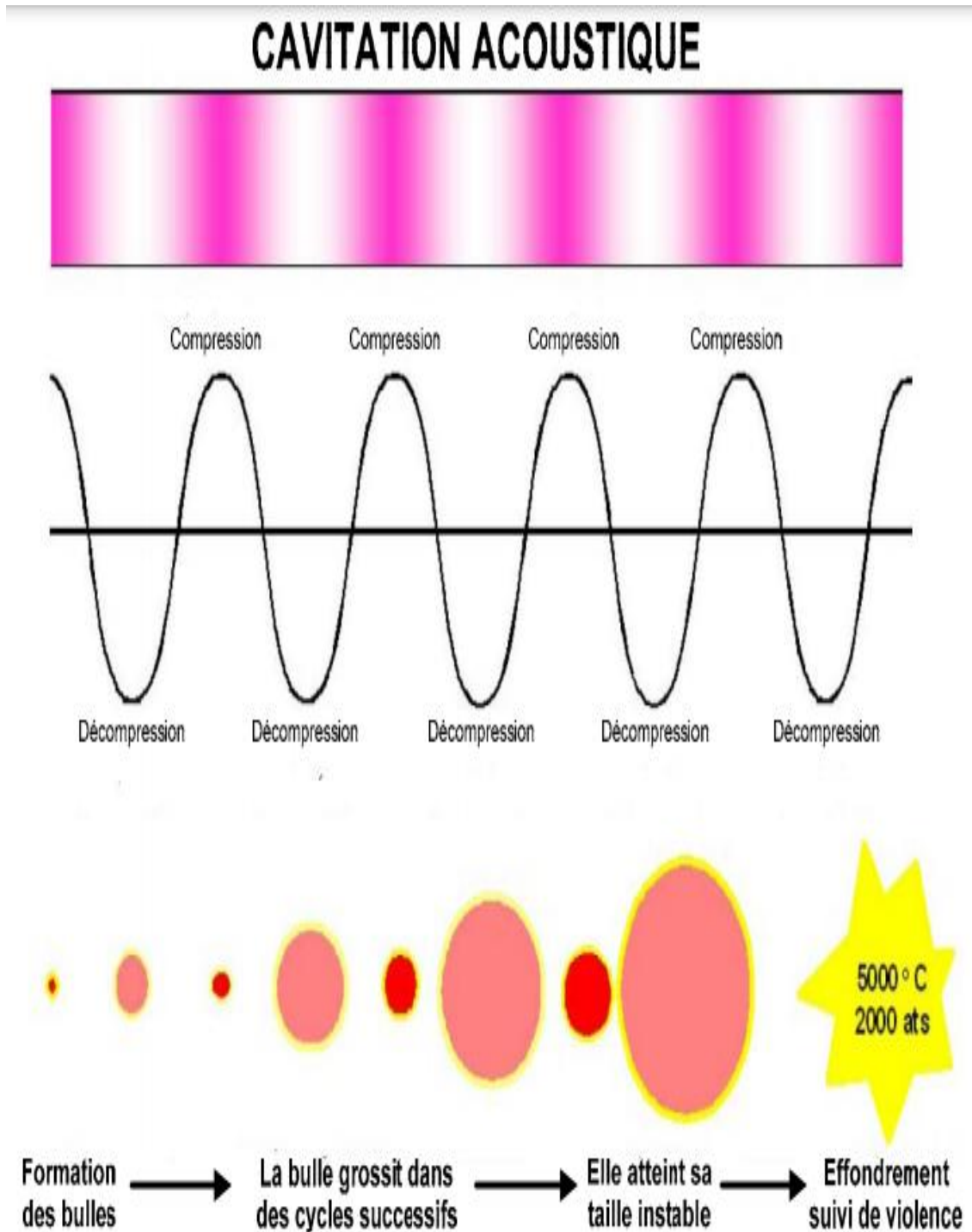


Figure II.22 : Schéma démonstratif de la cavitation ultrasonore [100].

II.4. Avantages et inconvénients des différents procédés d'extraction

Tableau II.4 : Avantages et inconvénients de quelques s procédés d'extraction [101-102].

Procédé	Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> • Hydro- ou distillation à la vapeur 	<ul style="list-style-type: none"> • Essence de bonne qualité, très concentrée • Contact direct entre la matière végétale et l'eau • Utilisation de solvant non toxique (eau) 	<ul style="list-style-type: none"> • Rendement moyen • Temps d'extraction plus long • Nécessite plus d'énergie pour le chauffage • Possibilité de dégradation thermique
<ul style="list-style-type: none"> • Extraction par les solvants 	<ul style="list-style-type: none"> • Large choix de solvants • Procédé doux et non violent 	<ul style="list-style-type: none"> • Les huiles peuvent contenir des résidus de solvant • Possibilité de dégradation thermique
<ul style="list-style-type: none"> • Expression à froid 	<ul style="list-style-type: none"> • Procédé facile à réaliser • Essence de très bonne qualité non trop altérable 	<ul style="list-style-type: none"> • Temps d'extraction moyen • Rendement faible
<ul style="list-style-type: none"> • Extraction assistée par Micro-ondes 	<ul style="list-style-type: none"> • Rendement élevé • Temps d'extraction plus court • Nécessite moins d'énergie que les autres méthodes de distillation • Moins de dégradation thermique 	<ul style="list-style-type: none"> • Détérioration des constituants odorants par les Micro-ondes qui possèdent une grande énergie de pénétration

I

MATERIELS

ET

METHODES

I. Matériels utilisés

I.1. Matière végétale

La matière végétale utilisée pour l'extraction des huiles végétales est des boutons floraux des clous de girofle. Elle a été achetée des magasins d'épices en Mai 2023 dans la wilaya de Khenchela.

I.2. Pesée

- Balance électronique de précision;
- 100g de clou de girofle.

I.3. Extraction

L'huile essentielle de clou de girofle a été extraite par hydro-distillation au moyen du matériel qui comporte les éléments suivants :

- Ballon bi-col;
- Chauffe-ballon;
- Réfrigérant;
- Thermomètre;
- Support élévateur.



