

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur Et de La Recherche Scientifique



Université de Ghardaïa

N° d'ordre :
N° de série :

Faculté des Sciences et Technologies
Département de Génie des Procédés

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

Domaine : *Sciences et Technologies*

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie chimique

Par :

Nesserine KIOUAS

Aïda NAILI

Thème

**Contribution à l'étude de l'influence de la durée de
stockage sur quelques caractéristiques physico-chimiques
d'une huile essentielle**

Soutenu publiquement le 26/06/2019

Devant le jury :

Mr. Abdellah KEMASSI	MCA	Université de Ghardaïa	Président
Mr. Khaled MANSOURI	MCB	Université de Ghardaïa	Examineur
Melle. Oum Kolthoum LAGOUITER	Dr associé	Université de Ghardaïa	Examineur
Melle. Naima HELLALI	MCB	Université de Ghardaïa	Encadreur

Année universitaire 2018/2019



Dédicace

C'est avec un infiniment plaisir que je dédie ce mémoire aux êtres qui me sont très chers dans cette vie.

... A toi ma chère maman

A toi qui a tant fait pour ta famille,

Soi sur de mon amour, mon respect ma gratitude pour toi

Que dieu te garde pour nous.

... A toi mon cher papa

Affable, honorable, aimable : Tu représentes pour moi le symbole de

La bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi.

Ta prière et ta bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener à

Bien mes études.

A ma très chère grand-mère. Je prie Dieu le tout puissant pour lui donner santé et longue vie.

A mes très chers frères

Toute ma famille

Mon binôme : *Aïda*

A mes amies pour leur présence de tous les instants, pour tous les bons moments passés au département génie

Chimie.

En fin, à tous ceux qui m'aime

Nesserine

Dédicace

Toutes les lettres ne sauraient trouver les mots qu'il faut... Tous les mots ne sauraient exprimer la gratitude, l'amour, Le respect, la reconnaissance... Aussi, c'est tout simplement que

Je dédie cette mémoire

A MA TRÈS CHÈRE GRANDE MÈRE : MOUL DAIA AIDA

Autant de phrases aussi expressives soient-elles ne sauraient montrer le degré d'amour et d'affection que j'éprouve pour toi. Tu m'as comblé avec ta tendresse et affection tout au long de mon parcours. Tu n'as cessé de me soutenir et de m'encourager durant toutes les années de mes études, tu as toujours été présente à mes cotés pour me consoler quand il fallait. En ce jour mémorable, pour moi ainsi que pour toi, reçoit ce travail en signe de ma vive reconnaissance et ma profonde estime. Puisse le tout puissant t'octroyer santé, bonheur et longue vie afin que je puisse te combler à mon tour.

A MES CHERS PARENTS : NAÏL AHMED ET BEN MOUSSA RACHIDA

Autant de phrases et d'expressions aussi éloquents soit-elles ne sauraient exprimer ma gratitude et ma reconnaissance. Vous avez su m'inculquer le sens de la responsabilité, de l'optimisme et de la confiance en soi face aux difficultés de la vie. vos conseils ont toujours guidé mes pas vers la réussite. Votre patience sans fin, votre compréhension et ton encouragement sont pour moi le soutien indispensable que vous avez toujours su m'apporter. Je vous dois ce que je suis aujourd'hui et ce que je serai demain et je ferai toujours de mon mieux pour rester votre fierté et ne jamais te décevoir. Que Dieu le tout puissant vous préserve, vous accorde santé, bonheur, quiétude De l'esprit et votre protection de tout mal.

A mon cher binôme qui m'a partagé la difficulté de ce travail

A tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce travail soit possible, je vous dis merci NESSRINE

À ma famille et tous mes amis : Les mots ne suffisent guère pour exprimer l'attachement, l'amour et l'affection que je porte pour vous. Mes anges gardiens et mes fidèles compagnons dans les moments les plus difficiles. Je vous souhaite un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et de sérénité.

AÏDA

Remerciements

Nous remercions notre créateur Allah, Grand et Miséricordieux, le tout puissant pour le courage qu'il nous a donnés pour mener ce travail à terme.

Nous commençons par exprimer nos profondes reconnaissances et nos vifs remerciements à notre encadreur Mme Hellalainaima. qui nous a honoré en acceptant de diriger ce travail, pour ses encouragements, ses conseils, sa disponibilité et surtout pour sa patience dans la correction de ce mémoire. Nous vous exprimons nos respects et nos gratitude.

Je remercie les membres de jury, chacun a son nom, d'accepter de juger notre travail. Mr. Abdellah KEMASSI, Mr. Khaled MANSORI, Melle. Kolthoum LAGOUTER

Nos sentiments de reconnaissance et nos remerciements vont aussi à Mlle Imane et Mr Bachir Membre de laboratoire génies chimie -Université Ghardaïa- pour son soutien lors de la pratique au laboratoire.

Enfin à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce modeste travail

MAISON
FLEURS

Résumé

L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet de la période de stockage sur les caractéristiques physico-chimiques d'une huile essentielle, et pour cela on a étudié quelques caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles de *Cymbopogon schoenunthus* stockée depuis l'année 2013, les résultats ont été comparés avec les résultats obtenus par les huiles fraîches extraites à partir d'une nouvelle récolte et un échantillon de *Cymbopogon schoenunthus* stocké depuis 2014. Les huiles ont été extraites par un montage d'hydro-distillation, le meilleur rendement en huile a été obtenu par la plante fraîche (0.5%).

Les résultats de l'analyse physique (Pouvoir rotatoire, la densité, l'indice de réfraction et la Miscibilité à l'éthanol) et l'analyse chimique (indice d'acide, saponification et de l'ester) ont indiqué qu'il y a une influence de la durée de stockage sur la qualité d'huile essentielle, ces résultats restent à confirmer par d'autres analyses.

Mots clés : huiles essentielles, *Cymbopogon schoenunthus*, indices physiques, indices chimiques et la durée de stockage.

الملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير فترة التخزين على الخصائص الفيزيائية والكيميائية للزيوت العطرية ، ولهذا قمنا بدراسة خصائص الزيت العطري لنبات اللامد المخزن منذ عام 2013 ، تمت مقارنة النتائج مع زيت عطري مخزن منذ عام 2014. تم استخراج الزيوت باستعمال التقطير المائي ، أظهرت النتائج أن مردود الزيت يكون أفضل عندما تكون النبتة طازجة (0.5%).

أشارت نتائج التحليل الفيزيائي (القدرة الدورانية ، الكثافة ، معامل الانكسار ومزج الإيثانول) والتحليل الكيميائي (الحموضة ، التصيبين و الاستر) إلى وجود تأثير وقت التخزين على جودة الزيوت الأساسية ، يجب تأكيد هذه النتائج من خلال تحليلات أخرى.

الكلمات الدالة : الزيوت العطرية ، نبات اللامد ، المؤشرات الفيزيائية ، المؤشرات الكيميائية و مدة التخزين.

Abstract

The objective of this work is to study the effect of the storage period on the physical and chemical properties of essential oils. Therefore, we studied the properties of the essential oil of the plant which has been stored since 2013. The results were compared with the *Cymbopogon schoenunthus* essential oils stored since 2014. The oils were extracted using distillation. The oil yield is better when the plant is fresh (0.5%).

The results of physical analysis (rotational capacity, density, refractive index and ethanol blending) and chemical analysis (acidity, stenosis and esters) indicated that the effect of storage duration on the quality of essential oils should be confirmed by other analyzes.

Key words : essential oil, *Cymbopogon schoenunthus*, physical properties, chemical properties and storage duration.

Table des matières

Abréviation	I
Liste des figures.....	II
Liste des tableaux.....	III
Introduction générale	01

Partie I Synthèse bibliographique

Chapitre I : Présentation de la plante *Cymbopogon schoenanthus* (L) spreng

I.1- Les plantes aromatiques et médicinales	07
I.2- Généralité sur le <i>Cymbopogon schoenanthus</i>	07
I.2.1- Le genre <i>Cymbopogon</i>	07
I.2.2-Définition.....	07
I.2.3- Position systématique	08
I.2.4- Situation géographique	08
I.2.5- Botanique et utilisations traditionnelles	09

Chapitre II : Les huiles essentielles

II- Généralités sur les huiles essentielles	11
II.1- Définition et historique	11
II.1.1- Définition.....	11
II.1.2- Historique.....	12
II.2- Répartition et Localisation des huiles essentielles.....	13
II.3- Rôle et propriétés des huiles essentielles.....	14
II.4- Classification et origine des huiles essentielles	15
II.5- Méthodes d'extraction des huiles essentielles.....	16
II .5.1- La distillation.....	16
II .5.1.1- Hydrodistillation	16
II .5.1.2- Entraînement à la vapeur d'eau.....	17
II.5.1.3- Hydrodiffusion.....	18
II.5.1.4- Extraction sans solvant assistée par micro-ondes (ESSAM).....	18
II.5.1.5- Extraction par les solvants organiques.....	18
II.5.2- Expression à froid.....	19
II .5.3- Extraction par enfleurage.....	19
II.5.4- Extraction au CO ₂ supercritique.....	19
II.6- Méthode d'analyse des huiles essentielles.....	20
II .6.1- Analyse chromatographique en phase gazeuse (CPG).....	20
II.6.2- Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GPC/SM).....	21
II.7- Composition des huiles essentielles.....	21
II .7.1- Terpènes.....	22
II .7.2- Composés aromatiques.....	23
II.7.3- Composés d'origines diverses.....	23
II.7.4- Chémotypes.....	24
II.8- Facteurs de la variabilité des huiles essentielles.....	25
II.8.1-Diversité selon l'organe végétal.....	25
II.8.2-Influence de la période de récolte	25

II.8.3-Existence des variétés chimiques ou "chémotypes"	26
II.8.4-Influence des facteurs extrinsèques	26
II.8.5-Influence du procédé d'obtention	26
II.9- Domaines d'utilisation des huiles essentielles.....	27
II .9.1- Industrie agro-alimentaire.....	27
II .9.2- Industrie parfumerie et cosmétique.....	27
II .9.3- Industrie pharmaceutique	28
II.10- Toxicité des huiles essentielles.....	28
II.10.1-Toxicité dermique	28
II.10.2-Neurotoxicité	29
II.10.3-Cytotoxicité	29
II.11- Précaution d'emploi	29
II.12- Caractérisations chimiques et physiques des huiles essentielles.....	31
II.12.1-Caractéristique organoleptique	31
II.12.2- Caractérisation chimiques.....	31
II.12.2.1- Indice d'acide(IA).....	31
II.12.2.2- Indice de saponification(IS)	32
II.12.2.3- Indice d'iode(Ii).....	32
II.12.2.4- Indice d'ester(Ie).....	33
II.12.2.5- Indice de carbonyle Ic.....	33
II.12.3- Caractérisations physiques	34
II.12.3.1- Détermination de pH	34
II.12.3.2- Densité relative	34
II.12.3.3- Indice de réfraction	35
II.12.3.4- Pouvoir rotatoire	35
II.12.3.5-Miscibilité dans l'éthanol.....	36
II.13- Condition de conservation et de stockage des huiles essentielles.....	36
II.14- Durée de vie des huiles essentielles.....	46

Partie II: Partie expérimentale

Chapitre III : Matériels et méthodes

III.1- But d'étude.....	50
III.2- Matériel végétal	51
III.3- Extraction des huiles essentielles	51
III.4- Rendement d'extraction.....	53
III.5- Caractéristique physico-chimiques des huiles essentielles	53
III.5.1- Caractéristiques physiques.....	54
III.5.1.1-Indice de réfraction.....	54
III.5.1.2- Pouvoir rotatoire.....	54
III.5.1.3-La densité.....	55
III.5.1.4- Miscibilité à l'éthanol	55
III.5.2- Caractéristiques chimiques.....	56
III.5.2.1- Indice d'acide.....	56
III.5.2.2- Indice de saponification	56
III.5.2.3- Indice d'ester	57

Chapitre IV: Résultat et discussion

IV.1-Rendement d'extraction.....	59
----------------------------------	----

IV.2- Caractéristiques organoleptiques	60
IV.3- Caractérisation des huiles essentielles	60
Conclusion générale	64
Références bibliographiques.....	67

Abréviations

AFNOR : Association française de normalisation

GC/MS : Chromatographie en phase gazeuse couplée au spectromètre de masse

HE : Huile essentielle

ISO : International Standard Organisation

Ia : Indice d'acide

Ii : Indice d'iode

Is : Indice de saponification

IR : Indice de rétention

R : Rendement

Tr : Temps de rétention

V : volume

Liste des figures

Figure 1 : <i>Cymbopogon schoenanthus</i> (L.) spreng (photo originale).....;	08
Figure 2 : Montage d'extraction par Hydro distillation.....	17
Figure 3 : Montage d'entraînement à la vapeur d'eau.....	17
Figure 4 : Montage d' Hydrodiffusion.....	18
Figure 5 : Différents types d'extraction par solvants volatils.....	19
Figure 6 : Structure chimique de quelques monoterpènes.....	22
Figure 7 : Structure chimique de quelques sesquiterpènes	23
Figure 8 : Structure chimique de quelques composés aromatiques	23
Figure 9 : Structure de quelques composés azotés et soufrés	24
Figure 10 : pH mètre et papiers pH	34
Figure 11 : Plan général de la partie expérimentale.....	50
Figure 12 : <i>Cymbopogon schoenanthus</i> sèches (photo originale).....	51
Figure 13 : Montage d'extraction par Hydrodistillation	51
Figure 14 : Protocol expérimentale utilisé pour l'obtention de l'HE de <i>Cymbopogon schoenanthus</i>	52
Figure 15 : Réfractomètre	54
Figure 16 : Polarimètre	55

Liste des Tableaux

Tableau 1 : L'effet du stockage après récolte sur les constituants huileux de <i>Laurus Nobilis</i>	37
Tableau 2 : Influence des conditions de stockage sur la composition des huiles essentielles de <i>Thymus daenensis Celak</i>	38
Tableau 3 : Les effets de la température et de la durée de stockage sur la teneur et la composition de l'huile essentielle de rose (<i>Rosa damascena Mill</i>).....	40
Tableau 4 :Influence des méthodes d'emballage et la durée de stockage sur la composition d'huile essentielle de <i>verveine citron (Lippia citriodora Kunth)</i>	42
Tableau 5 :Influence de la présence d'eau sur la composition des principaux constituants des huiles essentielles de quatre plantes.....	43
Tableau 6 : Rendement des HE extraites	59
Tableau 7 : Caractéristiques organoleptiques des huiles essentielles de <i>C. sheonanthus</i>	60
Tableau 8 : Caractéristiques physiques des huiles essentielles de <i>C. sheonanthus</i>	60
Tableau 9 : Caractéristiques chimiques des huiles essentielles de <i>C. sheonanthus</i>	61
Tableau10 : Caractéristiques physicochimiques des huiles essentielles fraîche et stockées de <i>Cymbopogon sheonanthus</i>	62

Introduction Générale

Introduction Générale

Au cours des dernières décennies, les recherches scientifiques les plus modernes n'ont fait que confirmer le bien-fondé des vertus thérapeutiques de la plupart des plantes médicinales utilisées de façon empirique depuis des millénaires. La plupart des espèces végétales qui poussent dans le monde entier possèdent des vertus thérapeutiques, car elles contiennent des principes actifs qui agissent directement sur l'organisme. 75 % des médicaments ont une origine végétale et 25% d'entre eux contiennent au moins une plante ou une molécule active d'origine végétale. La recherche des principes actifs extraits des plantes est d'une importance capitale car elle a permis la mise au point de médicaments essentiels [01].

Aujourd'hui, on estime que les principes actifs provenant des végétaux représentent environ 25% des médicaments prescrits. Soit un total de 120 composés d'origine naturelle provenant de 90 plantes différentes. En Afrique, près de 6377 espèces de plantes sont utilisées, dont plus de 400 sont des plantes médicinales qui contribuent pour 90% du traitement médicaux. Jusqu'en 2004, on a estimé que près de 75% de la population africaine ont toujours recours aux plantes pour se soigner. De plus ce type de soin est considéré souvent comme faisant partie de la médecine douce [02].

De nombreux composés naturels isolés à partir de plantes ont démontré un large spectre d'activités biologiques. Parmi ces différents types de substances naturelles, les huiles essentielles des plantes aromatiques et médicinales ont reçu une attention particulière comme agents naturels à grand potentiel pour la conservation des aliments. En outre, les huiles essentielles se sont avérées avoir divers effets pharmacologiques: comme antispasmodique, carminative, hépato protecteur, antiviraux, anticancéreux et antioxydants [03].

Depuis toujours, les huiles essentielles, et plus généralement les plantes aromatiques, ont été utilisées quotidiennement par l'homme pour se parfumer, cuisiner et se soigner.

L'histoire de l'aromathérapie a connu quatre périodes principales. Dans les temps les plus anciens, les plantes aromatiques étaient utilisées entières, généralement en infusion ou décoction. Dans une seconde époque, elles ont été brûlées ou mises à macérer dans des huiles végétales. L'activité est alors attribuée aux substances odorantes. La période qui a suivi est celle de l'extraction de cette substance odorante et de la création de la distillation. La notion d'huile essentielle fait alors son apparition. La quatrième et actuelle période correspond au développement des connaissances sur les huiles essentielles par tous les moyens modernes, que cela concerne leurs propriétés physiques, chimiques ou physiologiques [04].