Figure III.1 : Montage d'hydro-distillation.

I.4. Décantation

La séparation de l'huile essentielle de l'eau ou l'extraction liquide-liquide a été réalisée dans des ampoules à décanter.

L'extraction liquide-liquide consiste à dissoudre l'huile essentielle de clou de girofle dans un solvant organique. L'huile est alors plus facile à isoler en solution dans le solvant extracteur. L'huile doit être non miscibles et plus soluble dans le solvant extracteur.

Le solvant choisit est le dichlorométhane de par ses caractéristiques d'être un produit volatil ($T = 40^{\circ}\text{C}$), ce qui facilite la séparation (solvant-huile) pendant l'évaporation, et c'est aussi un solvant peu toxique.



Figure III.2 : Ampoule à décanter.

I.5. Élimination du solvant organique (évaporation)

L'élimination du solvant organique (le dichlorométhane) a été réalisé à l'aide d'un évaporateur rotatif de type HS-2005V-N à une température de 40°C et à la pression atmosphérique.



Figure III.3 : Evaporateur rotatif de type HS-2005V-N.

I.6. Détermination des paramètres physico-chimiques

I.6.1. La Densité

La mesure de la densité relative à 20°C a été effectuée à l'aide d'un densimètre.

I.6.2. L'indice de réfraction

L'indice de réfraction à 20°C a été mesuré avec un réfractomètre de type KRUSS-OPTRONIC.

I.6.3. Le pH

La mesure de pH à 20°C a été réalisé à l'aide d'un pH-mètre de type HANNA.

I.6.4. Analyse et spectromètre FTIR

La spectrométrie infrarouge permet d'identifier les composés organiques et inorganiques, qu'ils soient cristallins ou amorphes. Elle saisit seulement les mouvements (vibrations) des atomes les uns par rapport aux autres.

Cette technique connaît un regain d'intérêt particulièrement avec l'apparition des spectromètres à transformée de Fourier. L'analyse des produits inorganiques peut se faire de manière très efficace, sur de faibles quantités par des micro- prélèvement (30 mg), à condition d'avoir des produits soigneusement broyés.

L'utilisation d'un support en bromure de césium (CsBr de l'ordre de 100mg) permet d'analyser les échantillons dans l'infrarouge lointain allant de 4000 à 200 cm^{-1} , mais on utilise couramment un support de bromure de potassium KBr plus abordable (sur le plan du prix) peut permettre l'analyse entre 4000 et 400 cm^{-1} .

Le domaine de signature des matériaux se situe entre 1500 et 400 cm^{-1} , cette partie du spectre FTIR est nommée fingerprint.

Cette technique d'analyse complète ainsi les informations obtenues à partir des méthodes d'analyses dites classiques telles que la diffraction des rayons X ou la microscopie électronique à balayage. La conjugaison de tous les résultats expérimentaux permet de voir d'analyser et d'affiner au mieux la structure des matériaux



Figure III.4 : Spectromètre FTIR (PerkinElmer).

II. Méthodes

II.1. Extraction de l'huile essentielle du clou de girofle

La méthode d'extraction choisie est l'hydrodistillation.

En mettant 100g de boutons (**Figure III.5**) dans un ballon contenant 600ml d'eau distillée et de porter l'ensemble à ébullition (température environ 95 °C). Lorsque l'on chauffe le ballon qui contient la solution aqueuse, l'eau se vaporise. Cette vapeur casse les cellules végétales libérant les molécules d'intérêt. Les plus volatiles d'entre elles sont emportées avec la vapeur. Celle-ci est ensuite refroidie dans un réfrigérant, le liquide de condensation est récupéré dans un flacon dans laquelle se forme une émulsion qui s'appelle le distillat (**Figure III.6**).



Figure III.5 : Peser le clou de girofle avec Balance électronique de précision.



Figure III.6 : Le distillat extrait.

Le distillat nous donne deux phases :

- La phase aqueuse : la plus abondante est constituée d'eau dans laquelle sont dissoutes très peu d'essences odorantes.
- La phase organique : (huile essentielle) est constituée d'essences odorantes.



Figure III.7 : Les phases qui composent le distillat.

Après 40 minutes, on observe l'apparition de la première goutte de distillat (**Figure III.7**). L'opération de distillation prend 4 heures jusqu'à l'obtention d'environ 140 ml de distillat. Ce dernier est transféré dans une ampoule à décanter de 500 ml et extrait par trois fois 15 ml de Dichlorométhane. L'ensemble est agité et dégazé. Après décantation on obtient deux phases : la phase supérieure (l'eau) et la phase inférieure (Dichlorométhane + huile essentielle).

Après la séparation des deux phases son évapore le dichlorométhane + huile essentielle (40°C) jusqu'à l'obtention d'une huile jaunâtre. L'huile essentielle est ainsi récupérée et conservée à une température 4°C à l'abri de la lumière dans des flacons en verre sombre pour éviter sa dégradation.



Figure III.8 : La première goutte de distillat.

II.2. Détermination des caractéristiques physico-chimiques

II.2.1. La densité relative

Premier pas nous avons préparé le densimètre et nous l'avons rempli avec l'eau distillée et rincé puis chauffée aux environs 20°C Lorsque l'équilibre de température est réalisé. On a effectué les mêmes opérations que précédemment mais l'eau a été remplacée par l'huile essentielle.



Figure III.9 : Le densimètre.

II.2.2. L'indice de réfraction

Nous avons allumé le réfractomètre qui calcule l'indice de réfraction, puis mis des gouttes d'huile essentielle de clou de girofle, au bout d'une dizaine de secondes le résultat est apparu sur l'appareil.

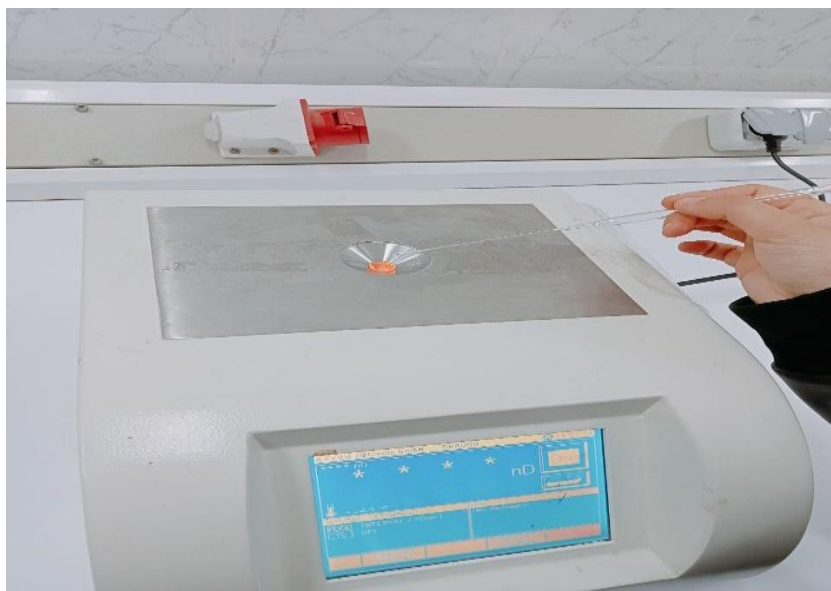


Figure III.10 : Le réfractomètre.

II.2.3. Control du pH

Le pH-mètre est un appareil permettant de mesurer le pH d'une solution. Il est constitué de deux éléments : un boîtier électronique qui affiche la valeur du pH et une électrode qui mesure cette valeur.

Nous avons allumé l'appareil du pH-mètre, on mit l'huile essentielle dans le bécher. On met le boîtier et l'électrode dans le bécher et on attend le résultat.



Figure III.11 : Le pH-mètre.

II.2.4. Mode opératoire et accessoires de spectroscopie FTIR

- L'échantillon à étudier ;
- La poudre est mélangée (pendant au moins une minute) dans un mortier en Agathe avec ≈ 100 mg de KBr ;
- Le mélange est introduit dans le moule avant pastillage ;
- Le mélange a été ensuite comprimé-pastillé dans presse hydraulique (à une pression de 10 Tonnes) ;
- La pastille est ensuite extraite du moule pour être placée dans un porte échantillon ;
- L'appareillage analyse préalablement un spectre background relatif à l'atmosphère qui règne dans la salle d'analyse ;
- Une fois l'échantillon placé dans l'appareil ;
- Les spectres de transmission ont été obtenus, après une 20 de secondes. Tous les spectres infrarouges sont des rapports d'absorbance ($A = -\log\left(\frac{I}{I_{Zéro}}\right)$) en fonction des nombres d'ondes incidentes.



Figure III.12 : Accessoires de spectroscopie FTIR.

II

RESULTATS

ET

DISCUSSIONS

Les résultats de l'extractions de l'huile essentielle de clou de girofle

L'étude entreprise sur l'huile essentielle de clou de girofle a donné les résultats consignés dans (**Tableau III.1**).

1. Mode de calcul de rendement

L'expression de la teneur en huile en pourcentage en masse du produit tel quel est donnée par :

$$\text{Rendement \%} = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

Où :

m₀: représente la masse des clous de girofles traitée ;

m₁: masse de l'huile récupérée.

Tableau III.1 : Résultats de l'extraction.

Masse traitée (g)	Volume d'eau (ml)	Durée d'extraction (h)	Masse d'huile obtenue (g)	Rendement (%)
100	600	4	3,74	3,74

➤ Discussion

L'extraction par hydrodistillation a donné un rendement environ égal à 3,74% pour la quantité traitée. Cette valeur est du même ordre de grandeur que celle trouvée par d'autres auteurs, et qui est de 3,8 % dans les mêmes conditions d'extraction.

Il constaté que le rendement est plus faible par rapport de quantité de la masse traité, donc cette huile sera très chère.

2. Caractéristiques organoleptiques

Une huile essentielle est caractérisée par son aspect, sa couleur et son odeur, c'est à dire ses caractéristiques organoleptiques qui la différencient des autres huiles. Ainsi les résultats obtenus après les déterminations sont consignés dans (**Tableau III.2**).

Tableau III.2 : Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle de clou de girofle.

Aspect	Couleur	Odeur
Liquide volatil	Jaune à jaune pâle	Aromatique, épicée, agréable puissante, avec une odeur Aldéhyde.

➤ Discussion

Les paramètres organoleptiques de notre HE sont en accord avec ceux rapportés par la littérature [104].

3. Caractéristiques physico-chimique

La détermination des caractéristiques physico-chimique de l'huile essentielle de clou de girofle a été réalisée au laboratoire d'EL-hamma. Les résultats obtenus sont résumés dans le (**Tableau III.3**).

Tableau III.3 : Caractéristiques physiques d'huile essentielle de clou de girofle.

Caractéristiques physiques	HE de clou de girofle
Densité relative à 20°C	1,065 - 1,069
Indice de réfraction	1,526 – 1,540

4. Densité relative à 20°C

La densité relative de cette huile étant comprise entre 1.065 et 1.069.

Le clou de girofle fournit une huile d'une densité plus élevée que les autres huiles, puisqu'elle est légèrement supérieure à 1 [105].

La composition chimique (75% à 85% de l'eugénol qui est un composé lourd) pourrait expliquer la densité élevée observée par rapport aux autres huiles.

5. Indices de réfraction à 20°C

Les indices de réfraction mesurés pour cette huile présentent de grandes similitudes (indices compris entre 1,526 et 1,540).

Ils sont d'ailleurs tout à fait comparables à ceux trouvés dans la littérature. Un indice de réfraction variant essentiellement avec la teneur en monoterpènes et en dérivés oxygénés. Une faible teneur en monoterpènes donnera un indice faible [106].

6. Contrôle du pH

Les résultats sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau III.4 : Les résultats obtenus confirment la nature (acide) de cette huile.

Méthode	pH-mètrie
Résultat	2,87

➤ Discussion

Cette huile est de nature très acide.