Introduction Générale

Les huiles essentielles ont des intérêts multiples mis à profit dans l'industrie, en alimentation, en cosmétologie et en pharmacologie.

La pharmacie utilise encore une forte proportion de médicaments d'origine végétale et la recherche est orientée vers la découverte de nouvelles molécules bioactives, ou des matières premières pour la semi synthèse [05].

Les huiles essentielles sont extrêmement volatiles et perdent rapidement leur propriétés, lorsqu'elles sont exposées au soleil, ou lumière, ou à leur chaleur, elles absorbent de grande quantité d'oxygène à l'air en se résinifiant, en même temps leur odeur se modifie, leur point d'ébullition augmente et leur solubilité diminue [06], permet les propriétés et caractéristiques d'une huile essentielle on trouve le pouvoir rotatoire, viscosité, densité, solubilité dans l'alcool, point d'ébullition et congélation.

L'objectif de cette étude est d'évaluer certaines propriétés physiques et chimiques des huiles essentielles après une certaine période de stockage. L'étude était basée sur un échantillon d'huile stockée de *Cymbopogon shoenanthus*.

Cette mémoire est structurée de la manière suivante :

1. La première partie, on présente des généralités sur la matière végétale utilisée, la classification scientifique, la position géologique et les utilisations traditionnelles de cette plante.

Le deuxième chapitre est consacré à l'étude générale des huiles essentielles, leur rôle, leurs méthodes d'extraction, leurs compositions chimiques et les méthodes d'analyse de cette dernière les domaines d'application de cette substance ainsi que l'étude de la toxicité et la précaution d'emploi.

Le troisième chapitre présente des généralités sur les caractéristiques physicochimiques, ainsi que des généralités sur les conditions de stockages et leur influence sur les caractéristiques physicochimiques et la durée de vie.

2. La deuxième partie c'est La partie pratique est constituée de deux chapitres:

- Dans un premier temps, nous avons procédé aux extractions des huiles essentielles de la plante stockée depuis l'année de 2014 et la deuxième de nouvelle récolte en 2019.
- Dans le volet suivant, nous avons déterminé les indices physiques de chaque extrait (l'indice de réfraction, le pouvoir rotatoire et la miscibilité dans l'éthanol) et même sur les huiles stockées.

Introduction Générale

- Dans le troisième volet, nous avons déterminé les indices chimiques de ces derniers échantillons (l'indice d'acide, d'ester et de saponification).

Dans le dernier volet, nous nous sommes intéressés aux comparaisons entre ces résultats pour étudier l'influence de stockage de la plante *Cymbopogon schoenanthus* et leur HE sur les propriétés physicochimiques et la composition chimique de cette huile.

3. La troisième partie du mémoire sera consacrée à la présentation de l'ensemble des résultats obtenus et aux discussions qui en découlent.

Enfin, ce travail a été clôturé par une conclusion générale.

Partie I

Synthèse bibliographique

Chapitre I :

Présentation de la plante

Cymbopogon schoenanthus

(L) spreng

I.1- Plantes aromatiques et médicinales

De nos jours, entre 20.000 et 25.000 plantes sont utilisées dans la pharmacopée humaine. 75% des médicaments ont une origine végétale et 25% d'entre eux contiennent au moins une molécule active d'origine végétale. Les extractions de différents produits se font sous différentes formes dont les plus importantes sont : les tisanes, la gélule de la plante, les suspensions intégrales de plantes fraîches, les teintures mères, les macérât glycélinés et les huiles essentielles. Les grands types de plantes aromatiques et médicinales utiles à l'homme peuvent être définis par leur principal usage. On peut citer :

- plantes pour tisanes, boissons hygiéniques et d'agrément ;
- plantes à usages cosmétiques ;
- plantes à usages aromatiques et condimentaires ;
- plantes à usages alimentaires ;
- plantes à usages industriels ;
- plantes médicinales [07].

I.2- Généralité sur *Cymbopogon schoenanthus*

I.2.1- Genre *Cymbopogon*

D'après JACQUES-FELIX (1962) il n'existe que trois espèces du genre *Cymbopogon* en Afrique tropicale occidentale et centrale: *Cymbopogon proximus*, Stapf; appelé aussi *Cymbopogon schoenanthus* (L) Spreng, *Cymbopogon Giganteus* Chiov. Et *Cymbopogon densiflorus* Stapf, alors que la région du Nil et L'Afrique orientale sont plus riches.

La citronnelle, *Cymbopogon nardus* Rendl et le Iemon grass, *Cymbopogon citratus* Stapf, probablement d'origine indienne, sont cultivés partout mais ne fleurissent normalement pas en Afrique intertropicale [08].

I.2.2- Définition

Cymbopogon schoenanthus est une herbe odorante, dégage une odeur agréable et puissante, surtout en séchant. Se présentant en colonies étendues, composées de touffes indépendantes partant d'une souche rhizomateuse de longues feuilles étroites s'enroulant sur

elles-mêmes et des tiges florales dressées pouvant atteindre 60 à 80 cm. sont dures et enflées à la base.

De la base de chaque groupe de feuilles, sortent des chaumes donnant une panicule terminale et allongée, composée de plusieurs épis. L'inflorescence longue, est formée de glomérules [09]

I.2.3-Position systématique

- Règne: Végétal ;
- Sous Règne: Tracheobionta ;
- Super Embranchement: Spermatophyta ;
- Embranchement: Magnoliophyta ;
- Classe: Liliopsida ;
- Sous classe: Commelinidae ;
- Ordre: Cyperales ;
- Famille: Poaceae ;
- Genre: *Cymbopogon*
- Espèce: *Schoenanthus*[10]

I.2.4- Situation géographique

On trouve le *Cymbopogon schoenanthus* (L.) spreng en l'ouest d'Afrique dans les zones sèche (L'Algérie, la Tunisie, le Maroc, L'Egypte, Lybie, Sahel-Niger, Burkina Faso), l'Asie.

Que l'on rencontre dans les zones soudano-sahéliennes, sur les terres argilelatéritiques [08].



Fig 01: *Cymbopogon schoenanthus* (L.) spreng (photo originale)

I.2.5- Botanique et utilisation traditionnelle

Les tiges feuillées ou les rhizomes sont utilisées dans les thérapeutiques traditionnelles, aussi bien en usage interne, comme tonique, antispasmodique, dépuratif, fébrifuge, antiseptique intestinal, qu'externe, comme désinfectant funéraire, antipaludéen et contre le ver de Guinée.

Dans la médecine traditionnelle égyptienne, cette plante jouit d'une réputation d'antispasmodique rénal et de diurétique.

La médication mise en œuvre, consiste à préparer une décoction, consommée en boisson théiforme. Par la suite, les travaux de plusieurs auteurs ont montré que le principe actif responsable de l'activité antispasmodique, est un sesquiterpène diol (le cryptomériol).

Une étude ethnobotanique récente, réalisée par MILLOGO-RASOLODIMBY et al. Montre que cette plante est utilisée, en pharmacopée traditionnelle au Burkina Faso, pour soigner la toux des nourrissons et des enfants [09].

*** Localement en Algérie**

- el goléa: courbatures, myalgies odontalgies, anurie
- béni Abbes: fortifiant (mixtures)
- Ouargla: refroidissements, anurie
- Djanet: apéritif d'appétit, infusion diurétique, médicament pour la gastroentérite et aide la digestion. Les jeunes feuilles sont utilisées avec la salade et la place du thé.
- Dans la médecine traditionnelle de la région de Ghardaïa cette espèce a été utilisée pour un diurétique et calmant [11].

Chapitre II :

Les huiles essentielles

II - Généralités sur les huiles essentielles

II.1- Définition et historique

II.1.1- Définition

Les huiles essentielles sont des extraits végétaux volatiles et odorants appelés également substances organiques aromatiques liquides, qu'on trouve naturellement dans diverses parties des arbres, des plantes et des épices, elles sont volatiles et sensibles à l'effet de la chaleur [12].

La norme française AFNOR NF T75-006 définit l'huile essentielle comme:» un produit obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe des Citrus, et qui sont séparés de la phase aqueuse par procédés physiques » [13].

Selon la monographie de la Pharmacopée européenne, la matière première végétale peut être fraîche, flétrie, sèche, entière, à l'exception des fruits du genre Citrus qui sont toujours traités à l'état frais. Les huiles essentielles peuvent subir un traitement ultérieur approprié. Elles peuvent être commercialement dénommées comme étant déterpénée, désesquiterpénée, rectifiée ou privée de « x ».

- Une huile essentielle déterpénée est une huile essentielle privée, partiellement ou totalement, des hydrocarbures monoterpéniques.
- Une huile essentielle déterpénée et désesquiterpénée est une huile essentielle privée, partiellement ou totalement, des hydrocarbures mono- et sesquiterpéniques.
- Une huile essentielle rectifiée est une huile essentielle qui a subi une distillation fractionnée dans le but de supprimer certains constituants ou d'en modifier la teneur.
- Une huile essentielle privée de « x » est une huile essentielle qui a subi une séparation partielle ou complète d'un ou plusieurs constituants [14].

Selon Durvelle (1930, 1893), les essences ou huiles essentielles, connues également sous le nom d'huiles volatiles et de parfums sont des substances odorantes huileuses, volatiles, peu solubles dans l'eau, plus ou moins solubles dans l'alcool et dans l'éther, incolores ou jaunâtres, inflammables et qui s'altèrent facilement à l'air en se résinifiant.

Elles sont liquides à température ordinaire ;

Quelques-unes sont solides ou en partie cristallisées ;

Elles n'ont pas le toucher gras et onctueux des huiles fixes dont elles se distinguent par leur volatilité. Leur odeur plus ou moins forte, suave, piquante ou désagréable. Elles ont la propriété de ne pas laisser de tache durable sur le papier.

Le terme « huile essentielle » a été inventé au 16^{ième} siècle par le médecin Suisse Parascelsus Von HOHENHEIM pour désigner le composé actif d'un remède naturel [01].

Le terme « huile » s'explique par la propriété que présentent ces composés de se solubiliser dans les graisses et par leur caractère hydrophobe. Le terme « essentielle » fait référence au parfum, à l'odeur plus ou moins forte dégagée par la plante [15].

Donc c'est un liquide concentré, très complexe et hydrophobe. Il est obtenu par extraction mécanique, distillation à la vapeur d'eau ou distillation à sec de plantes aromatiques fleur, feuille, bois, racine, écorce, fruit,...).

Une huile essentielle est donc l'essence distillée de la plante aromatique. Issue du feuillage de la plante, l'huile essentielle possède une composition chimique variable selon les chimiotypes, les sols, les climats, les périodes, les heures de récoltes et les conditions du stockage [16].

II.1.2- 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 concernent 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 [01].

En Grèce, le temple d'Epidaure, dédié à Asclépios est, au Ve siècle av. J.-C., un des hauts lieux de la médecine grecque où se mêlent magie, usage de plantes et thermalisme.

Hippocrate indique dans les Aphorismes qui lui sont attribués, l'utilité des bains aromatiques dans le cadre du traitement des maladies de la femme. À Athènes, il lutta contre les épidémies, et tout particulièrement contre la grande peste qui ravagea la ville, en faisant brûler de la lavande, du romarin, de l'hysope et de la sarriette [17].

Les Arabes, grands utilisateurs d'alchimie et de médecine à partir de sources naturelles, ont donc inventé au Haut Moyen-Age, le serpentin permettant de perfectionner la réfrigération du produit distillé et les techniques de distillation. Au XIV^{ème} siècle, les appareils distillatoires évoluent et font leur apparition dans les laboratoires médicaux et alchimiques. Seule l'huile de térébenthine représente une véritable huile essentielle [01].

Cependant, les vrais fondateurs de l'aromathérapie sont les Arabes qui, avec l'invention de l'alambic ont affiné la technique de la distillation. Avicenne (980-1037), produit la première huile essentielle pure, l'huile essentielle de *Rosa centifolia*, et en décrit plusieurs autres dans le « Canon de la médecine ». Ibn khaldoun, pour sa part, donne de nombreux détails techniques sur l'art de la distillation à feu nu et sur la fabrication de sucs végétaux et des huiles par pression [14].

Aujourd'hui, des médecins (Valnet, Duraffourd, Lapraz, d'Hervincourt, Belaiche), des chercheurs (P. Franchomme) et des pharmaciens (D. Baudoux) ont définitivement établi la réputation, l'efficacité et l'extraordinaire richesse des huiles essentielles [01].

II.2- Répartition et Localisation des huiles essentielles

II.2.1- Répartition des huiles essentielles

Les huiles essentielles n'existent quasiment que chez les végétaux supérieurs : il y aurait, selon Lawrence, 17500 espèces aromatiques.

Les genres capables d'élaborer les constituants qui composent les huiles essentielles sont répartis dans un nombre limité de familles (*Apiaceae*, *Asteraceae*, *Lamiaceae*, *Lauraceae*, *Myrtaceae*, *piperaceae*, *Rutaceae*, *zingiberaceae*....) [18].

Dans le règne végétal, les huiles essentielles se retrouvent généralement chez les végétaux supérieurs. Les genres capables d'élaborer les constituants qui les composent sont répartis dans une cinquantaine de familles dont beaucoup appartiennent aux ordres des Lamiales, des Astérales, des Rutales, des Laurales et des Magnoliales.

Elles peuvent être stockées à l'intérieur d'un ou de plusieurs organes, à titre d'exemples nous pouvons citer:

- Les racines du vétiver (*VetiveriazizanioidesStapf*) ;
- Les rhizomes du gingembre (*ZingiberofficinalisRoscoe*) ;
- Les écorces du cannelier (*CinnamomumzeylanicumBlume*) ;
- Le bois du camphrier (*CinnamomumcamphoraSieb*) ;
- Les tiges du romarin (*RosmarinusofficinalisL*) ;
- Les feuilles de menthe (*MenthapiperitaL*) ;
- Les aiguilles de pin (*PinussylvestrisL*) ;
- Les fleurs du girofler (*SyzygiumaromaticumL*) ;
- Les graines ou les amandes du muscadier (*MyristicafragransHout*) ;
- Le péricarpe ou zeste des agrumes (*Citrus spBlanco*) ;
- Les fruits du bigaradier (*Citrus aurantiumL.*).

Sur le plan quantitatif, les teneurs en huiles essentielles des plantes pouvant les contenir sont très faibles, souvent inférieures à 1 %. Des teneurs fortes comme celle du bouton floral du girofler (15 %) sont rares et exceptionnelles [19].

II.2.2- Localisation des huiles essentielles dans la plante

Les huiles essentielles sont produites dans des cellules glandulaires spécialisées recouvertes d'une cuticule. Elles sont alors stockées dans des cellules à huiles essentielles (*Lauraceae* ou *Zingiberaceae*), dans des poils sécréteurs (*Lamiaceae*), dans des poches sécrétrices (*Myrtaceae* ou *Rutaceae*) ou dans des canaux sécréteurs (*Apiaceae* ou *Asteraceae*).

Elles peuvent aussi être transportées dans l'espace intracellulaire lorsque les poches à essences sont localisées dans les tissus internes. Sur le site de stockage, Les gouttelettes d'huile essentielle sont entourées de membranes spéciales constituées d'esters d'acides gras hydroxylés hautement polymérisés, associés à des groupements peroxydes [18].

II.3- Rôle des huiles essentielles

La fonction biologique des terpénoïdes des huiles essentielles demeure le plus souvent obscure. Il est toutefois vraisemblable qu'ils ont une fonction écologique [19].

Toutefois, les parfums émis jouent un rôle attractif pour les insectes pollinisateurs .De plus, en règle générale, les huiles essentielles constituent un moyen de défense naturel contre les

insectes prédateurs et les microorganismes. Les substances émises sont dans ce dernier cas appelées « phytoalexines ». Ce type de toxine n'est produit qu'en cas d'infection et n'entre donc pas dans la composition d'une huile essentielle provenant d'une plante saine [15].

Cependant, plusieurs effets apparents utiles ont été décrits telles que la réduction de la compétition des autres espèces de plantes (allélopathie) par inhibition chimique de la germination des graines. Par exemple, le cinéole et le camphre libérés dans l'atmosphère par *Salvia leucophylla* sont absorbés par le sol sec, inhibant la germination des espèces prairial ainsi que la protection contre la flore microbienne infectieuse par les propriétés fongicides et bactéricides et contre les herbivores par goût et effets défavorables sur le système nerveux [20].

Belaiche (1979) signale que l'utilité des huiles essentielles pour les plantes désertiques est liée à la conservation d'une humidité indispensable à la vie des plantes. Les vapeurs aromatiques permettent de saturer l'air autour de la plante empêchant, le jour, la température de l'air de monter jusqu'à un degré insupportable pour la vie végétale et, la nuit, de baisser de façon excessive. Pour quelques auteurs, les composants terpéniques pourraient constituer des supports à une « communication », d'autant plus que leur variété structurale autorise le transfert de « messages biologiques » sélectifs [11].