En résumé, au terme de l'étude des caractéristiques physico-chimiques, il est intéressant de dresser une fiche technique pour cette huile. C'est une démarche nécessaire dans une perspective de commercialisation des huiles. Cette fiche technique est représentée par le tableau récapitulatif suivant :

Tableau III.5 : Données analytiques sur l'huile de clou de girofle.

Couleur	Jaune à jaune pâle
Densité	1,065 - 1,069
Indice de réfraction	1,526 – 1,540
pH	2,87

7. Résultats de l'analyse infrarouge

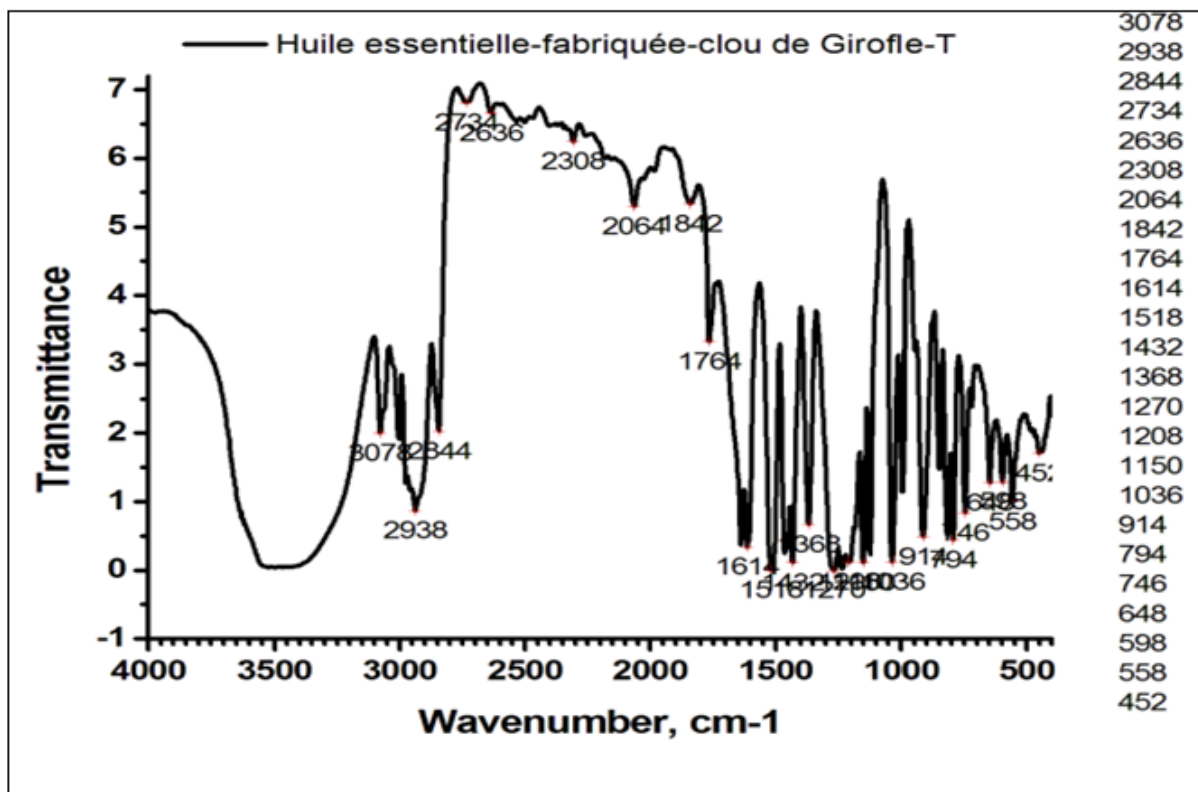


Figure III.13 : Spectre FTIR (mode transmittance) de l'huile essentielle Fabriquée (mode opératoire joint) du clou de girofle.

Le spectre FTIR du clou de girofle présente généralement des pics caractéristiques correspondant aux différents groupes fonctionnels présents dans ses composants chimiques. Voici une explication générale des pics attendus et des groupes fonctionnels correspondants :

Étirement du groupe hydroxyle (OH) : Un pic large et intense est observé dans la gamme d'environ **3600-3200 cm-1**. Ce pic correspond aux vibrations d'étirement des groupes hydroxyles (-OH) présents dans des composés tels que l'eugénol et l'acétyl'eugénol.

Vibrations du cycle aromatique : Dans la région de **1600-1500 cm-1**, nous observons des pics moyens à forts associés aux vibrations du cycle aromatique. Ces pics indiquent la présence de composés aromatiques dans le clou de girofle, tels que l'eugénol et d'autres composés phénoliques.

Vibrations d'étirement C=C : Un pic apparaît dans la plage d'environ **1660-1600 cm⁻¹**, indiquant la présence de doubles liaisons carbone-carbone (C=C) dans des composés tels que l'eugénol.

Étirement du groupe carbonyle (C=O) : S'il est présent, un pic peut apparaître autour de **1750-1725 cm⁻¹**, correspondant aux vibrations d'étirement des groupes carbonyles (C=O). Ce pic est observé dans des composés tels que l'acétyleugénol, qui contient un groupe acétyle (C=O).

Étirement du groupe méthoxy (O-CH₃) : Dans la plage d'environ **1300-1000 cm⁻¹**, nous trouvons des pics associés aux vibrations d'étirement des groupes méthoxy (O-CH₃). Ces pics correspondent à la présence de groupes méthoxy dans des composés tels que l'eugénol.

Il est important de noter que les positions exactes et les intensités de ces pics peuvent varier en fonction de facteurs tels que la préparation de l'échantillon, l'étalonnage de l'instrument et la présence d'impuretés. Par conséquent, pour une analyse plus détaillée, il serait utile de faire référence à des articles de recherche ou à des bases de données spécifiques qui fournissent les données FTIR précises pour le clou de girofle.

CONCLUSION

GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Les produits naturels sont et restent toujours une source inépuisable de structures complexes et diverses. Ils jouent un rôle important dans de nombreuses applications : la parfumerie, l'industrie pharmaceutique, cosmétique et agro-alimentaire. Au cours de ce travail, nous avons constaté que le clou de girofle renferme une quantité d'huile que l'on peut extraire à l'aide de l'hydro distillation avec un rendement de 3,74 %.