II.4- Classification et origine des huiles essentielles

Selon le pouvoir spécifique sur les germes microbiens, et grâce à l'indice aromatique obtenu par des aromatogramme, classent les huiles essentielles comme suit:

- Les huiles majeures
- Les huiles médiums
- Les huiles terrains [21].

Toutes les parties des plantes aromatiques, tous leurs organes végétaux, peuvent contenir de L'huile essentielle.

- Les fleurs: oranger, rose, lavande ; le bouton floral (girofle) ou les bractées (ylang-ylang) ;
- Les feuilles: eucalyptus, menthe, thym, laurier, sarriette, sauge, aiguilles de pin et Sapin ;
- Les organes souterrains: racines (vétiver, angélique), rhizomes (gingembre, acore) ;

- Les fruits: fenouil, anis, épicarpes des Citrus ;
- Les graines : noix de muscade;
- Le bois et les écorces: cannelle, santal, bois de rose.

Les huiles essentielles sont stockées dans des structures cellulaires spécialisées (cellules à Huile essentielle, cellules à poils sécréteurs (comme dans la menthe), canaux sécréteurs) et ont vraisemblablement un rôle défensif : protection du bois contre les insectes et les champignons, action répulsive contre les animaux herbivores [22].

II.5- Méthodes d'extraction des huiles essentielles

Le procédé d'obtention des HE intervient d'une façon déterminante sur sa composition chimique [23].

Le choix de la technique dépend principalement de l'état originel et la nature de la matière première.

Cette dernière conditionne le profil chimique et les caractéristiques de l'huile essentielle, en particulier la viscosité, la couleur, la solubilité, la volatilité, l'enrichissement ou l'appauvrissement en certains constituants ainsi que son utilisation [24].

II.5.1- Distillation

Selon **PIOCHON**, il existe trois différents procédés utilisant le principe de la distillation : l'hydro distillation, l'hydro diffusion et l'entraînement à la vapeur d'eau [25].

II.5.1.1- Hydrodistillation

Le principe de l'hydro-distillation (La méthode de Moritz) est celui de la distillation des mélanges binaires non miscibles. Elle consiste à immerger la biomasse végétale dans un Alambic rempli d'eau, que l'on porte ensuite à l'ébullition.

La vapeur détruit la structure des cellules végétales, libère les molécules contenues et entraîne les plus volatiles en les séparant du substrat cellulosique. La vapeur, chargée de l'essence de la matière première distillée, se condense dans le serpentín de l'alambic avant d'être récupérée dans un essencier (vase de décantation pour les huiles essentielles).

Les parties insolubles dans l'eau de condensation sont décantées pour donner l'huile essentielle surnageant. La partie contenant les composés hydrosolubles est appelée eau de distillation (ou hydrolat) [26].

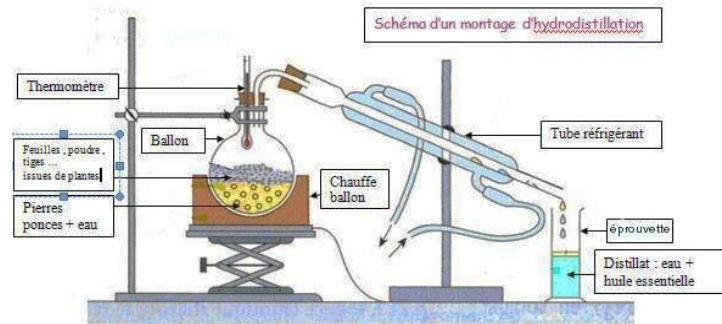


Fig 02: Montage d'extraction par Hydro distillation [26].

II.5.1.2- Entraînement à la vapeur d'eau

Dans ce type de distillation, le matériel végétal ne macère pas directement dans l'eau. Il est placé sur une grille perforée au travers de laquelle passe la vapeur d'eau (**Fig 03**). La vapeur endommage la structure des cellules végétales et libère ainsi les molécules volatiles qui sont ensuite entraînées vers le réfrigérant. Cette méthode apporte une amélioration de la qualité de l'HE en minimisant les altérations hydrolytiques [27].

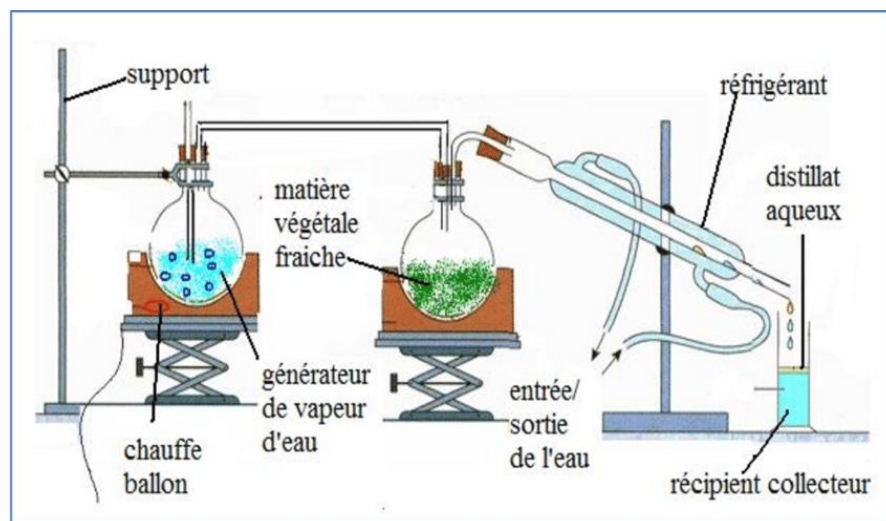


Fig 03: Montage d'entraînement à la vapeur d'eau [27].

II.5.1.3- Hydrodiffusion

Cette technique est relativement récente. Elle consiste à faire passer du haut vers le bas, et à pression réduite la vapeur d'eau au travers la matière végétale (**Fig 04**). L'avantage de cette méthode est d'être plus rapide donc, moins dommageable pour les composés volatils [12].

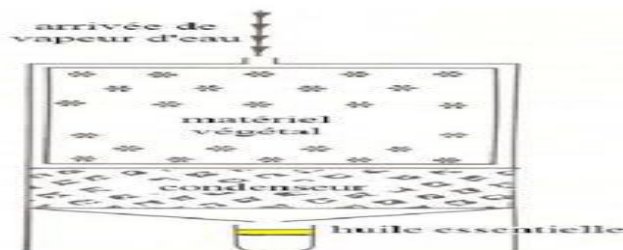


Fig 04 : Montage d' Hydro diffusion [16]

II.5.1.4- Extraction sans solvant assistée par micro-ondes (ESSAM)

L'extraction par micro-ondes, appelée « Solvent Free Microwave Extraction » ou « SFME », est une nouvelle technique verte développée ces dernières années [28].

Cette méthode consiste à placer des matières végétales dans un réacteur à micro-ondes sans ajouter ni eau ni solvant organique. Le chauffage de l'eau contenue dans la matière végétale la fait gonfler et provoque l'éclatement des glandes et des réceptacles oléifères. Ce procédé libère, ainsi, l'huile essentielle, qui est évaporée par l'eau contenue dans la plante par distillation azéotrope. La vapeur passe, ensuite, à travers un condenseur à l'extérieur de la cavité micro-ondes, où elle est condensée. Le distillat est recueilli en continu dans l'ampoule à décanter. L'excès d'eau est renvoyé dans le récipient d'extraction. L'huile essentielle est recueillie directement et séchée [29].

II.5.1.5- Extraction par les solvants organiques

La méthode de cette extraction est basée sur le fait que les essences aromatiques sont solubles dans la plupart des solvants organiques. L'extraction se fait dans des extracteurs de construction variée, en continu, semi-continu ou en discontinu. Le procédé consiste à épuiser le matériel végétal par un solvant à bas point d'ébullition qui par la suite, sera éliminé par distillation sous pression réduite. L'évaporation du solvant donne un mélange odorant de consistance pâteuse dont l'huile est extraite par l'alcool. L'extraction par les solvants est très

coûteuse à cause du prix de l'équipement et de la grande consommation des solvants. Un autre désavantage de cette extraction par les solvants est leur manque de sélectivité; de ce fait, de nombreuses substances lipophiles (huiles fixes, phospholipides, caroténoïdes, cires, coumarines, etc.) peuvent se retrouver dans le mélange pâteux et imposer une purification ultérieure [30].

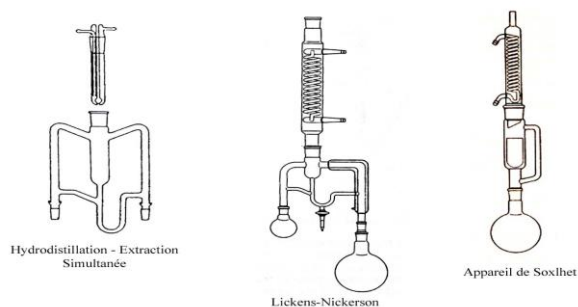


Fig 05: Différents types d'extraction par solvants volatils [30].

II.5.2- Expression à froid

C'est le procédé le plus ancien et le plus simple pour obtenir une HE. Cependant, il reste limité car il ne s'applique qu'aux agrumes dont le péricarpe des fruits possède des poches sécrétrices d'essences. Cette technique, née en Sicile et en Calabre, est uniquement mécanique et consiste à broyer, à l'aide de presses, les zestes frais afin de détruire les poches sécrétrices d'essences et donc de libérer l'essence qu'elles contiennent. L'expression à froid permet de limiter l'oxydation en conservant les antioxydants naturels présents dans la fraction non volatile de l'essence. Le produit final obtenu est appelé essence car il n'a subi aucune modification chimique lors de son procédé d'extraction [31,32].

II.5.3- Extraction par enfleurage

L'enfleurage est une technique ancienne mettant en contact l'organe producteur (généralement la fleur) avec une graisse qui se sature en HE après quelques jours. On obtient alors des pommades qui sont utilisées telles quelles ou extraites par de l'éthanol. Les extraits alcooliques aux fleurs ainsi obtenus sont appelés « absolues » [28].

II.5.4- Extraction au CO₂ supercritique

Ce procédé, très moderne, consiste à faire éclater les poches à essences des végétaux et ainsi entraîner les substances aromatiques en faisant passer un courant de CO₂ à haute pression dans la masse végétale (en générale les fleurs). On utilise le CO₂ car il possède de

nombreux atouts : il s'agit d'un produit naturel, inerte chimiquement, ininflammable, facile à éliminer totalement, aisément disponible, peu réactif chimiquement et enfin peu coûteux. Le CO₂ a également la capacité de fournir des extraits de compositions très proches de celles obtenues par les méthodes décrites dans la pharmacopée européenne. Tous ces avantages permettent à ce procédé de se développer malgré un investissement financier important [33.34].

II.6- Méthode d'analyse des huiles essentielles

La connaissance de la composition chimique des huiles essentielles est très importante parce qu'elles sont considérées comme une matière première destinée à divers secteurs d'activités tels que la parfumerie, la cosmétique, l'industrie pharmaceutique et de l'agroalimentaire. Plusieurs techniques et méthodes nous permettent d'analyser quantitativement et qualitativement les huiles essentielles. Parmi ces méthodes nous parlons des méthodes micro analytiques qui permettent l'identification et le dosage des produits même à l'état de traces. Ces méthodes consistent en l'utilisation des techniques de séparation et d'analyse des structures chimiques. On peut utiliser les méthodes suivantes : CG, GC/MS, HPLC, RMN, IR, etc. ces méthodes concernent l'identification qualitative et quantitative des différents constituants d'une huile essentielle [25].

II.6.1- Analyse chromatographique en phase gazeuse (CPG)

Elle s'applique à des échantillons gazeux ou susceptibles d'être vaporisés sans décomposition

L'injecteur. C'est de loin la technique la plus utilisée pour les huiles essentielles.

La phase mobile est un gaz (hélium, azote, argon ou hydrogène), appelé gaz vecteur. Le principe de la chromatographie en phase gazeuse basé sur la séparation des différents solutés gazeux par migration différentielle le long de la phase stationnaire. Si la phase stationnaire est un liquide non ou peu volatil, possédant des propriétés de solvant vis-à-vis des composés à séparer, on parle de chromatographie gaz-liquide ou chromatographie de partage. Si la phase stationnaire est un solide absorbant (silice, alumine...), on parle de chromatographie gaz solide ou chromatographie d'adsorption. La CPG permet une évaluation quantitative et qualitative de la composition chimique des huiles essentielles. Elle présente de nombreux avantages : facilité de mise en œuvre, temps d'analyse assez court et fiabilité des résultats [35]

II.6.2- Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GPC/SM)

La mesure des temps de rétention ne constitue pas une preuve formelle de la nature des composés. L'identification des composés est confirmée par la technique de couplage CG/SM. La technique consiste à injecter une solution d'huile essentielle dans une colonne, chaque soluté passe dans la source d'ionisation du spectromètre où les molécules sont bombardées par un faisceau électronique qui provoque leur ionisation positive. Les fragments chargés sont séparés selon leur masse et détectés en proportion de leur nombre. Ils fournissent des informations sur la nature et la structure de la molécule qui les a produits. Dans le spectre d'une substance pure, l'ion moléculaire, s'il est présent, sera le dernier du spectre, suivi toutefois des pics correspondants à la présence des isotopes, et donnera la masse moléculaire de la substance [36].

Les méthodes d'analyse des huiles essentielles sont classées en deux groupes distincts:

-Les analyses qui ont pour but de définir les caractéristiques physico-chimiques de l'huile essentielle (densité, indice de réfraction, pouvoir rotatoire, indice d'acide, indice d'ester, etc.) ; Enfin celles qui ont pour objet l'identification qualitative et quantitative, des différents constituants d'une huile essentielle (CPG, CG/SM, CG IF TIR, HPLC, RMN, IR, etc.)[22].

II.7- Composition chimique des huiles essentielles

L'étude de la composition chimique des huiles essentielles montre qu'il s'agit de mélanges complexes et variables de constituants est due exclusivement à deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques sont : les terpénoïdes et les composés aromatiques dérivés du phenyl propane [26].

Les constituants des huiles essentielles possèdent un squelette hydrocarboné qui peut être linéaire, cyclique ou encore aromatique. Ils peuvent posséder toutes les grandes fonctions de la chimie organique : des alcools, des composés carbonylés (principalement aldéhydes et cétones), des esters, des phénols et, dans une moindre mesure, des dérivés azotés et soufrés. Néanmoins, Les terpènes (hydrocarbures en C10 ou C15) et terpénoïdes (terpènes fonctionnalisés) sont, de loin, les plus abondants [37].

II.7.1- Terpènes

Le terme terpène rappelle la toute première extraction de ce type de composé dans l'essence de térébenthine. Les terpénoïdes Dans les huiles essentielles, sont celles qui ont la masse moléculaire n'est pas élevée c'est à dire, ceux dont les molécules les plus volatils.

Ils portent dans la plupart des cas la formule générale $(C_5H_8)_n$. Suivant les valeurs de n , on a les hémiterpènes ($n=1$), les monoterpènes ($n=2$), les sesquiterpènes ($n=3$), les triterpènes ($n=6$), les tétraterpènes ($n=8$) et les polyterpènes. Les constituants des huiles essentielles sont très variés .On y trouve en plus de terpènes, des hydrocarbures, des esters, des lactones, des aldéhydes, des alcools, des acides, des cétones, des phénols, des oxydes et autres [38].

▪ Monoterpènes

Les monoterpènes contiennent plus de 900 composés connus se trouvent principalement dans 3 catégories structurales: les monoterpènes linéaires (acyclique): (myrcène, ocimènes), les monoterpènes avec un cycle unique (monocycliques) : (α - et γ -terpinène, p -cymène) et ceux avec deux cycles (bicycliques) : (pinènes, Δ^3 -carène, camphène, sabinène). Ils résultent d'une fusion typique tête-à-queue des unités d'isoprène [34].

Selon **Bruneton (1999)**, la réactivité des cations intermédiaires justifie l'existence de nombreuses molécules caractérisées par différentes fonctions: alcools, cétones, esters, aldéhydes, éthers, peroxydes, phénols [03].

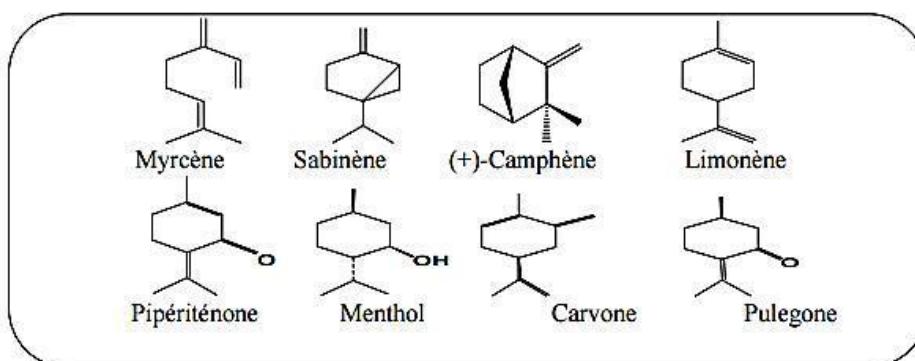


Fig 06 : Structure chimique de quelques monoterpènes [26].