Nous avons constaté que cette H.E. est composée de deux constituants majoritaires qui sont l'eugénol et l'acétate d'eugényle mais nous n'avons pas pu déterminer les autres composés. Cette huile possède les caractéristiques suivantes :

- Une densité comprise entre 1.065 et 1.069,
- Son pH \approx 2,87,
- Son indice de réfraction est entre 1.526 et 1.540.

La connaissance de ces propriétés est très importante pour apprécier la qualité et le prix des huiles essentielles à mettre sur le marché. Les études chimiques et pharmacologiques des huiles essentielles permettant d'élaborer leur fiche technique qui est très utile à la dynamisation de la filière huile essentielle.

Ce travail nous a permis de nous initier et de nous familiariser aux techniques de laboratoire, aux normes d'hygiène et de sécurité puis surtout à l'étude chimique des substances naturelles, notamment l'extraction et l'identification des huiles essentielles.

Il est important de noter que l'huile essentielle de clou de girofle obtenue par hydrodistillation est hautement concentrée et doit être utilisée avec précaution. Elle peut avoir diverses applications, telles que la parfumerie, l'aromathérapie et la médecine traditionnelle, en raison de ses propriétés antiseptiques, analgésiques et anti-inflammatoires.

En conclusion, l'extraction de l'huile de clou de girofle par hydrodistillation est une méthode efficace pour obtenir une huile essentielle concentrée et de haute qualité.

REFERENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

Références Bibliographiques

- [1] F.Frederic, A.V.Maryline, Anne-Sylvie Fabiano Tixier, Patrick Carre, Xavier Pages et F.Chemat, OCL 20 (5), A502, 2013.
- [2] Z.Aguieb et M.Messai belgacem. Valorisation des arachides (*Arachis hypogea* L.) Cultivées à la Wilaya D'El-Oued, 2018.
- [3] F. Fine, M. Vian, Les agro-solvants pour l'extraction des huiles végétales issus de graines oléagineuses, 2013.
- [4] J-M.Lecerf, Médecine des maladies Métaboliques 5 (3), 257-262, 2011.
- [5] K.Benseghier, O.Khamed: Huiles Alimentaire de graines *Pinus pinea*, Extraction et Caractérisation physique-chimique, Mémoire en Vue De l'obtention Du Diplôme d'ingénieur d'Etat en Sciences Agronomiques, Université Kasdi Marbah Ouargla, 24 p, 2014.
- [6] Gilles Vaitilingom Montpellier, Extraction, conditionnement et utilisation des huiles végétales pures carburant, France, Octobre 2007.
- [7] Mr. Ould Ahmed Juba, Revue bibliographique sur les effets biologiques de 3 huiles végétales : huile de pépins de raisin, de grenade et de figue de barbarie, juillet 2022.
- [8] Thèse Présentée pour obtenir le titre de Docteur de l'institut national polytechnique de Toulouse. École Doctorale: Science des Procédés Spécialité : Sciences des Agro-ressources Par Abraham END RIAS Bio-raffinage de plantes aromatiques et médicinales appliqué à l'*Hibiscus Sabdarifja* L. Et à l'*Artemisia Annua*, 2006.
- [9] De quoi sont constituées les huiles végétales ? <https://www.compagnie-des-sens.fr/chimie-huile-vegetale-acide-gras/> .
- [10] Abraham Endrias, Bio-raffinage de plante aromatique et médicinale appliqué à l'*Hibiscus sabdariffa* L. Et à l'*Artemisia annua*, le 22 mai 2006.
- [11] Bremner, J.M, Mulvaney, C.S Nitrogen total: methods of soil analysis part 2. Chemical and microbiological properties Agronomy, Vol 9, 2nd Edition. American Soc. Agronomy, Madison, WI, USA, 1982.

- [12] T.Verleyen, M.Forcades, R. Verhe, K. Dewettinck, A. Huyghebaert, and W. D. Greyt, “Analysis of free and esterified sterols in vegetable oils,” *J. Am. Oil Chem. Soc*, vol.79, no.2, pp.117–122.
- [13] T.Verleyen et al., (Influence of the vegetable oil refining process on free and esterified Sterols) *J. Am. Oil Chem. Soc.*, vol.79, no.10, pp.947–953.
- [14] J.W.Kao, E. G.Hammond, and P.J.White, “Volatile compounds produced during deodorization of soybean oil and their flavor significance,” *J. Am. Oil Chem. Soc* , vol.75, no.12, pp.1103–1107, Dec, 1998.
- [15] C. F.Torres, T.Fornari, G. Torrelo, F.J.Señoráns, and G.Reglero, “Production of phytosterol esters from soybean oil deodorizer distillates,” *Eur. J. Lipid Sci. Technol*, vol.111, no.5, pp.459–463.
- [16] J.C.Evans, D.R.Kodali, and P.B.Addis, “Optimal tocopherol concentrations to inhibit soybean oil oxidation,” *J. Am. Oil Chem. Soc*, vol.79, no.1, pp.47–51, Jan.2002.
- [17] F. Gunstone, *Vegetable Oils in Food Technology: Composition, Properties and Uses*.J.Wiley & Sons, 2011.
- [18] B. D. Oomah, E. O. Kenaschuk, and G. Mazza, “Tocopherols in Flaxseed,” *J. Agric. Food Chem*, vol.45, no.6, pp.2076–2080, Jun.1997.
- [19] R.Przybylski, “Flax Oil and High Linolenic Oils,” in *Bailey’s Industrial Oil and Fat Products*, American Cancer Society, 2005.
- [20] I.D.Fisk, D.A.White, A.Carvalho, and D.A.Gray, (Tocopherol—An intrinsic component of sunflower seed oil bodies), *J. Am. Oil Chem. Soc*, vol.83, no.4, pp.341–344.
- [21] A.Escarpa and M.C.Gonzalez, “An Overview of Analytical Chemistry of Phenolic Compounds in Foods,” *Crit. Rev. Anal. Chem*, 2001.
- [22] H. Lallemand, N. Pirot, M. Dornier, M. Reynes ; *La cannelle : historique, production et principales caractéristiques*, *revues.cirad.fr* , 2000.