▪ Sesquiterpènes

Il s'agit de la classe la plus diversifiée des terpènes. Elle contient plus de 3000 molécules comme par exemple : β -caryophyllène, β -bisabolène, α -humulène, α -bisabolol, farnesol [03].

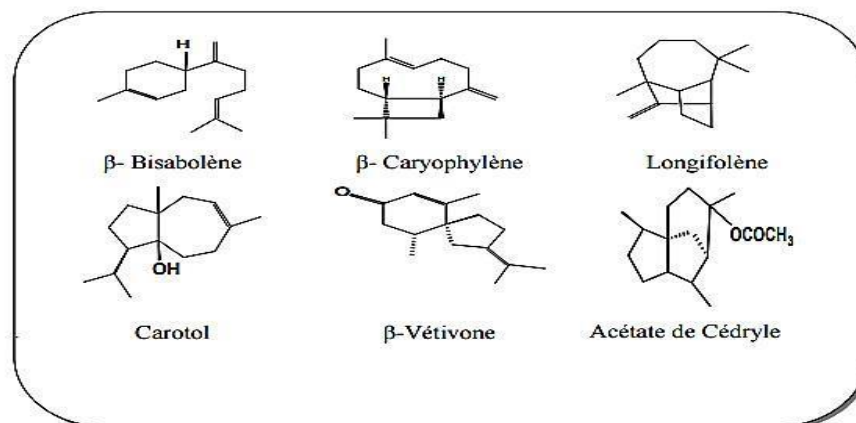


Fig 07 : Structure chimique de quelques sesquiterpènes [26].

II.7.2- Composés aromatiques

Les composés aromatiques dérivés du phénylpropane (C_6-C_3), sont beaucoup moins fréquents dans les huiles essentielles que les monoterpènes et sesquiterpènes. Ce sont, très souvent, des allyl- et propénylphénols ; parfois des aldéhydes.

On peut également rencontrer dans les huiles essentielles des composés C_6-C_1 telle que la vanilline (assez fréquente) ou l'antranilate de méthyle. Les lactones dérivées des acides cinnamiques (les coumarines) étant, au moins pour les plus simples d'entre elles, entraînaient par la vapeur d'eau. Elles sont également présentes dans certaines huiles essentielles [18].

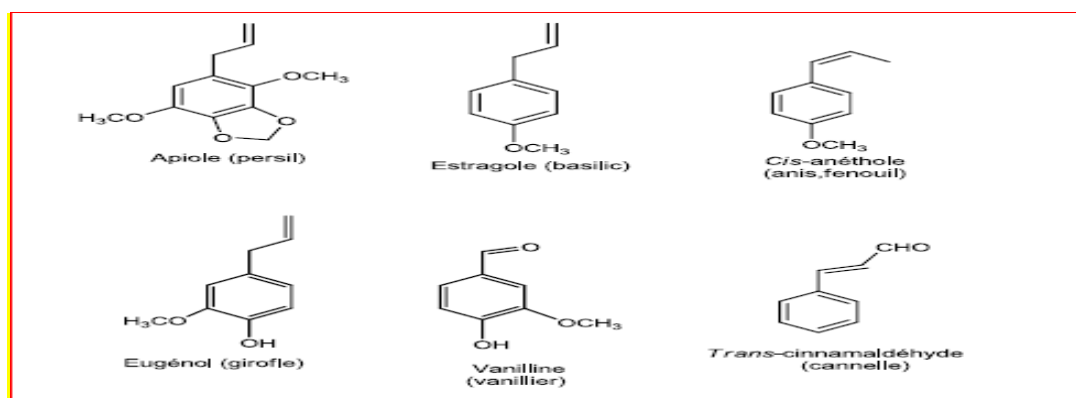


Fig 08 : Structure chimique de quelques composés aromatiques [26].

II.7.3- Composés d'origines diverses

Compte tenu de leur mode d'extraction, les huiles essentielles peuvent renfermer divers composés aliphatiques, généralement de faible masse moléculaire, entraînaient lors de l'hydro distillation. Ces produits peuvent être azotés, soufrés, des carotènes ou des acides gras.

Alcools : Menthol, géraniol, linalol,...

Aldéhydes : Géraniol, citronellal,...

Cétones : Camphre, pipéritone

Phénols: Thymol, carvacrol ...

Esters : Acétate de géranyle,...

Acides : Acide gérannique,...

Oxydes : 1,8-cinéole,...

Phénylpropanoïdes : Eugénol.

Terpènes : Limonène, para-cymène,...

Autres : Ethers, composés soufrés, composés azotés, sesquiterpène,... [38].

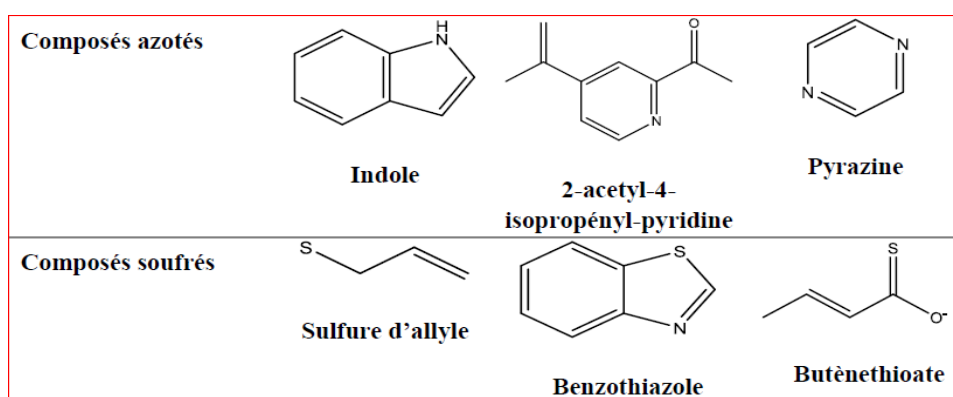


Fig9: Structure de quelques composés azotés et soufrés [38].

II.7.4- Chémotypes

La connaissance des chémotypes d'une huile essentielle et leur comportement est nécessaire car elle permet de concevoir l'activité pharmacologique, de prévoir aussi la pharmacocinétique et la biodisponibilité. La composition chimique de l'huile essentielle pour une même espèce botanique n'est pas immuable. Les huiles essentielles sont élaborées par les plantes aromatiques au sein des cellules sécrétrices. Leur élaboration et dépend entièrement du rayonnement solaire Son absence affecte le rendement des produits aromatiques et leur nature. En sa présence, et tout particulièrement en fonction de la présence de tel ou tel rayonnement, les types de composants pourront varier considérablement au sein d'une même espèce.

Par exemple, le basilic cultivé en pleine lumière à Madagascar a un taux de chavicol de 57% alors que la même plante cultivée à l'abri de la lumière en contient 74%.

Cette variabilité peut être influencée également par la composition du sol et la position géographique; le *Lippiamuti flora* récoltée au Togo a révélé les chémotypes à citral, à thymol (acétate de thymyle), à para-cymène, à 1 -8 cinéole [26].

II.8- Facteurs de la variabilité des huiles essentielles

Les travaux de nombreux auteurs ont montré que les plantes réagissaient au milieu environnant et qu'au cours de leur vie, la composition chimique de leurs métabolites pouvait évoluer. Extraites des végétaux, les huiles essentielles sont donc très fluctuantes dans leur composition, qui peut varier en fonction des conditions géographiques et climatiques, du terrain de culture de la plante, de l'année de culture (ensoleillement, hygrométrie, etc.), du mode cultural, de la période de récolte, de l'individu ou l'organe considéré, de la méthode d'extraction, etc [18].

II.8.1-Diversité selon l'organe végétal

Pour une espèce dont différents organes peuvent renfermer une huile essentielle, la composition chimique de celle-ci peut varier d'un organe à un autre. Ainsi dans le cas de la cannelle (*Cinnamomum zeylanicum* Blume), l'écorce donne une essence riche en aldéhyde cinnamique, la racine fournit un extrait volatil où le camphre est majoritaire tandis que dans l'huile essentielle obtenue à partir de feuilles, l'eugénol prédomine [38].

II.8.2-Influence de la période de récolte

La proportion des différents constituants de l'essence d'une espèce donnée peut varier d'une manière considérable au cours de son développement.

- Chez la coriandre (*Coriandrum sativum* L.), la teneur en linalol est cinquante pour cent Plus élevée dans le fruit mûr que dans le fruit vert [38].

- Chez la sauge (*Salvia officinalis* L.), la diminution de la teneur en (+)-camphre qui est observée lorsque les feuilles ont atteint leur taille maximale correspond à la formation d'une Lactone et à sa solubilisation par glycosylation [03].

La maturité ou l'état phénologique de la plante au moment de la récolte sont difficiles à vérifier et à contrôler. Une menthe récoltée quelques jours avant ou après la floraison va voir

son taux d'isomenthone, de menthone, de mentho furane et d'acétate de menthyle fortement évoluer par rapport à sa teneur en menthol [39].

II.8.3-Existence des variétés chimiques ou "chémotypes"

Une espèce végétale parfaitement définie botaniquement peut donner des essences dont la composition chimique est différente suivant les individus.

L'un des exemples caractéristiques est celui du pin sylvestre d'Auvergne (*Pinus sylvestris*L.), pour qui il existe deux chémotypes de types A et B. Chez le type A, le cation terpinyle est majoritairement cyclisé en pinènes, le type B cyclise d'une façon prépondérante le même cation en 3-carène et en terpinolène.

Pour certains auteurs, les chémotypes constituent, à l'intérieur de l'espèce, des variétés chimiques possédant chacune un équipement enzymatique particulier, déterminé génétiquement et qui oriente la biosynthèse vers la formation préférentielle d'un constituant précis [40].

II.8.4-Influence des facteurs extrinsèques

Il s'agit de l'incidence des facteurs de l'environnement, des pratiques culturales et des réactions de la plante au milieu. Les facteurs climatiques (la température, l'humidité relative le régime des vents, l'alternance de chaleur et de lumière, etc.) exercent une influence chez les végétaux.

Le prétraitement du matériel végétal : le séchage, les conditions de conservation, notamment les modifications physiques et biochimiques dues à l'action de l'air, du soleil, de l'échauffement en tas, etc., ont également une influence sur la composition de l'huile essentielle [19].

II.8.5-Influence du procédé d'obtention

Plusieurs méthodes existent pour extraire les huiles essentielles. Elles sont basées principalement sur l'entraînement à la vapeur, l'expression, la solubilité et la volatilité. Le choix de la méthode la mieux adaptée se fait en fonction de plusieurs paramètres

tels que la nature de la matière végétale à traiter, des caractéristiques physico-chimiques de l'essence à extraire, et l'usage de l'extrait et l'arôme du départ au cours de l'extraction [41].

II.9- Domaines d'utilisation des huiles essentielles

Par leurs nombreuses et diverses propriétés, les plants aromatiques et leurs essences trouvent leur emploi dans de multiples domaines tels que : l'alimentation, la pharmacie, la parfumerie, l'aromathérapie [11].

II.9.1- Industrie agro-alimentaire

Les huiles essentielles sont utilisées en agro-alimentaire comme aromates dans les préparations culinaires. Plusieurs secteurs alimentaires sont consommateurs :

- De nombreux arômes de fruits sont utilisés dans les laitages,
- Les boissons non alcoolisées font appel aux huiles essentielles d'agrumes, de menthes, etc.
- Les plats cuisinés utilisent les plantes aromatiques sous toutes leurs formes: oléorésines et huile essentielles mais aussi sous formes fraîche, sèche ou surgelée ;
- La charcuterie, les sauces, vinaigres, moutardes font appel à de nombreuses formes de présentations des plantes aromatiques;
- La liquoristerie utilise largement les huiles essentielles anisées (fenouil, anis, badiane, etc.)

Les huiles essentielles sont des concentrés à odeur et saveur très agréables qui présentent une alternative à l'usage des plantes entières, qu'il s'agisse de la menthe, du citron, du thym, du basilic, etc... [42].

II.9.2- Industrie parfumerie et cosmétique

Les propriétés odoriférantes des huiles essentielles confèrent à ces dernières une consommation importante en parfumerie et en cosmétique.

Elles présentent environ 60% des matières premières de l'industrie des parfums synthétiques, du par fumage, des savons et des cosmétiques.

A la cosmétologie et le secteur des produits d'hygiène on notera la présence d'huiles essentielles dans les préparations dermo pharmacologique (bais «calmant» ou «relaxant»), et leur emploi dans les rouges à lèvres, les shampoings, les dentifrices, se sont surtout les huiles

essentielles de lavande, de citron, de citronnelle, qui est utilisées. On notera qu'il y a une possibilité d'adsorption percutanée des constituants terpéniques [43].

II.9.3- Industrie pharmaceutique

Les huiles essentielles constituent le support d'une pratique de soins particulière : L'aromathérapie. Elles ont grande intérêt en pharmacie, elles s'utilisent sous la forme de préparations galéniques, et dans la préparation d'infusion (verveine, thym, menthe, mélisse, fleurs d'orange etc.)

Tout fois, il faut souligner que la majorité des constituants de ces derniers sont lipophiles, et de ce fait, rapidement absorbés que ce soit par voie pulmonaire, par voie cutanée ou par voie digestive [12].

II.10-Toxicité des huiles essentielles

Les HE sont des molécules actives. Elles peuvent avoir de graves effets secondaires.

Il est Important de respecter la posologie et la durée de la prise. En règle générale, les HE ont une Toxicité aigue par voie orale faible ou très faible: la majorité des huiles qui sont couramment Utilisées ont une dose létale (DL50) comprise entre 2 et 5 g/kg (Anis, Eucalyptus, Girofle...etc.) ou, ce qui est le plus fréquent, supérieure à 5 g/kg (Camomille, Lavande...etc.)

D'autres, une quinzaine, ont une DL50 comprise entre 1 et 2 g /kg : Basilic, Estragon, Hysope (1,5ml/kg). Les plus toxiques sont les huiles essentielles de Boldo (0,13 g/kg ; convulsions Apparaissant dès 0,07 g/kg), de Chénopode (0,25 g/kg), de Thuya (0,83 g/kg), ainsi que L'essence de moutarde (0,34 g/kg) [03].

II.10.1-Toxicité dermique

L'usage des huiles essentielles en parfumerie ou en cosmétique, Elle nous oblige à utiliser en application locale sur la peau, peut générer des irritations, allergies voire photosensibilisation. C'est le cas de l'huile essentielle de Thym, d'Origan, de la Sarriette qui sont connues pour leur pouvoir irritant et agressif, les essences d'agrumes (pamplemousse, citron...) qui sont photo sensibilisantes par des réactions épidermiques après exposition au soleil [44].

II.10.2- Neurotoxicité

Les huiles essentielles d’Absinthe, l’Armoise, le Cèdre, l’Hysope, la Saugue officinale, le Thuya, la Menthe poivrée... sont contre-indiquées en cas d’antécédents d’épilepsie, chez les personnes âgées avec troubles nerveux et chez les enfants de moins de 7 ans. La neurotoxicité s’explique par la forte affinité des cétones pour les lipides, il y aurait passage de la barrière hémato-encéphalique, destruction des gaines de myéline et perturbations électriques des neurones avec excitation puis dépression. Les HE à cétones ont également un effet abortif dû à l’activité utéro-tonique et seront par conséquent totalement contre-indiquées en cas de grossesse [14].

II.10.3-Cytotoxicité

Quelques huiles essentielles peuvent être cytotoxiques sur les cellules animales et humaines. En effet, il a été démontré que les huiles essentielles d’Origan, de différentes variétés, présentent une forte cytotoxicité sur des cellules humaines cancéreuses [45.46].
Egalement, il a été démontré que les huiles essentielles de Thym et de Lavande, selon la phase dans laquelle elles sont mises en contact (phase liquide ou gazeuse), sont cytotoxiques sur des cellules animales (hamster) [47].

II.11- Précautions d’emploi :

Pures, très concentrées et composées de nombreuses molécules volatiles actives, les huiles essentielles peuvent être très actives: il faut donc les utiliser avec précaution.

- Eviter l’exposition au soleil après application sur la peau car certaines HE sont photosensibles comme les essences des agrumes (Mandarine, Citron, ...).
- Ne jamais appliquer d’huile essentielle pure sur les yeux, les muqueuses auriculaires, digestives, nasales et urogénitales, sauf sous avis médical ou pharmaceutique.
- Il ne faut jamais injecter d’huiles essentielles par voie intramusculaire ou intraveineuse.
- Il est important de se laver les mains à l’eau et au savon après une application d’HE.
- Il est interdit de faire des aérosols d’huiles essentielles aux patients allergiques et asthmatiques sans contrôle médical, ainsi que chez les personnes ayant des antécédents épileptiques ou convulsifs.

- Toutes les huiles essentielles sont contre-indiquées, chez les femmes enceintes, allaitantes, les nourrissons, les asthmatiques, les épileptiques, chez les personnes ayant des maladies dégénératives ou des antécédents de cancers hormonaux dépendants sauf exceptions.
- Les HE ne doivent pas être utilisées ni diffusées en continu. La diffusion est limitée à une heure par jour (10 minutes par heure au maximum) et est contre-indiquée dans la chambre d'un enfant de moins de 3 ans ou dans la chambre d'un enfant de 3 à 10 ans en sa présence.
- Ne jamais laisser les flacons d'HE à la portée des enfants **[48]**.

II.12- Caractérisations chimiques et physiques des huiles essentielles

Les HE sont caractérisées par leurs propriétés physiques (Détermination de pH, densité, pouvoir rotatoire, indice de réfraction, miscibilité dans l'éthanol,...) ainsi que par leurs propriétés chimiques (indice d'acide, d'ester, de saponification, d'iode et de carbonyle) permettant d'évaluer la nature des composés organiques (acide, ester, alcène, carbonyle) présents dans l'essence.

Ces normes ont été déterminées par plusieurs organisations connus à l'échelle mondiale comme :

ISO : International Standard Organisation.

AFNOR : Association Française de Normalisation.

AOAC: Association of Official Agricultural Chemist [49].

II.12.1- Caractéristiques organoleptiques

Les Caractéristiques organoleptiques (apparence, couleur, odeur, gout) étaient autrefois les seules indications permettant d'évaluer la qualité d'une huile essentielle, mais comme ces propriétés ne donnent que des informations très limitées sur ces essences, il est nécessaire de faire appel à d'autres techniques de caractérisation plus précises. La qualité d'une huile essentielle et sa valeur commerciale sont définies par des normes admises et portant sur les indices physicochimiques [50].

II.12.2- Caractérisations chimiques

II.12.2.1- Indice d'acide (Ia)

Indice d'acide permet de vérifier la qualité d'une H.E, notamment en ce qui concerne sa dégradation avec le temps durant le stockage.

C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres contenus dans 1g d'HE.

Le test consiste en la neutralisation de la solution d'HE dissoute dans l'éthanol, à l'aide d'une solution éthanoïque d'hydroxyde de potassium, en utilisant la phénolphtaléine comme indicateur coloré [13].

- L'indice d'acide est donc donné par la formule :

$$I_a = N(\text{OH}) * V * 56,11/m$$

NOH = normalité d'hydroxyde de potassium

m = masse d'HE prélevée en g

V = volume de solution d'hydroxyde de potassium versée en ml

56,11g / mol = masse moléculaire du KOH [51].

II.12.2.2- Indice de saponification (Is)

Indice de saponification représente la quantité de potasse (KOH) ou de la soude (NaOH) en mg nécessaire pour saponifier un gramme de l'huile essentielle [42].

- L'indice de saponification est calculé par la formule :

$$IS = ((V_0 - V_1) * M * N) / m$$

V₀: volume en ml de la solution d'acide chlorhydrique HCl à 0.1 N utilisé pour le témoin

V₁: volume en ml de la solution d'acide chlorhydrique HCl à 0.1 N utilisé pour la prise d'essai

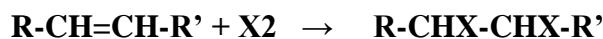
M: masse molaire de KOH (56.1 mol/l)

N : normalité de la solution de HCl (0.2)/ C (0.1)

m: masse de la prise d'essai.

II.12.2.3- Indice d'iode (Ii)

L'indice d'iode est la quantité d'iode susceptible d'être fixée par 100g de substance, par la rupture de la double liaison. Les deux atomes d'iode se fixent sur les deux carbones voisins.



- L'indice d'iode est exprimé via l'équation :

$$I_i = [N_t * (V_0 - V_1)] / m$$

N_t : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium

V_0 : volume, en ml, de la solution $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé pour l'essai à blanc

V_1 : volume, en ml, de la solution $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé pour la détermination d'Ii

m : masse en g de la prise d'essai [52].

II.12.2.4- Indice d'ester (I_e)

L'indice d'ester est le nombre de mg d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides libérés par hydrolyse en milieu basique des esters contenus dans 1g d'HE[40].



- L'indice d'ester est exprimé via l'équation :

$$I_e = I_s - I_a$$

I_s : l'indice de saponification.

I_a : l'indice d'acide.

II.12.2.5- Indice de carbonyle (I_c)

L'indice de carbonyle est défini comme le nombre de mg d'hydroxyle de potassium nécessaire pour la neutralisation de l'acide chlorhydrique livré dans la réaction d'oximation avec le chlorure d'hydroxy ammonium :



- La détermination de l'indice de carbonyle se fait par la relation suivante :

$$I_c = 56,1 \cdot C \cdot \frac{(V_0 - V_1)}{m}$$

C : Concentration de la solution d'HCL.

m : Masse en g de la prise d'essai

V_0 : Volume en mL de la solution d' HCL utilisée pour l'essai à blanc.

V_1 : Volume en mL de la solution d' HCL utilisée pour la détermination d' I_c .

- Le pourcentage de des constituants carbonylés (aldéhyde ou cétone) présent dans l'H.E est donné par la formule suivante :

$$\% \text{ constituants carbonylés} = C \cdot M_r \cdot (V_0 - V_1) / 10 m$$

$C \cdot m \cdot v_0 \cdot v_1$ ont la même signification que précédemment.

M_r : Masse moléculaire relative au dérivé carbonyle majoritaire [40].

II.12.3- Caractérisations physiques

II.12.3.1- Détermination de pH

pH l'abréviation de potentiel d'hydrogène mesure l'activité chimique des ions hydrogènes (H⁺) (appelés aussi couramment protons) en solution. Plus couramment, le pH mesure l'acidité ou la basicité d'une solution. Il s'agit d'un coefficient permettant de savoir si une solution est acide, basique ou neutre : elle est acide si son pH est inférieur à 7, neutre s'il est égal à 7, basique s'il est supérieur à 7 [12].



Fig 10: pH mètre et papier pH [12]

II.12.3.2- Densité relative

La densité est le rapport de la masse volumique d'un liquide à celle de l'eau cependant, la mesure des densités de ces huiles a été effectuée par le moyen d'un densimètre. La densité est mesurée à l'aide d'un densimètre [26].

(AFNOR, 2000) à la température ambiante puis ramenés à 20°C par la formule :

$$D_{20} = D_t + 0.00068 (T - 20^\circ\text{C})$$

D₂₀ : densité à 20°C

D_t : densité à la température ambiante ou de mesure

T : température ambiante ou de mesure.

II.12.3.3- Indice de réfraction (Ir)

L'indice de réfraction (Ir) est utilisé :

- Pour identifier une HE.
- Comme critère de pureté des HE.
- Pour vérifier la qualité de la distillation : une distillation trop rapide, à température trop élevée, trop lente abaisse l'indice de réfraction L'indice de réfraction des HE est généralement élevé. Il est supérieur à celui de l'eau à 20 °C = 1.3356.
- L'indice de réfraction d'une huile essentielle est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'huile essentielle maintenue à une température constante.
- Utiliser un réfractomètre permettant la lecture directe d'indices de réfraction situés entre 1.300 et 1.700, l'appareil est ajusté de manière à donner, à la température de 20 °C, une valeur de 1.333 pour l'eau distillée [14].
- Pour calculer l'indice de réfraction on utilise la formule suivant :

$$N_{20} = N_t + 0,00045 (T - 20^{\circ}\text{C})$$

N_{20} : indice à 20°C

N_t : indice à la température ambiante ou de mesure

T : température ambiante ou de mesure

II.12.3.4- Pouvoir rotatoire (Pr)

Le pouvoir rotatoire $[\alpha]_D^t$ est la propriété que présentent certaines substances chimiques de dévier le plan de polarisation de la lumière polarisée, ce qui signifie la présence d'un atome asymétrique [40].

- Le pouvoir rotatoire spécifique est exprimé par la loi de Biot :

$$[\alpha]_D \rightleftharpoons \frac{\alpha}{L \cdot c}$$

α : Valeur de l'angle de déviation de la lumière polarisée lue sur le polarimètre

L : Longueur de la cellule exprimée en dcm

C : Concentration de la solution à examiner en g 100 ml

II.12.3.5- Miscibilité dans l'éthanol

La miscibilité à l'éthanol est déterminée par le volume d'alcool nécessaire pour former avec 0.5 ml d'HE un mélange homogène [40].

II.13- Conditions de conservation et de stockage des huiles essentielles

La relative instabilité des molécules constitutives des HE implique des précautions particulières pour leur conservation. En effet, les possibilités de dégradation sont nombreuses, facilement objectivées par la mesure d'indices chimiques (indice de peroxyde, indice d'acide...), par la détermination de grandeurs physiques (indice de réfraction, pouvoir rotatoire, miscibilité à l'éthanol, densité...) et/ou par l'analyse chromatographique. Les conséquences sont multiples par exemple, photo-isomérisation, photo cyclisation, coupure oxydative, peroxydation et décomposition en cétones et alcools, thermo-isomérisation, hydrolyse, transe-stérification.

Ces dégradations pouvant modifier les propriétés et /ou mettre en cause l'innocuité de l'huile essentielle, il convient de les éviter :

-Utilisation de flacons propres et secs en aluminium vernissé, en acier inoxydable ou en verre teinté anti-actinique [53]. (Pas de matières plastiques pouvant être dissoutes par les huiles)[54].

- Presque entièrement remplis et fermés de façon étanche (l'espace libre étant rempli d'azote ou d'un autre gaz inerte) [53].

-Dans un endroit frais (température inférieure à 15-18°C) à l'abri de la lumière [54].

Dans certains cas, un antioxydant approprié peut être ajouté à l'huile essentielle.

Dans ce cas, cet additif est à mentionner lors de la vente ou l'utilisation de l'huile essentielle. Par ailleurs, des incompatibilités sérieuses peuvent exister avec certains conditionnements en matières plastiques [54].

Les tableaux suivants montrent l'effet des conditions stockage des quelques plantes sur les caractéristiques physico-chimiques de leurs huiles essentielles dans différentes conditions :

Tableau 01 : L'effet du stockage après récolte sur les constituants huileux de *Laurus Nobilis* L. [55].

la plante et Origine	<p>*<i>Laurus nobilis</i> L.</p> <p>*Les feuilles des arbustes de <i>L. nobilis</i> âgés de 15 ans, cultivées au Centre national de recherche du Caire (Égypte), ont été collectées en janvier au stade de croissance végétative.</p>
la période et la température de stockage et la Méthode d'analyse	<p>* stocker l'huile distillée dans des conditions froides.</p> <p>* l'huile essentielle a été analysée par GC / SM tous les quatre mois pour an.</p>
Résultats	<p>Des différences qualitatives et quantitatives mineures ont également été signalées dans les composants de <i>Laurus. nobilis</i> essentiel huile dans les conditions de stockage. Le groupe SH a enregistré 1,61% du temps zéro contre 2,22, 2,21 et 1,26% après 4, 8 et 12 mois, respectivement, en raison du stockage des huiles dans le verre incolore par temps froid. Dans le même temps, la même tendance a été observé eavec sesquiterpènes contenant de l'oxygène (SO) et divers composés (VC), qui ont donné de petites quantités de composés et ne sont pas efficaces dans les constituants des huiles.</p>
	<p>- Le constituant majeur de l'huile essentielle de <i>Laurus nobilis</i> L. feuilles (1,8-cinéole) a atteint sa valeur maximale Avec stocké l'huile pendant 8 et 12 mois dans l'herbe et à température fraîche.</p> <p>- Les conditions donnaient la plus petite valeur. En outre, le changement le plus important des constituants de l'huile</p>

Conclusion	essentielle a été observé pour le herbe sèche après un an et la plus petite a été observée après quatre mois. D'autre part, les constituants de l'acétate de α -terpinényle, du sabinène, du trans-bêta-terpinéol et du terpinène-4-ol étaient plus stables pendant la période de stockage.
-------------------	--

Tableau 02 : Influence des conditions de stockage sur la composition des huiles essentielles de *Thymus daenensis Celak* [56].

la plante et origine	* <i>Thymus daenensis</i> . *Les parties aériennes de T. daenensis ont été collectées dans sa nature habitat dans la région de Sarvestan, province du Fars, à 2300 m d'altitude.
la période et la température de stockage et la méthode d'analyse	* 3 mois de stockage au réfrigérateur (4 ° C), au congélateur (-20 ° C) et à la température ambiante. * l'huile essentielle a été analysée par GC et GC / SM.
Résultats	Les résultats ont indiqué qu'à la température ambiante, les proportions de composés ayant des températures d'ébullition plus basses, telles que l'épinène (4,3 à 0,5%), le terpinène (1,8 à 0,5%) et le myrcène (1 à 0,4%) de même que le terpinène (10,1 - 4,7%) et le p-cymène (8,3 - 4,7%) en tant que précurseurs du thymol et de la voiture-vacrol, ont diminué. Cependant, les quantités de thymol et de carvacrol ont considérablement augmenté de 26,6% et 23% après 3 mois, respectivement. L'augmentation du thymol et du carvacrol lors du stockage à température ambiante représente une augmentation de l'indice de qualité de l'huile. En outre, les compositions d'huile présentaient les altérations les plus minimales et conservaient la qualité

	primaire lorsqu'elles étaient stockées à basse température, en particulier à -20 ° C.
Conclusion	<p>Le processus principal lors du stockage des HE est l'évaporation des composés à plus basse température d'ébullition, principalement des monohydrocarbures. Les résultats des travaux en cours permettent de conclure que l'HE de <i>T. daenensis</i>, conservée au congélateur, a conservé sa qualité primaire par rapport à deux autres conditions de stockage pendant 3 mois.</p> <p>En règle générale, le stockage de l'HE <i>T. daenensis</i> à basses températures empêche l'augmentation ou la réduction des concentrations des composants de l'huile et contribue à maintenir la qualité primaire de l'OE au moindre changement. Cependant, les résultats rapportés ici révèlent que le stockage à la température ambiante non seulement ne nuit pas à la qualité de l'HE, mais augmente également de manière significative certains composants importants de l'indice, comme le l'kethymol et le carvacrol. Ces résultats pourraient être étendus au stockage des HE présentant les mêmes caractéristiques chimiques.</p> <p>En conclusion, le stockage des produits végétaux secondaires, en particulier les huiles essentielles, est un domaine de recherche intéressant qui nécessite des études supplémentaires sur différentes plantes aromatiques. Les huiles essentielles constituent de nombreux composants.</p>

Tableau 03 : Les effets de la température et de la durée de stockage sur la composition de l'huile essentielle de rose (*Rosa damascena* Mill) [57].

la plante et origine	<p>*fleure de rose (<i>Rosa damascena</i> Mill).</p> <p>*Les pétales de rose ont été cueillis à la main dans la ferme de roses (37 o 47 'de latitude nord, 30 o 30 de longitude est, 1 122 m d'altitude) situés à Isparta (Turquie) à tôt le matin (06h00) le 06 juin 2008.</p>
la période et la température de stockage et la méthode d'analyse	<p>* La température (0 ° C et 3 ° C) et durées (7, 14, 21 et 28 jours).</p> <p>*l'huile de rose a été analysée par GC/MS.</p>
Résultats	<p>Il a été déterminé que l'effet du stockage sur la teneur en huile n'était pas significatif alors que l'effet de la durée de stockage était significatif ($p \leq 0,01$).</p> <p>La teneur la plus élevée en huile essentielle a été obtenue à 0,043% des pétales distillés immédiatement après la récolte alors que la plus faible teneur en huile était obtenue à 0,022% des pétales conservés aux deux températures pendant 28 jours, respectivement. Le taux de citronellol, l'un des principaux composants de l'huile de rose, contenait 25,34% des pétales distillés immédiatement alors qu'il variait de 41,07 à 72,52% dans les pétales conservés à 0 ° C et à 3 ° C pendant 28 jours. Les taux de nérol et de géraniol dans les pétales immédiatement distillés ont été 14,30% et 33,02%, respectivement, alors qu'ils sont 2,68%, le montant de trace et la plage entre 0,43 et 6,74% dans les pétales stockés, respectivement. Les doses</p>

	<p>d'hexadécane, nonadécane, eicosane et méthyl eugenol dans les pétales distillés immédiatement étaient déterminé à être inférieur à ceux des pétales stockés.</p> <p>Les résultats optimaux en termes de la teneur en huile et les composants ont été obtenus à partir des pétales de rose distillés immédiatement après la récolte, ainsi que des pétales conservés à 0 ° C pendant 7 jours.</p>
Conclusion	<p>Les résultats de cette étude ont montré que la teneur en huile et la qualité de l'huile des pétales immédiatement après la récolte, étaient supérieurs à ceux des pétales conservés à différentes températures et durées. Il a été découvert que la teneur en huile ne variait pas en fonction des températures de stockage, mais la teneur en huile a considérablement diminué à mesure que le stockage durée accrue (en particulier après un stockage de 7 jours). Dans l'étude, il a été déterminé que le taux de citronellool dans les huiles obtenues à partir des pétales distillées immédiatement augmenté pendant le stockage alors que les taux de géraniol et de nérol ont diminué. L'optimum les résultats en termes de composants des huiles essentielles dans l'étude ont été détectés dans les huiles obtenues à partir des pétales distillés après la récolte. D'autre part, les résultats les plus proches au groupe témoin dans les pétales conservés à différentes températures et durées étaient obtenus à partir des pétales conservés à 0 ° C pendant 7 jours.</p> <p>Dans cette étude, les meilleurs résultats en termes de teneur en huile de rose et de qualité ont été obtenus des huiles des pétales distillés immédiatement. Néanmoins, les pétales sont empêchés d'être distillé immédiatement car la période de floraison de l'huile rose est courte, excessive quantité de pétales sont apportés aux usines dans un court laps de temps et ces pétales sont laissés pour un long temps sans être traité. Cette étude a indiqué que les cas négatifs mentionné peut être évité avec le stockage des pétales à 0°C pendant 7 jours</p>

Tableau 04 : Influence des méthodes d'emballage et la durée de stockage sur la composition d'huile essentielle de verveine citron (*Lippia citriodora Kunth*) [58].