- [23] Azevedo.N.R Campos I.F. Fereira H.D Prtes T.A. Santos S.C. Seraphin J.C. Paula J.R. & Ferri P.H ; Chemicalvariability in the essential oil of Hyptis Suaveolens. Phytochemistry, 2001.
- [24] Violaine Chassaing ; L'aromathérapie : les huiles essentielles au service du cheval.
- [25] Bulletin de la Société Botanique de France, ISSN :0037-894 (Print) (online) journal homepage : <https://www.tandfonline.com/loi/tabg17> , 2008.
- [26] Note sur l'anatomie du pogostemon patchouli et la localisation de ses essences. Par H.Rabechault, Cargé de Recherches ORSTOM. L'agronomie tropical n° 5 Septembre- Octobre 1960.
- [27] H.Tolba. Thèse de doctorat en génie des procédés disponible sur <https://repository.usthb.dz> .
- [28] Site : www.uvt.rnu.tn .
- [29] Essential Oil and Glandular Hairs: Diversity and Roles.
- [30] S.Thomas, M.Malanda, L.Loubaki, Optimisation de l'extraction de l'huiles essentielles de Cymbopogon citratus grâce à un plan factoriel complet 23 Journal of Food Engineering, 2004.
- [31] A.Guerrouf, Mémoire master academique. Domaine : Sciences et Techniques Filière : Génie des Procédés Spécialité : Génie Chimique.
- [32] G.Rouillier, Les huiles essentielles pour votre santé. Editions Dangles, St. Jean-De-Braye, France, 1990.
- [33] Burt, Scientifiques Research Publishing, 2004.
- [34] Batish, Dr, Singh, HP, Kohli, RK et S.Kaur, Les huiles essentielles comme pesticide naturel. Ecologie et gestion forestières, 256, 2166-2174, 2008.
- [35] Guide : Sauvons Notre Peau, Les innombrables propriétés thérapeutiques des huiles essentielles.
- [36] Livre : (l'aromatherapie exactement – p.franchomme & d.penoel).

- [37] Bakkalia. F, Averbeck.S, Averbeck. D, M. Idaomar. Biological effects of essential oils. A review. Food and Chemical Toxicology, 2008.
- [38] M.C.Pibiri, Assainissement de l'air et des systèmes de ventilation au moyen d'huiles essentielles, Thèse de doctorat de l'Ecole polytechnique fédérale de Lausanne, 2006. & V&C. Fabrocini, Comment se soigner avec L'Aromathérapie et guérir : agitation, anxiété, allergie, asthme, déprime, insomnie, lombalgie, mal de dos, migraines, palpitation, etc. Ed de vecchi, 2007.
- [39] M.Piochon. Etude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore Laurentienne : Thèse de doctorat, université du Québec à Chicoutimi, Canada, 2008.
- [40] N.Clarenton, La lavande (*lavandula angustifolia*, Mill.). Thèse de doctorat, 1999.
- [41] R.Tressi et Coll. Biogenesis in fruits and vegetables, Aroma Research. H. Maarse and P.J. Groenen eds, Pudoc, Wageningen, 1986.
- [42] Bisset. NG. Herbal drugs and phytopharmaceuticals. Boca raton, FL, CRC Press, 1993.
- [43] Speck Brigitte, Ursula & Fotsch Christian. Connaissance des herbes ; EGK-Caisse de Santé , 2011.
- [44] H.Laredj. Les plantes médicinales: Extraction des huiles essentielles et activités antibactériennes. Premières journées de pharmacie. Université, Badji Mokhtar - Faculté de Médecine, Annaba (Algérie), 2004.
- [45] Pharmacopée Européenne, 5e édition. Conseil de l'Europe, Strasbourg. P : 681-682-683, 2004.
- [46] J.Clair. Clair's Gallery, 2007.
- [47] Luque de castro M.D. et Friego-Capote F. Ultrasound assistance to liquid-liquid extraction: A debatable analytical tool. Analytica Chimica Acta, Vol. 583.
- [48] Frey. Detection of synthetic flavorant addition to some essential oils by selected ion monitoring GC/MS, Flavors and fragrances: A world perspective.Proceedings of the 10th International Congress of Essential Oils, Fragrances and Flavors, Elsevier Editeur, Amsterdam, 517, 1959, 2001

- [49] Speck Brigitte, Ursula & Fotsch Christian. *Connaissance des herbes ; egkcaisse de Santé.* Teuscher E., Anton R., A.Lobstein; *Plantes aromatiques : épices, aromates, condiments et huiles essentielles*, Ed. Française Tec & Doc., Lavoisier, 2005-2011.
- [50] A.Bakhrouf; *The chemical composition and biological activity of clove essential oil, Eugenia caryophyllata (Syzygium aromaticum L.).* *Phytother. Res*, 2007.
- [51] NR.Fransworth, University of Illinois in Chicago or through the scientific and Technical Network (STN) of Chemical Abstract Services. Ed. Napralert database Chicago, 1998.
- [52] J.Bruneton, *Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes médicinales.* Paris, Lavoisier, 1995.
- [53] Blaschek.W et al., eds. *Hagers Handbuch der pharmazeutischen Praxis.Folgeband 2: Drogen A-K*,5th ed. Berlin, Springer-Verlag, 1998.
- [54] F.Chiron. *Synthèse d'hydroperoxydes de terpènes. Relation avec l'activité anti microbienne et application à la synthèse de polyterpènes hydroperoxydés.* Mémoire présenté en vue d'obtenir le Diplôme d'ingénieur CNAM, 1996.
- [55] M.Meynadier et N.Raison-Peyron, *Allergie aux parfums.* Re. Fr. *Allergol.* 37 (5), 1997.
- [56] Elberling.J and Skov .PS, *Increased release of histamine in patients with respiratory symptoms related to perfume.* *Clin Exp Allergy.* Nov, 2007.
- [57] Bruneton.J, *Pharmacognosie - Phytochimie - Plantes médicinales.* Éd. Tec et Doc et EMI. Paris, 1999.
- [58] Jouhanneau.D.G, *La médecine des plantes aromatiques : Phyto-aromathérapie et les huiles essentielles de l'océan indien.* Azalées Edition, St Denis, 1975.
- [59] AY.Leung and S.Foster, *Encyclopedia of comrnon. Natural ingredients used in food, drags and cosmetics*, 2nd ed. New York, NY, John. Wiley & Sons, 1996.
- [60] M.Hamamouchi & A.Tantaoui-eleraki & N.Es-safi & A.Agoumi. *Mise en évidence des propriétés antibactériennes et antifongiques des huiles essentielles d'eucalyptus.* *Plantes médicinales et phytothérapie*, 1990.
- [61] E.J.Adjanohoum & A.M.Ahyi et al. *Médecine traditionnelle et pharmacopée*, 1988.