<p>la plante et origine</p>	<p>*Feuilles fraîches de verveine citron (<i>Lippia citriodora Kunth.</i>) Utilisées dans cette la recherche ont été récoltés dans la serre du département de Horticulture, Université Tarbiat Modares (TMU), Iran.</p>
<p>la période et la température de stockage et la méthode d'analyse</p>	<p>*différentes méthodes de conditionnement (conditionnement à l'air, à l'azote ou sous vide) et pendant la période de stockage (0, 2, 4, 6 et 8 mois). * l'huile a été analysée par GC et GC / SM</p>
<p>Résultats</p>	<p>En prolongeant la durée de stockage dans tous les emballages méthodes, la teneur en HE était significativement réduite. Par exemple, HE le contenu dans les échantillons emballés à l'air et sous vide a diminué de 36,4 et 27,3%, respectivement, après 8 mois de stockage. La plus grande réduction dans la teneur en HE (45%) a été observée dans le traitement de contrôle. Emballage avec teneur en HE préservée dans l'azote meilleure que d'autres méthodes et méthodes. aucune différence significative n'a été observée en fonction de la durée De plus, nos résultats ont montré que l'a-pinène a été éliminé graduellement pendant le stockage dans toutes les méthodes de conditionnement, alors que le camphène est apparu à partir du quatrième mois et a ensuite augmenté. De l'autre camphène, qui n'a pas pu être détecté dans les premiers stades de stockage, n'a été détecté qu'à 4 mois de stockage dans tous les emballages méthodes. Par conséquent, le camphène peut être utile marqueur pour l'indication de la durée de conservation de L. citriodora. Similaire les résultats ont été observés par Topuz et Ozdemir (2004). Ils ont rapport éisodihydrocapsaïcine peut être utilisé pour</p>

Conclusion	<p>identifier le paprika (<i>Capsi cumannuum</i> L.) qui avait été stocké pendant plus de 6 mois parce que ce composé n'a été détecté qu'à partir de 6 mois de stockage.</p> <p>Les résultats ont montré que l'emballage de <i>L. citriodora</i> contient dès l'azote a conservé la plus forte teneur en OE au bout de 8 mois de stockage. Bien que les feuilles emballées sous vide aient conservé la plus haute quantité de citral pendant le stockage, la plus grande quantité de limonène et contenu souhaité de citral et de 1,8-cinéole ont été trouvés dans des feuilles emballées avec de l'azote. Cette étude a également montré que le camphène pouvait être utile marqueur pour l'indication de la durée de conservation de <i>L. citriodora</i>.</p>
-------------------	--

Tableau 05 : Influence de la présence d'eau sur la composition des principaux constituants des huiles essentielles de quatre plantes [59].

la plante et origine	<p>Palmarosa { <i>Cymbopogon martinii</i> (Roxb.) Wats. var. motia Burk. Famille: Poaceae}, Citronnelle { <i>Cymbopogon flexuosus</i> (Nees ex Steud) Wats. Famille: Poaceae}, citronnelle (<i>Cymbopogon winterianus</i> Jowitt. famille: Poaceae) et gomme parfumée au citron (<i>Eucalyptus citriodora</i> Crochet. Famille: Myrtaceae).</p>
la période et la température de stockage et la méthode	<p>Huiles essentielles fraîchement distillées, filtrées et séchées sur du sodium anhydre le sulfate a servi de témoin. Les traitements consistaient en une combinaison de deux volumes d'eau (10% et 20% en volume des huiles essentielles) et trois durées de stockage (1, 7 et 15 jours) avec de l'eau. Tous les traitements ont été répliqués trois fois (6 traitements + contrôle x</p>

<p>d'analyse</p>	<p>3 répétitions x 4 cultures = 84 échantillons.</p> <p>Des quantités proportionnées d'huiles essentielles et d'eau ont été mélangées, remplies à ras bord d'ambre bouteilles colorées, bien bouchées et conservées dans un endroit frais et sombre.</p> <p>ont été analysées chimiquement à l'aide d'un appareil Perkin Elmer GC.</p>
<p>Résultats</p>	<p>Palmarosa: Le géraniol total teneur (géraniol + acétate de géranyle) des échantillons testés était supérieur à 90,0%, la couleur (lumière jaune à jaune) et l'odeur (rosacée avec un arrière-plan herbacé) étaient conformes aux spécifications de la BRI signifiant la bonne qualité de tous les échantillons d'huiles essentielles indépendamment des traitements</p> <p>Il y avait petites diminutions du géraniol avec augmentation simultanée des pourcentages d'acétate de géranyl dans l'essenciel échantillons d'huile stockés dans l'eau pendant plus d'un jour par rapport au contrôle, mais ces différences n'étaient pas statistiquement significatives. Le linalol (%) n'a été affecté ni par la présence d'eau ni par en raison de la durée de stockage.</p> <p>Citronnelle: La couleur (jaune foncé à rouge brun clair) et le l'odeur (semblable au citron) de tous les échantillons testés était conforme aux spécifications BIS. Stocker l'essenciel Les échantillons d'huile en contact avec 20% d'eau pendant 7 et 15 jours ont entraîné des réductions marginales de moins de 75,0%, mais les différences entre les traitements étaient statistiquement au pair. Géraniol(%) ne sont pas affectés par les traitements.</p> <p>Citronella: Le citronellal de tous les échantillons expérimentaux était supérieur à 35,0%, la couleur (jaune pâle à clair) et l'odeur (agrumes herbacé avec nuance de rose) correspondait aux spécifications de la BRI indiquant la bonne qualité de tous les échantillons indépendamment des traitements. Semblable à deux autres <i>Cymbopogon</i> herbes aromatiques, les variations entre les traitements pour tous les principaux constituants de l'essenciel pétrole étaient statistiquement non significatifs.</p>

	<p>Gomme parfumée au citron: Dans la présente étude, le contenu en citronellal variait de 73,9 - 76,3% et le stockage de l'huile essentielle dans de l'eau pendant 1 à 15 jours a légèrement réduit le pourcentage avec augmentation concomitante de la concentration d'isopulégol dans ces traitements. Cependant, les augmentations et les diminutions d'isopulégol et de citronellal dans différents traitements n'étaient statistiquement pas significatives.</p> <p>De même, les variations des pourcentages de citronellol et de linalol entre les traitements étaient statistiquement au pair.</p>
Conclusion	<p>Nous avons consciemment choisi un grand volume d'eau étudié ses effets néfastes sur la composition en huiles essentielles pendant de courtes périodes de stockage. Les huiles essentielles sont commercialisées sur la base de leur odeur et de leur composition chimique. Les huiles essentielles fraîchement distillées de couleur et l'odeur conforme aux spécifications de la BRI et à la composition des principaux composants selon les besoins du marché et ces huiles essentielles ont été facilement acceptées sur le marché. La couleur et l'odeur des huiles essentielles dans différents traitements n'ont pas été affectée. Des variations ont été observées dans la composition des principaux constituants de certains traitements, mais ces différences ne sont pas statistiquement significatives. Sur la base des résultats, il est conclu que la présence d'eau dans l'essentiel des huiles sur de courtes périodes allant jusqu'à 15 jours n'auront probablement pas d'effet négatif sur la composition de la huiles essentielles</p>

II.14- Durée de vie des huiles essentielles

La durée limite d'utilisation est difficile à évaluer pour les Huiles Essentielles. La durée de vie d'une Huile Essentielle dépend aussi des conditions de stockage. Fermez bien le flacon d'Huile Essentielle et protégez-le de la lumière comme de la chaleur. Ainsi, elles se conservent de 3 à 5 ans.

Dans tous les cas se fier à la date indiquée sur le produit. Une Huile Essentielle est périmée dans les cas suivants: elle était fluide, elle est devenue visqueuse/ Son odeur a viré par rapport à son odeur typique/ Sa couleur est devenue plus sombre que sa couleur initiale [60].

Directives de Robert Tisserand:

Robert Tisserand fournit une règle simple à retenir pour déterminer la durée de conservation de vos huiles essentielles. Il recommande de stocker vos huiles essentielles dans le réfrigérateur et fonde ces consignes sur des soins appropriés et une conservation au froid (réduisez de moitié ces consignes pour les huiles non conservées au réfrigérateur):

- 1-2 ans: huiles essentielles d'agrumes, de néroli, de citronnelle, d'encens, d'arbre à thé, de pin et d'épinette, c'est-à-dire que les huiles contenant des monoterpènes, en particulier du limonène, sont plus sujettes à l'oxydation. Plus une huile contient de monoterpènes, plus sa durée de vie est courte. La plupart des huiles essentielles de zeste d'agrumes, à l'exception de la bergamote, consistent en 90% ou plus de monoterpènes, et sont donc des huiles Les huiles qui contiennent généralement plus de 80% de monoterpènes comprennent les huiles de racines d'Angélique, de cyprès, d'encens, de pin et d'épinette.
- 2-3 ans: la plupart des autres huiles essentielles, c'est-à-dire les huiles contenant un pourcentage plus élevé d'aldéhydes, d'oxydes, de monoterpénols, d'esters, d'éthers, de phénols ou de cétones.
- 4-8 ans: bois de santal, vétiver, patchouli, c'est-à-dire que les huiles contenant un pourcentage élevé de sesquiterpènes et / ou de sesquiterpénols ont la durée de conservation la plus longue. Bien que la qualité aromatique de ces huiles puisse s'améliorer avec le temps, leur qualité thérapeutique peut encore diminuer. Ainsi, à des fins thérapeutiques, il peut être judicieux Parmi les autres huiles contenant un pourcentage important de sesquiterpènes et / ou de sesquiterpénols, citons le baume Copaiba, le baume

Gurjun et la myrrhe. Certaines distillations de Cedarwood présentent des concentrations plus élevées en sesquiterpènes [61].

Partie II:

Partie expérimentale

Chapitre III:

Matérielles et méthodes

III.1- But d'étude

Notre travail a été réalisé dans laboratoire de génie chimie à l'université de Ghardaïa. L'objectif de notre travail est porté sur l'étude de contribution de l'influence de la durée de stockage sur quelques caractéristiques physico-chimique d'un HE. Cette phase a pour but d'extraire l'HE du *Cymbopogon schoenunthus* en utilisant méthode extraction par hydrodistillation.

Le schéma général adopté pour la réalisation de ce travail est résumé par la figure ci-dessous :

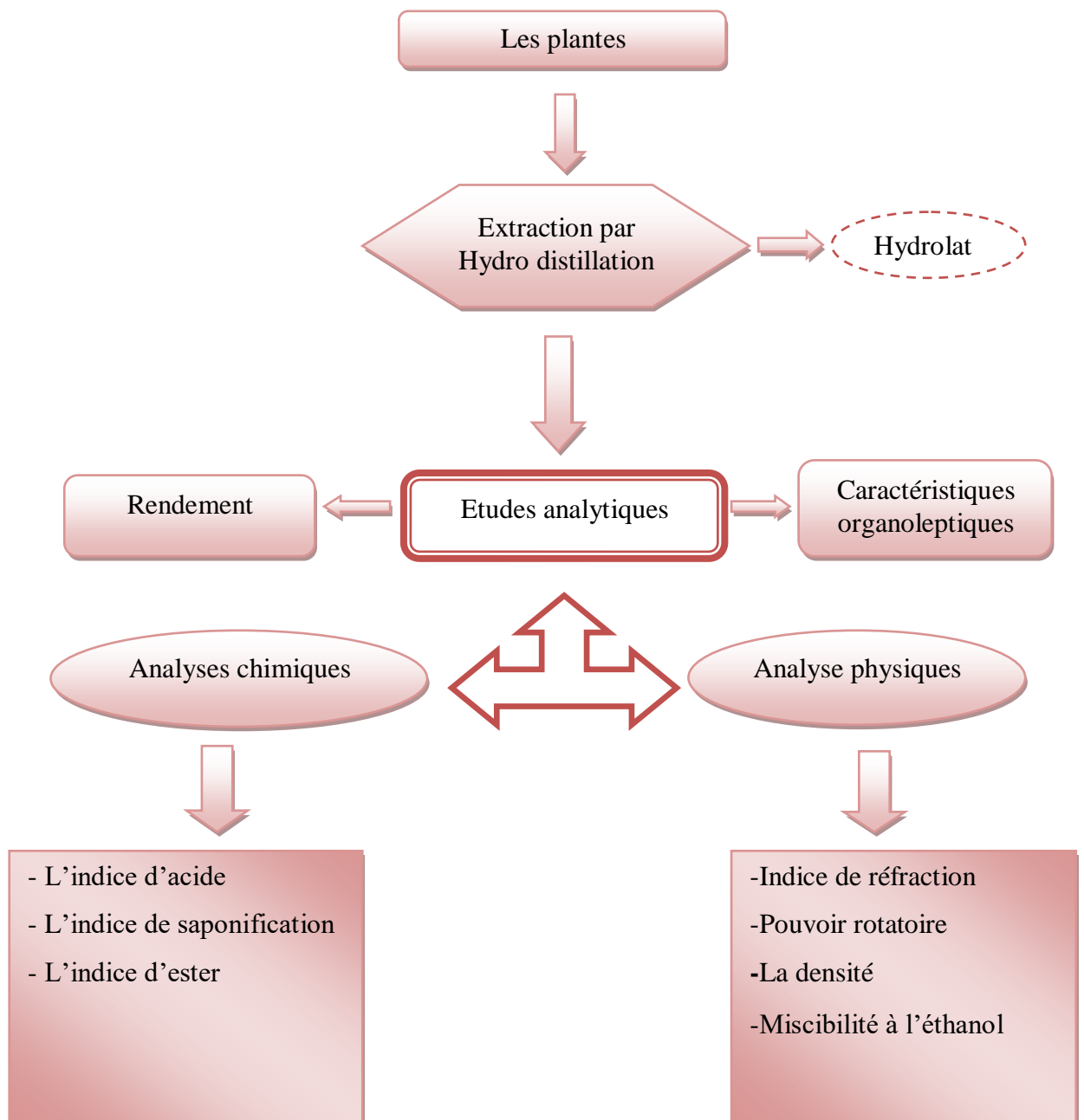


Fig 11: Plan général de la partie expérimentale

III.2- Matériel végétal

La partie aérienne d'espèce *Cymbopogon schoenunthus* de la plante a été stockée depuis l'année de 2014 et la nouvelle a été récolte en 2019 dans la région de Ghardaïa (sud de l'Algérie).



Fig 12: *Cymbopogon schoenunthus* sèches (photo originale)

III.3- Extraction des huiles essentielles

L'extraction de l'huile essentielle est effectuée par hydrodistillation au moyen d'un dispositif d'extraction type simple. L'opération consiste à introduire 150 g de masse végétale séchée dans un grand ballon de 2 litres, on y ajoute une quantité d'eau distillée correspondant à 2/3 du volume du ballon. L'opération d'extraction est réalisée en trois heures à partir du début d'ébullition. Enfin l'huile obtenue est conservée dans des flacons fumé et bien scellés à une température de 5°C, et pour éliminer les gouttes d'eaux on ajoute, une spatule de sulfate de magnésium anhydre: le sulfate anhydre capte les traces d'eau qui pourraient encore rester dans la phase organique (les huiles essentielles).

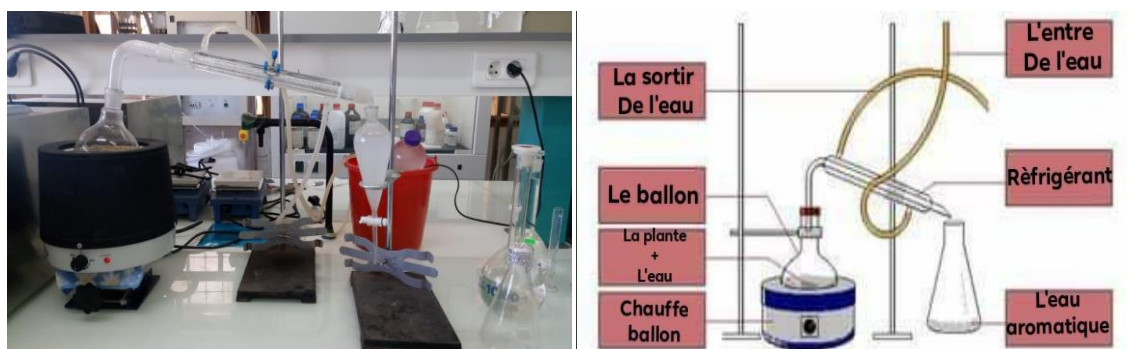


Fig 13: Montage d'extraction par Hydrodistillation.

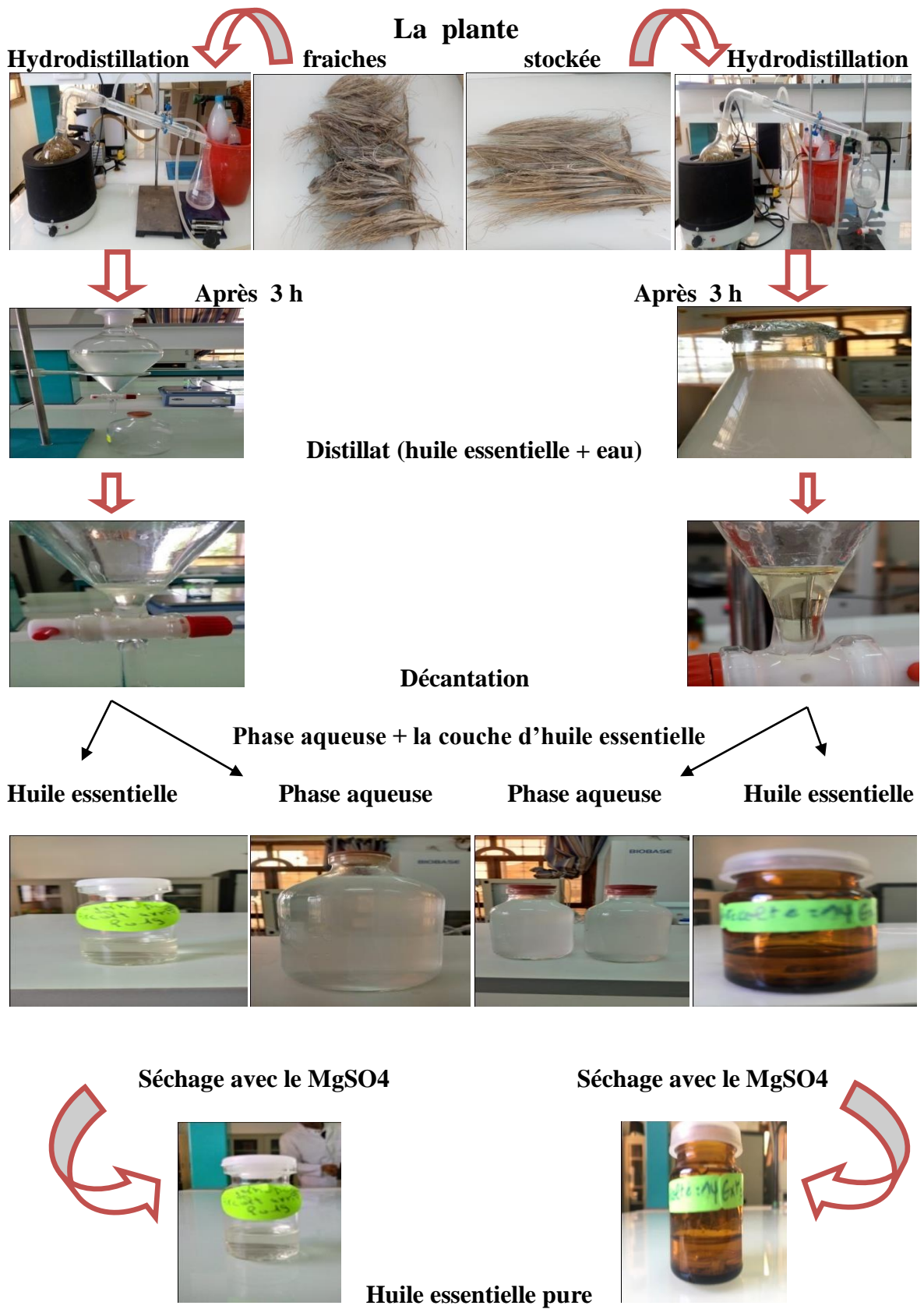


Fig 14: Protocole expérimentale utilisé pour l'obtention de l'HE de la plante *Cymbopogon schoenanthus*

III.4- Rendement d'extraction:

Selon la norme AFNOR (1986), le rendement en huile essentielle (RHE), est défini comme étant le rapport entre la masse d'HE obtenue après extraction (Me) et la masse de la matière végétale utilisée (Mv). Il est donné par la formule suivante:

$$R\% = \frac{Me}{Mv} \times 100$$

R%: Rendement en %.

Me : Masse d'huile essentielle extrait.

Mv : Masse de la matière végétale utilisée pour l'extraction.

Pour calculé le rendement on fait une extraction de 150 g de *Cymbopogon shoenanthus* avec 1.8 L d'eau dans l'alambic afin de l'extraction on obtient 0.5 g d'huile essentielle à la plante stockée et 0.75g à la plante fraiches.

On peut donc calculé le rendement à l'aide de la relation précédent.

III.5-Caractérisatiques physico-chimique des huiles essentielles :

III.5.1-Caractéristiques physiques :

III.5.1.1-Indice de réfraction:

- Protocole expérimentale :

La mesure de l'indice de réfraction de nos HE a été effectuée à l'aide d'un réfractomètre de marque ATAGO NAR-2T.

Nous avons opéré comme suit :

-Etalonner l'appareil à l'aide d'une substance d'indice de réfraction connu à la température fixée à 20°C ;

- -Etalonner l'appareil à l'aide d'une substance d'indice de réfraction connu à la température fixée à 20°C ;
- Nettoyer les prismes et déposer quelques gouttes d'HE entre les deux faces des prismes ;
- Regarder dans l'oculaire et tourner le bouton de réglage de l'indice de réfraction pour amener les zones sombres et éclairées au centre du réticule ;
- Noter la valeur de l'indice par l'échelle de lecture.

- Pour calculer l'indice de réfraction on utilise la formule suivant :

$$N_{20} = N_t + 0,00045 (T - 20^\circ\text{C})$$

N_{20} : indice à 20°C,

N_t : indice à la température ambiante ou de mesure

T : température ambiante ou de mesure



Fig 15: Réfractomètre

III.5.1.2- Pouvoir rotatoire

- Protocole expérimentale :

Afin d'évaluer les angles de rotation de nos essences nous avons utilisé un polarimètre de marque : BELLINGHAM +STANLEY MODEL D7. muni d'une cellule de 1 dm de longueur remplie d'une solution éthanoïque d'HE à raison de 0.20g pour chaque échantillon dans 100 ml de solvant (hexane).

L'angle de rotation observé est lu directement sur l'appareil permettant la détermination de la valeur du pouvoir rotatoire de nos essences.

- Pour calculer l'indice de Pouvoir rotatoire on utilise la formule suivant :

$$[\alpha]_D \simeq \frac{\alpha}{L \cdot c}$$

α : Valeur de l'angle de déviation de la lumière polarisée lue sur le polarimètre.

L : Longueur de la cellule exprimée en dm.

C : Concentration de la solution à examiner en g/ 100 ml.



Fig 16: Polarimètre

III.5.1.3-La densité

Pour définir la densité de notre huile on a supposé une méthode qui dépend sur la mesure de volume et la masse d'huile et on fait le rapport

La densité est calculée à l'aide de cette formule :

$$\rho = m / V$$

m = Masse d'huile

V = Volume d'huile

- Protocole expérimentale :

Balance sensible et une seringue de 5 ml propre et sèche.

Démarrer la balance et laisser le stabiliser en suite posé la seringue dans la balance et cliquer

Sur le bouton tare. On remplit la seringue d'huile jusqu'à 5 ml et mettre dans la balance

Pour mesurer leur poids, la masse de ce volume divisé sur le volume d'huile essentielle.

$$D_{20} = (\rho_{he} / \rho_{eau \text{ à } 20^{\circ}C}) + (0,00073 \times (\text{température de l'échantillon} - 20))$$

La densité d'huile g/ml à T=20 C°

III.5.1.4- Miscibilité à l'éthanol

- Protocole expérimentale :

V ml d'éthanol par fractions de 0.5ml ont été ajoutés, à l'aide d'une burette à 0.5ml d'HE.

Après chaque ajout, le mélange est agité. Quand la solution devient limpide, on note le volume d'éthanol additionné.

Nous avons employé de l'éthanol absolu pour nos essences.

III.5.2-Caractérisatiqués chimiques**III.5.2.1-Indice d'acide**

- Protocole expérimentale :

On introduit 0.5g de l'HE dans un bécher. On ajoute 5 ml d'éthanol 96% neutralisé et 5 gouttes au maximum d'indicateur, soit la solution de Phénolphtaléine.

Titrer le liquide avec la solution de KOH (0.1N) contenue dans la burette quelques secondes.

Après le virage de la couleur vers le rose, on arrête le titrage. Noter le volume de solution de KOH utilisé.

- Pour calculer l'indice d'acide on utilise la formule suivant :

$$I_a = 56,11 \times V \times C / m$$

Dans laquelle :

V : volume de la solution de KOH utilisée pour le titrage ;

C : concentration de la solution KOH ;

m : masse en g de la prise d'essai.

III.5.2.2- Indice de saponification

- Protocole expérimentale :
 - On prend 0.25g de l'échantillon pour essai. Introduire la prise d'essai dans le ballon, puis à l'aide d'une burette ajouter 15 ml de solution de KOH (0.5mole/l).
 - On place un réfrigérant ascendant et plonge l'ensemble dans un bain-marie, on chauffe jusqu'à ébullition pendant 30 min. On détermine la fin de la réaction de saponification

Lorsqu'on obtient une solution transparente et homogène (Absence de trace d'huile).

- Laisser refroidir le ballon et démontrer le réfrigérant.
- Ajouter 5 gouttes de solution de phénolphtaléine et titrer l'excès de KOH avec la solution

D'acide chlorhydrique à 0.5 mole/l.

- Parallèlement, dans un autre ballon, qui servira de témoin, les mêmes étapes de test sont réalisées sans l'ajout de l'huile essentielle.
- Pour calculer l'indice de saponification on utilise la formule suivant :

$$I_s = 28,05(V_0 - V_1) / m$$

Dans laquelle :

V₀ : volume en ml d'HCl pour le blanc ;

V₁ : volume en ml d'HCl pour la détermination ;

m : masse de la prise d'essai.

III.5.2.3-Indice d'ester

- Pour calculer l'indice d'ester on utilise la formule suivant :

$$I_e = I_s - I_a$$

Chapitre IV:

Résultats et discussion

Nous avons basé dans ce chapitre à l'interprétation des résultats de caractérisations physicochimiques de la plante de *Cymbopogon shoenanthus* L, afin de déterminer son rendement, avec les résultats des analyses physico-chimiques des plusieurs de cette plante au cas fraîche et stockée et sa huile essentielle fraîche et stockée échantillons qui en a prélevée au niveau de willaya de Ghardaïa.

Le but de notre travail et l'étude de l'influence de stockage de la plante de *Cymbopogon sheonanthus* et de l'huile essentielle extraite par la méthode d'hydrodistillation de cette plante sur les caractéristiques physicochimique et sur la durée de vie de ces substances huileuses.

L'interprétation des résultats sera présente sous forme des tableaux, nous comparons les tableaux avec les paramètres utilisés dans cette étude et avec les normes internationales.

IV.1- Rendement de l'extraction

Pour chaque échantillon, nous avons calculé le rendement de l'extraction, les résultats obtenus sont présentes dans le tableau suivant :

Tableau 6: Rendement des HEs extraites

Les échantillons	Rendement %
La plantes stockée	0.33
La plantes fraîches	0.5

Le tableau précédent (6) montre que le rendement de la plante d'extrction de *Cymbopogon sheonanthus* fraîche (0.5%) et un élevé que le rendement de la même plante stockée (0.33%) avec une grande déférence.

IV.2- Caractéristiques organoleptiques des huiles essentielles

Les paramètres organoleptiques de notre huile essentielle aspect, couleur, odeur sont résumé dans le tableau suivant:

Tableau 7: Caractéristiques organoleptiques des huiles essentielles de *C.shoenantus*.

	Aspect	Couleur	Odeur
La plante stockée	Liquide Mobile Limpide	Jaune clair	Aromatique (forte et caractéristique)
La plante fraîche	Liquide Mobile Limpide	jaune très pâle à transparent	Aromatique (forte et caractéristique)
L'huile stockée	Liquide Mobile Limpide	Jaune clair	Aromatique (forte et caractéristique)

Chaque huile, a des propriétés organoleptiques caractéristiques (odeur, couleur et goût). A la température ambiante, les huiles extraites sont liquides, D'après le tableau (7) présentée au-dessus on observe le colleur de la plantes et l'huile stockée de *Cymbopogon shoenantus* Jaune clair, jaune très pâle à transparent pour la plantes de *Cymbopogon shoenantus* fraîches l'odeur est très forte aromatique, toutes les huiles restent liquides.

IV.3- Caractérisation des huiles essentielles

IV.3.1-Caractéristiques physiques

Les résultats de la détermination des caractéristiques physiques des huiles essentielles obtenues par hydro distillation sont consignés dans le **Tableau(8)**. **Tableau 8:** Caractéristiques physiques des huiles essentielles de *C.shoenantus*.

	La plante stockée	La plante fraîche
Indice de réfraction	1.4992	1.5112
Pouvoir rotatoire (α)	-3	-3
La densité	0.9	0.80219
Miscibilité à l'éthanol	0.5V/5.5V d'EtOH	0.5V/0.6V d'EtOH

Le tableau (8) indique les résultats de l'indice de réfraction de la plante stockée (1.4992) et l'indice de réfraction de la plante fraîche (1.5112) avec une diminution très simple à l'effet de stockage.

La valeur de l'indice de pouvoir rotatoire de la plante stockée (α) et la plante fraîche reste peut être constante à (-3).

Le volume d'ETHOH qui permet de miscible (0.5V) d'extrait de la plante *Cymbopogon shoenanthus* stockée est de (5.5 V) par contre l'huile essentielle de la plante fraîches besoin de (0.6V) pour même volume d'extrait on remarque une grande déférence de volume.

IV.3.2- Caractéristiques chimiques

Les résultats de la détermination des caractéristiques chimiques des huiles essentielles obtenues par hydro distillation sont consignés dans le Tableau 9.

Tableau 9:Caractéristiques chimiques des huiles essentielles de *C.shoenanthus*.

	La plante stockée	La plante fraîche
L'indice d'acide	3.36	2.24
l'indice d'ester	41.52	31.42
l'indice de saponification	44.88	33.66

Le tableau (9) résume les résultats enregistrés sur :

1. la décroissance de la valeur d'indice d'acide entre (3.36) pour la plante stockée et (2.24) de la plante fraîche.
2. la décroissance de d'indice d'ester entre la plante stockée à valeur de (41.52) et la plante fraîche à valeur de (31.42).
3. on remarque que l'indice de saponification diminue avec une grande valeur, (44.88) c'est la valeur de la plante stockée et (33.66) pour la plante fraîche

IV.3.3- Caractéristiques physicochimiques

Les résultats de la détermination des caractéristiques physico chimiques des huiles essentielles stockées depuis l'année de 2013 et 2014 obtenues par hydro distillation sont consignés dans le Tableau (10).

Tableau 10: Caractéristiques physicochimiques des HEs fraîches et stockées de *C. shoenanthus*

huiles extraites	La plante fraîche	HE stockée depuis 2013		HE stockée depuis 2014	
		2013 [62].	2019	2014 [62].	2019
Année de l'indice	2019	2013 [62].	2019	2014 [62].	2019
l'indice de réfraction	1.5112	1.48269	1.4803	1.48169	1.4878
Pouvoir rotatoire	-3	+95.709571	-2.3	+85.301550	+3
La densité	0.8021	0.867 ±0.069	0.7815	0.7810 ±0.0377	0.8015
Miscibilité à l'éthanol	0.5V/0.6V d'EtOH	–	0.5V/2V d'EtOH	–	0.5V/6.5V d'EtOH
L'indice d'acide	2.24	–	3.36	–	2.24

Le tableau (10) présente les résultats des analyses physico-chimiques (l'indice de réfraction, le pouvoir rotatoire, la densité, la miscibilité à l'ETOH et d'indice d'acide) d'huile essentielle de *Cymbopogon sheonanthus* (fraîche et stockée depuis 2013 et 2014). Les résultats de l'HE fraîche ont été comparés par les résultats des HE stockées (2013 et 2014) de Hellali (2017), la lecture des résultats du tableau 10 indique que :

- L'indice de réfraction : on remarque que l'HE fraîche a un indice de réfraction le plus important par rapport les HE stockée et les HE extraite à partir les plantes stockées.
- le pouvoir rotatoire : Les résultats restent sans explication
- la densité d'HE stockées augmente avec la durée de stockage et ceci est dû à la perte de quelques composés Légers tels que les monoterpènes

- Les indices chimiques (la miscibilité à l'éthanol et l'indice d'acide d'HE) augmentent avec la durée de stockage

Généralement on peut dire que la différence des résultats (Ir, la densité, la miscibilité à l'éthanol et l'indice d'acide) est dû à la différence de la composition chimique de l'HE, mais ces résultats restent conformés par les analyses chromatographiques en phase gazeuse (CPG), pour voir la différence en composition chimique pour chaque échantillon.