- [62] Pesson et Louveaux ; Pollinisation et production végétales ; édition INRA, 1984.
- [63] G.J, M.Chavanne, E.Flamand, A.Jullien. Protocoles d'extractions, TP Chimie organique expérimentale. Belin, 1986.
- [64] M.Jean; L'Agriculture à Madagascar ; eds. Librairie Marcel Rivière et Cie, 1959.
- [65] Pelt J. M, Drogues et plantes magiques. Ed. Fayard, Paris, 1983.
- [66] Site : <https://fr.slideshare.net/richardpalacci/guide-des-huiles-essentielles> .
- [67] Beylier-Maurel M.F. Activité bactériostatique des matières premières de parfumerie. Rivista Italiana. E.P.P.O.S, 1976.
- [68] J .Treiner. Extrait du Bulletin officiel n° 6 du 12 août 1999, France, 2000.
- [69] March Gea Sébastien Cereghetti, Saidi Karim, Swiss Givaudan- Liceo Cantonale Mendrisio S.A. Isolation et purification d'une huile essentielle utilisée en parfumerie, 2009.
- [70] K.Aiboud. Etude de l'efficacité de quelques huiles essentielles à l'égard de bruche de niébé *Callosobruchus maculatus* et impacts des traitements sur la germination des grains de *Vigna unguiculata* ; Mémoire de Magister en Biologie (UMMTO), 2011.
- [71] H.Laredj. Les plantes médicinales: Extraction des huiles essentielles et activités antibactériennes. Premières journées de pharmacie. Université, Badji Mokhtar - Faculté de Médecine, Annaba (Algérie), 2004.
- [72] Centre technique horticole de tamatave, Les filieres girofle, 2008.
- [73] P.Mainebeau. La nouvelle Aromathérapie, 2ème édition Jakin, Paris, 1994.
- [74] Article : l'extraction liquide-liquide, 15.11.07, Hagop Demirdjian, Climent de Mecquenem, Marielle Drommi, Clémence Topart, Jean-Bernard Baudin.
- [75] Luque-Garcia, J. L. Et M. D. Luque de Castro. Ultrasound-assisted Soxhlet extraction: An expeditive approach for solid sample treatment-Application to the extraction of total fat from oleaginous seeds. *Journal of Chromatography A* 1034, 2004.

- [76] L.Peyron. Techniques classiques actuelles de fabrication des matières premières naturelles aromatiques. Chapitre 10. Cité In : Les arômes alimentaires. Coordinateurs Richard et Multon.J.-L.Ed. Tec & Doc-lavoisier et Apria, 1992.
- [77] M.Chenni. Etude comparative de la composition chimique et de l'activité biologique de l'huile essentielle des feuilles du basilic "*Ocimum basilicum* L." extraite par hydrodistillation et par micro-ondes (thèse de doctorat). Université d'Oran 1 Ahmed benbella, Oran, Algérie, 2016.
- [78] M.Yasmine Chaib - Adlene Benelhadj Said. Etude de l'évolution de la concentration en phase vapeur dans les procédés d'extraction des huiles essentielles. ENP, 2020.
- [79] HJD. Dorman & SG. Deans, Antimicrobial agents from plants : Antibacterial activity of plant volatile oils. *Journal of Applied Microbiology*, 2000.
- [80] M.Boutamani. Etude de la variation du rendement et de la composition chimiques du *Curcuma longa* et *Myristicifera fragrans* en fonction du temps et de la technique utilisée. Université des sciences et de la technologie Houari Boumediene Alger, Domaines chimie du médicament, 2013.
- [81] M.T.Golmakani & K.Rezaei, Comparaison of microwave-assisted hydrodistillation with the traditional hydrodistillation method in the extraction of essential oils from *Thymus vulgaris* L. *Food chemistry*. 109 ; 925-930, 2008.
- [82] N. Cazua-Beyret, Prise en charge des douleurs articulaires par aromathérapie et phytothérapie. Thèse de Doctorat Université Toulouse III Paul Sabatier, 2013.
- [83] M.Bassereau, a.Chaintreau, S.Duperrex, D.Joulain, H.Leijs, G.Loelsing, N.Owen, A.Sherloch, C.Shippa, and P.-J. Thorel, GC-MS Quantification of suspected volatile allergens in fragrances. *Journal of agricultural and food chemistry*, 2007.
- [84] H.M.Kingston & S.J.Haswell. *Microwave-enhanced Chemistry: Fundamentals, Sample Preparation*, 1997.
- [85] D.Kimball. *Citrus processing: A complete guide*. Second edition, Aspen Publication inc. Dugo G. Et DI A.Giacomo, 2002 : *Citrus. The genus Citrus*. Taylor & Francis Publishing, London, 1999.