Conclusion générale

Conclusion générale

Les plantes médicinales et aromatiques ont prouvé leur efficacité dans plusieurs domaines, l'industrie agroalimentaire, la parfumerie, cosmétique et pharmaceutique.

Les huiles essentielles sont des substances chimique à des propriétés physicochimiques dépend de leur composition chimiques.

Le but de ce travail est l'étude de l'influence de la période de stockage de la plantes et leurs huiles essentielles sur la qualité et la composition d'HE de l'espèce *Cymbopogon sheoanthus* de la région de Ghardaïa.

L'HE a été extrait par un montage d'hydrodistillation, le meilleur rendement en He est obtenu par la plante fraîche avec un rendement de 0.5% par rapport à la plante stockée (0.33%), donc le stockage à l'effet négatif sur ce dernier.

Les résultats obtenus montrent que les huiles essentielles de *Cymbopogon sheoanthus* obtenue par hydrodistillation et dont les Propriétés organoleptiques et les propriétés physico-chimique tel que l'indice de réfraction, le pouvoir rotatoire, la densité et la miscibilité à l'éthanol et le propriétés chimiques tel que l'indice d'acide , l'indice d'ester et l'indice de saponification .

Les caractéristiques organoleptiques (odeur et couleur) se change à cause de la durée de conservation d'huile essentielles d'un taux négligeable, on remarquant un petit changement de couleur, l'aspect et l'odeur restent stables.

La durée de stockage de la plante *Cymbopogon sheoanthus* affecte sur les caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles extraites à cette manière :

- L'indice de réfraction de la plante fraîche ($n_D = 1.5112$) est supérieur à l' n_D de la plante stockée 1.4992, ce dernier est le changement de direction de la lumière au passage d'un milieu à un autre on concluse que le stockage à l'effet négatif sur la pureté des huiles aromatiques
- La stabilisation de l'indice de pouvoir rotatoire à (-3) donc la HE conserve leur Propriété des ondes électromagnétiques.
- L'augmentation de la densité de l'HE avec le stockage de l'huile ou bien le stockage de la plante.

Conclusion générale

La durée de stockage de l'HE de *C. sheoanthus* a influé sur les caractéristiques physico-chimiques comme suite:

- L'indice de réfraction des HE diminue avec la durée de stockage
- La densité d'HE augmente avec la durée de stockage
- Les indices chimiques (la miscibilité à l'éthanol et l'indice d'acide d'HE) augmentent avec la durée de stockage

Enfin, nos résultats indiquent que la durée de stockage des plantes aromatiques et médicinales et le stockage des huiles essentielles extraites par l'hydrodistillation ont un effet très important sur les caractéristiques physico-chimiques.

Références bibliographiques

Références bibliographique

- [01]. Bey et sonne, (2018). Composition chimique, activités anti oxydantes et antifongiques des huiles essentielles de deux espèces végétales du genre *Artemisia*: *A. herba alba* et *A. campestris*. Université Amar thelidji (laghouat).
- [02]. kar a ; 2007; Pharmacognosy and Pharmabiotechnologie; Ed 2: New Age International Publishers.
- [03]. Labiod Ryma, (2016). Valorisation des huiles essentielles et des extraits de *Saturejacalaminthanepeta* : activité antibactérienne, activité antioxydante et activité fongicide. Université badji mokhtar (annaba).
- [04]. Robin deschepper, (2015). faculté de pharmacie mix Marseille (France). Variabilité de la composition des huiles essentielles et intérêt de la notion de chémotype en aromathérapie.
- [05]. Abert Vian M, Fernandez x, Visinoni F, and chemat F, 2008- Microwave Hydro diffusion and gravity, a new technique for extraction of essential oil. Journal of Chromatography Food Engineering, 90(3), 409-413.
- [06]. Charpentier, Guide de préparateur pharmacie, Ed, Masson, Paris France 1998 ; pp1068-1071,1242.
- [07]. Jean-Christophe tardivon et Chadouli si-MohaMed, (2012). Les plantes aromatiques et médicinales Un exemple de développement humain au Maroc la coopérative féminine de Ben Karrich. (Tétouan).
- [08]. Mohamed Sambourou Diallo, (1995). Biologie et écologie de *Cymbopogon Schoenanthus (L.) Spreng* dans la zone soudanienne du Burkina Faso. Cas de Bondoukou (province du mouhoun). Université d'Ouagadougou (Borkina Faso).
- [09]. Alfa keitadjibo, (2000). Analyses des huiles essentielles de quelques plantes de flore appartenant aux familles des lamiaceae et des poaceae. Université d'Ouagadougou (Borkina Faso).
- [10]. Koffi ApetiGbogbo, KomlanBatawila, KouassiAnani, Mireille Prince-David, MessanviGbéasor, Philippe Bouchet, Koffi Akpagana, (2006) .Activité antifongique des huiles essentielles de *Ocimum basilicum L.* (Lamiaceae) et *Cymbopogon Schoenanthus (L.) Spreng.* (Poaceae) sur des micromycètes influençant la germination du Maïs et du Niébé.
- [11]. Hellali Naima, (2007). Evaluation de quelques modes d'extraction en fonction de la composition chimique dans la plante *Cymbopogon Schoenanthus (L.)* de la région de Illizi Université Kasbi Merbah (Ouargla).

Références bibliographique

- [12]. Kesbi Amrane, (2001). Etude des propriétés physico chimique et évaluation l'activité biologique des huiles essentielles D'eucalyptus Globuls Dans la région de (ouargla). Université Kasbi Merbah (Ouargla).
- [13]. Yahyaoui (2005). Extraction, analyse et évaluation de l'effet insecticide des huiles essentielles de *Menthe Spicata L* sur *Rhyzoperlhudominicu (F.)*(Coleoptera, Bostrychidae) et *Triboniumconfusm* (Duv.) (Coleoptera, Tenebrionidae).Thèse de Magister en sciences agronomiques, option Ecologie.INA. (El-Harrach).
- [14]. ATTOU Amina, (2017). Détermination de la Composition Chimique des Huiles Essentielles de Quatre Plantes Aromatiques de l'Ouest Algérien (Région d'Ain Témouchent) Etude de Leurs Activités Antioxydante et Antimicrobienne, thèse de Doctorat en Biologie, Université Abou Bekr Bellkaid Tlemcen.
- [15]. LAbboub Asma, (2017) .Etude Comparative de la composition chimique et l'activité biologique des huiles essentielles d'une espèce d'*Artemisia L* de la région de Laghouat. Université d'Ammar Thelidji (Laghouat).
- [16]. Achour Aoul Sihem, (2014). Criblage phytochimique, activité antioxydante et antibactérienne de la *Cynoglossum Cheirifolium* (oued nineeljadienne).Université Abou Bekr Belkaid de (Tlemcen).
- [17].Kramer S.N, (1994). L'histoire commence à Sumer. Éditions Flammarion, 316 pages.
- [18]. Bruneton J, (2009). Pharmacognosie : Phytochimie, plantes médicinales, 4ème édition de médicales internationales (Tec et Doc). (Paris).
- [19]. Abdoul Dorosso SAMATE, (2002). Compositions Chimique d'huile essentielle extraites de plantes Aromatiques de la Zone Sol Danienne Du Borkina Faso : Valorisation. Université d'Ouagadougou (Borkina Faso).
- [20]. Porter, 2001 ; Guignard et *al.* 2004
- [21]. Chacou M, et Bassou K, Efficacité antibactériennes et antifongiques des huiles essentielles obtenues par extraction de la menthe verte *Mentha Spicata*Lisdue de la région de Ouargla sur quelques germes pathogènes: *E. coli*, *Pseudomonasaeruginosa*, *Staphylococcus aureus*, *Bacillus subtiluis* et *Candida albicans*. Mémoire de DES microbiologie. Université de Kasdi Merbah Ouargla, (2007).p.1427
- [22]. KHIREDDINE Hamida Comprimés de poudre de dattes comme support universel Des principes actifs de quelques plantes médicinales d'Algérie. Mémoire de Magister, Faculté des Sciences de l'Ingénieur, Boumerdes, 2013.)

Références bibliographique

- [23].LAIB Imène (2011). Etude des activités antioxydante et antifongique de l'huile essentielle des fleurs sèches de *Lavandula officinalis* sur les moisissures des légumes secs. Université mentouri constantine.
- [24].M. Bouguerra Ali,(2012).Etude des activités biologiques de l'huile essentielle extraite des graines de *Foeniculum vulgare* Mill. En vue de son utilisation comme conservateur alimentaire. Université Mentouri Constantine.
- [25].PIOCHON, M,(2008). Etude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore Laurentienne: composition chimique, activités pharmacologiques et hémi-synthèse. Université du Québec à Chicoutimi, Canada.
- [26]. Ben Cheikh Salah Eddine, (2017), Etude de L'activité des huiles essentielles de la plante *Teucrium Poliumssp Eurasianum Labiatae*. Thèse De Doctorat, Université Kasbi Merbah (Ouargla).
- [27].Hellal. Z,(2011). Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et antioxydants de certaines huiles essentielles extraites des Citrus. Application sur la sardine (*Sardina pilchardus*), Magister en BIOLOGIE Option : Biochimie Appliquée et Biotechnologies, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. p 8, 9, 10,12.112
- [28].Wang et a, (2006).Characterization of antioxidant and antimicrobial compounds of cinnamon and ginger essential oils. African Journal of Biochemistry Research Vol.
- [29].Lardry J.M. et Haberkorn V., 2007, Les HuilesEssentielles :principesd'utilisation, Kinesitherapy Reviews 61, p: 18-23.
- [30].Brian M.L, (1995) .The isolation of aromatic materials from plant products, R.J. Reynolds Tobacco Company, Winston- Salem(USA), p.57-148
- [31]. Baudoux D., Breda M., Zhiri A., (2012). Aromathérapie scientifique : Huiles essentielles chémotypées. 1e éd. Belgique : J.O.M, 98 pages.
- [32].Roux D., (2011), Conseil en aromathérapie. 2e éd. Pays-Bas : Pro-Officina, 187 pages.
- [33]. Keville K. et Green M., 1995, Aromatherapy: A complete guide to healing art, Ed 1: The Crossing Press; p: 120-140
- [34]. Baysal T. et Starmans D.A.J., 1999, Supercritical Carbon Dioxide Extraction of Carvone and Lionene from Caraway Seeds, Journal of Supercritical Fluids 14, p: 225-234
- [35]. Lamamra Mebarka, (2018). Activités biologiques et composition chimique essentielles d'*Ammiopsis arisidis* Coss. (Syn. *Daucus artidis* Coss.) et d'*Achillea santolinoides* Lag. Diplôme de Doctorat, Université Ferhat Abbas Sétif 1.
- [36].DEHOFFMAN E., CHARETTE J. et STROOBANT V. (1994), Spectrométrie de masse, Masson, Paris, 341 p

Références bibliographique

- [37]. Fernandez et Chemat, (2012). Les huiles essentielles comme ingrédients pour une chimie « verte ». In: Fernandez, Chemat (Eds) : La chimie des huiles essentielles.
- [38]. Teisseire, P.J., *Chimie des substances odorantes*. 1991: Technique et documentation-Lavoisier.
- [39]. TALEB-TOUDERT Karima, extraction et caractérisation des huiles essentielles de dix plantes aromatiques provenant de la région Kabylie, mémoire de docteur, biologie animale et végétale, Université MOULOUD MAMMERI de Tizi-Ouzou, (2015), p 27-28-29.
- [40]. OUIS Naouel, (2015). étude chimique et biologique des huiles essentielles de coriandre, de fenouil et de persil, mémoire de doctorat, chimie organique, Université d'Oran 1, p 19,37.
- [41]. BELARBI. F, Contribution à l'étude photochimique et l'évaluation du pouvoir antioxydant des grains du figuier de barbarie (*Opuntia ficus-indica*) de la région de Tlemcen, Master en biologie, sciences des aliments, Université Aboubekr Belkaid Tlemcen, (2010), p 44.
- [42]. Hamadou et Touki, (2017). Extraction, Caractérisation des huiles essentielles des épices : Girofle, Poivre Noir. Université Kasbi Merbah (Ouargla).
- [43]. RICHARD H. et LOO A. (1992), Nature, Origine et Propriétés des Epices et des Aromates Bruts: in RICHARD H., Aromates & épices, Tec. & Doc. Lavoisier, Paris, p. 17-69 et p. 213238.
- [44]. DETHIER M., NDUWMANA A., CORDIER Y., MENUT C and LAMATY G. (1994), Aromatic Plants of Tropical Central Africa. XVI. Studies on essential oil of five Eucalyptus Species grown in Burundi. *J. Essent. Oil Res.*, 6, p. 469- 473.
- [45]. PELLECUER J. (1982), De la plante vers le médicament: Plantes médicinales et médecine populaire en Bas Languedoc, Document édité par l'ODAC, supplément à études sur l'Hérault, 13 (3), p. 29-35.
- [46]. SAMATE, D.A. (2001). Composition chimique d'huiles essentielles extraites de plantes aromatiques de la zone soudanaise du Burkina Faso : Valorisation. , Ouagadougou, Burkina Faso.
- [47]. Catherine Desmares, Anne Laurent, Céline Delerme. (2008), Contribution pour l'évaluation de la sécurité des produits cosmétiques contenant des huiles essentielles, Département de l'évaluation des produits cosmétiques, biocides et de tatouage.
- [48]. Sophie Courtial, (2005). Précis d'aromathérapie vétérinaire à l'usage des pharmaciens d'officine, Diplôme de Docteur en Pharmacie. Université de Nantes.

Références bibliographique

- [49]. E. W. Hend, M. E. Ibrahim and M. A. Mohamed, (2017). Effect of Post Harvest Storage on the Oil Constituents of *Laurus Nobilis* L. Plant, Journal of Materials and Environmental Sciences 2028; 2508
- [50]. Vahid Rowshana, Atefeh Bahmanzadegan, Mohammad Jamal Saharkhiz. (2013), Influence of storage conditions on the essential oil composition of *Thymus daenensis* Celak, journal homepage: www.elsevier.com/locate/indcrop.
- [51]. Jean-Pierre Noudogbessi¹, Dansou Kossou², Dominique C. K. Sohounhloué¹.(2008). Composition Chimique et Propriétés Physico-Chimiques des Huiles Essentielles de *Pimenta racemosa* (Miller) et de *Chromolaena odorata* (L. Robinson) Acclimatées au Bénin.
- [52]. Mohammad-Taghi Ebadi. Fatemeh Sefidkon. Majid Azizi. Noorollah Ahmadi, (2016). Packaging methods and storage duration affect essential oil content and composition of lemon verbena (*Lippia citriodora* Kunth.), food science & nutrition
- [53]. Catherine Desmares, Anne Laurent, Céline Delerme. (2008), Contribution pour l'évaluation de la sécurité des produits cosmétiques contenant des huiles essentielles, Département de l'évaluation des produits cosmétiques, biocides et de tatouage.
- [54]. Sophie Courtial, (2005). Précis d'aromathérapie vétérinaire à l'usage des pharmaciens d'officine, Diplôme de Docteur en Pharmacie. Université de Nantes.
- [55]. E. W. Hend, M. E. Ibrahim and M. A. Mohamed, (2017). Effect of Post Harvest Storage on the Oil Constituents of *Laurus Nobilis* L. Plant, Journal of Materials and Environmental Sciences 2028;2508
- [56]. Vahid Rowshana, Atefeh Bahmanzadegan, Mohammad Jamal Saharkhiz. (2013), Influence of storage conditions on the essential oil composition of *Thymus daenensis* Celak, journal homepage: www.elsevier.com/locate/indcrop.
- [57]. Soner Kazaz. Sabri Erbas. H. Baydar, (2009). The effects of storage temperature and duration on essential oil content and composition oil rose (*Rosa damascena* Mill.), Journal of Field Crops · January 2009.
- [58]. Mohammad-Taghi Ebadi. Fatemeh Sefidkon. Majid Azizi. Noorollah Ahmadi, (2016). Packaging methods and storage duration affect essential oil content and composition of lemon verbena (*Lippia citriodora* Kunth.), food science & nutrition
- [59]. B.R. Rajeswara Rao, D.K. Rajput and R.P. Patel, (2011), Storage of Essential Oils: Influence of Presence of Water for Short Periods on the Composition of Major Constituents of the Essential Oils of Four Economically Important Aromatic Crops. Journal of Essential Oil Bearing Plants. 0972-060

Références bibliographique

[60]. Inouye, S,(2003).*Laborator yevaluation of gaseous essential oils (part 1)*. International Journal of Aromatherapy.p 132, 95-107

[61]. "[Lemon On The Rocks: Keep Your Essential Oils Cool](https://roberttisserand.com/2013/07/lemon-on-the-rockskeep-your-essential-oils-cool/)" (Robert Tisserand, 2013).
<https://roberttisserand.com/2013/07/lemon-on-the-rockskeep-your-essential-oils-cool/>.

[62]. HELLALI Naima,(2017). Caractérisation physico-chimique et phytochimique des huiles essentielles de quelques plantes des familles de Poacées, Lamiacées et Astéracées, utilisées en médecine traditionnelle dans la région d'ILLIZI. université de Kasdi Merbah .Ouargla.