- [86] A.Moro-Buronzo. Grand guide des huiles essentielles: Santé, Beauté, Bien-être, Hachette pratique, 2008.
- [87] Techniques : Extractions solvants organiques, Université de Sherbrook.
- [88] K.Möller. La distillation à l'alambic, un art à la portée de tous. Editorial UNICO.
- [89] K.Alloun. Ecole nationale supérieure agronomique ; Elharrach-Alger, 2018.
- [90] T.Michel. Nouvelles méthodologies d'extraction, de fractionnement et d'identification application aux molécules bioactives de l'argousier (*Hippophae rhamnoides*), Université d'Orléans, 2011.
- [91] P.Brat. Application d'un nouveau procédé d'extraction (jus, pulpe, huile essentielle) : La flash-Détente. Journée professionnelle Cirad-flhor-Conservation et transformation du fruit : nouveaux enjeux, nouvelles techniques, 2001.
- [92] P. Brat. Cirad-flhor. [Http://technofruits2001.cirad.fr/fr/brat.htm](http://technofruits2001.cirad.fr/fr/brat.htm)- juin 2005.
- [93] Site : <http://www.pera.fr/flash-detente.html> - septembre 2006.
- [94] N.M'hiri. Étude comparative de l'effet des méthodes d'extraction sur les phénols et l'activité antioxydante des extraits des écorces de l'orange (Maltaise demi sanguine) et exploration de l'effet inhibiteur de la corrosion de l'acier au carbone (Doctoral dissertation, Université de Lorraine, Français, 2015.
- [95] E.Sousa, O.Chiaivone filho, M.T.Moreno, D.N.Silva, M.O.M.Marques & M.A.A.Meireles. Experimental results for the extraction of essential oil from *Lippia sidoidescham*. Brazilian journal of chemical Engineering, 2002.
- [96] M.Poichon. Etude des huiles essentielles d'espèce végétales de la flore laurentienne composition chimique activité pharmacologique et hémi-synthèse. Thèse de doctorat, 2008.
- [97] Filly, Aurore, Fernandez, Xavier, Minuti, Matteo, Visinoni, Francesco, Cravotto, Giancarlo et Chemat, Farid. Solvent-free microwave extraction of essential oil from aromatic herbs: From laboratory to pilot and industrial scale. In : Food Chemistry [en ligne], 2014. Vol. 150, p. 193-198. DOI 10.1016/j.foodchem.2013.10.139.

- [98] A.Farhat. Vapo-diffusion assistée par micro-ondes : conception, optimisation et application [en ligne]. Thèse de Doctorat : Sciences des Procédés, Sciences des Aliments. Avignon : Université d'Avignon, 2010.
- [99] M.Lucchesi, F.Chemat et J.Smadja. Solvent-free microwave extraction of essential oil from aromatic herbs: comparison with conventional hydro-distillation. *J. Chromato A*, Vol. 1043, 2004.
- [100] S.Chemat, A.Lagha, H.Ait-amar, V.Bartels et F.Chemat. Comparison of conventional and ultrasound-assisted extraction of carvone and limonene from caraway seeds, 2004. *Flavour and Fragrance Journal*, vole 19, 2007.
- [101] C.Subhash, Mandal, Vivekananda et DAS, Anup Kumar. Essentials of Botanical Extraction [en ligne]. San Diego: Elsevier, 2015. & Sanchez-prado, Lucia, Garcia-jares, Carmen, Dagnac, Thierry et Llompart, Maria. Microwave-assisted extraction of emerging pollutants in environmental and biological samples before chromatographic determination. In *trac - Trends in Analytical Chemistry* [en ligne], 2015. Vol. 71, p. 119-143.
- [102] Park, Yong Lak et TAK, J.Hyung. Essential oils for arthropod pest management in agricultural production systems. In: *Essential Oils in Food Preservation, Flavor and Safety* [en ligne], 2016. P. 61-70.
- [103] B.M.Lawrence. Essential oils. Perfumer and flavorist, 1980.
- [104] M.Louni. Mémoire de fin d'études Pour obtenir le diplôme de Master (LMD). Filière : chimie. Spécialité : chimie pharmaceutique. Extraction, Caractérisation physico-chimique et microbiologique de l'huile essentielle de clou de girofle. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, 2013.
- [105] Normes Afnor. Recueil des normes françaises. Huiles essentielles. AFNOR, Paris, 1992.
- [106] Kanko.C, Sawaliho Be., Kone S., Kone S., Koukoua G., n'guessan YT. Étude des propriétés physico-chimiques des huiles essentielles de *Lippia multiflora*, *Cymbopogon citratus*, *Cymbopogon nardus*, *Cymbopogon giganteus* ; *Comptes rendus Chimie*, 2004.

RESUME

Dans ce travail nous avons fait l'extraction d'une huile essentielle des boutons de clou de girofle par l'hydrodistillation. Le rendement d'extraction obtenu est de 3.74 %.

Après l'extraction de l'huile de clou de girofle, on est passé à la caractérisation de notre huile récupérée par différents techniques (pH-métrie, densimétrie et réfractométrie). Vu que notre huile est de nature très acide, l'utilisateur doit prendre ses précautions et suivre la notice fournie par le producteur.

Mots clés : huile essentielle, activités biologiques, propriétés physico-chimiques, l'hydrodistillation.

ABSTRACT

In this work we extracted an essential oil from clove buds by hydrodistillation. The extraction yield obtained was 3.74%.

After extracting the clove oil, we went on to characterize our recovered oil using various techniques (pH-metry, densimetry and refractometry). Given the highly acidic nature of our oil, care must be taken when using it, and the instructions supplied by the producer must be followed.

Key words: essential oil, biological activities, physic-chemical properties, hydrodistillation.

ملخص

في هذا العمل استخرجنا زيتا اساسيا من براعم القرنفل عن طريق التقطير المائي، وكان حاصل الاستخلاص (مردود) 3.74%.

بعد استخلاص زيت القرنفل، واصلنا وصف الزيت المستخلص باستخدام تقنيات مختلفة (مقياس الاس الهيدروجيني، مقياس الكثافة ومقياس الانكسار). نظرا للطبيعة الحمضية العالية لزيتنا يجب توخي الحذر عند استخدامه، ويجب اتباع التعليمات المقدمة من قبل المنتج.

الكلمات المفتاحية : الزيت الاساسي، النشاط البيولوجي، الخصائص الفيزيائية والكيميائية، التقطير المائي.