



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 :

Chaima RAOUDI

Ikram KRAMI

Thème

Contribution à l'étude de l'influence de la période de récolte sur quelques caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles de *Pituranthos scoparius* et d'*Artemisia herba alba*

Soutenu publiquement le 26 /06/ 2019

Devant le jury :

Mr. Abdellah KEMASSI	MCA	Université de Ghardaïa	Président
Mr. Ilyesse BABA ARBI	MAA	Université de Ghardaïa	Examineur
Mr. Youcef ADAMOU	MAA	Université de Ghardaïa	Examineur
M^{lle}. Naima HELLALI	MCB	Université de Ghardaïa	Encadreur

Année universitaire 2018/2019



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 :

Chaima RAOUDI

Ikram KRAMI

Thème

Contribution à l'étude de l'influence de la période de récolte sur quelques caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles de *Pituranthos scoparius* et d'*Artemisia herba alba*

Soutenu publiquement le 26 /06/ 2019

Devant le jury :

Mr. Abdellah KEMASSI	MCA	Université de Ghardaïa	Président
Mr. Ilyesse BABA ARBI	MAA	Université de Ghardaïa	Examineur
Mr. Youcef ADAMOU	MAA	Université de Ghardaïa	Examineur
M^{lle}. Naima HELLALI	MCB	Université de Ghardaïa	Encadreur

Année universitaire 2018/2019

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à mes très chers parents qui m'ont soutenu moralement, pour leur amour et leur support continu, merci d'être là pour moi tout au long de mes études.

À mes très chers frères, sœurs et toute la famille.

À ma Binôme qui a partagée avec moi les moments difficiles de ce travail et sa famille.

À tous mes amis et camarades qui me connaissent sans exception.

À tous les personnes qui sont aidées moi dans ce travail.

À ceux qui m'ont encouragé et soutenu dans mes moments les plus

Difficiles.

À tous ceux qui me sont chers

CHAIMA

Dédicace

A mes très chers parents pour leurs dévouement, leurs amours leurs sacrifices et leurs encouragement tout au long de mes études, Que dieu leur procure bonne santé et longue vie.

Aux personnes dont j'ai bien aimé la présence dans ce jour, à mon cher frère Charaf Eddine et mes sœurs Khadidja et Douaa, en témoignage de l'attachement, de l'amour et de l'affection que je porte pour vous.

A mes chers et adorable cousines Chahrazad, Amina et Wafa

A toute la famille KRAMI et RIGHI. Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce projet soit possible, je vous dis merci d'être toujours là pour moi.

IKRAM



Remerciements

Tout d'abord, nous remercions « Dieu » qui nous a aidés et nous a données le courage et l'ambition pour réaliser ce travail modeste.

Nous remercier M^{lle} HELLALI N pour son précieuse aide, son orientation et le temps qu'elle nous a accordé pour notre encadrement.

Nous avons l'honneur et le plaisir d'exprimer notre profonde gratitude et nos sincères remerciements à tous les membres de l'équipe de laboratoires de Génie procédé et de chimie pour leur accueil, leur sympathie ainsi que leurs aides comme ils ont été présentés à tout moment que nous avons besoin pour eux.

Je remercie les membres de jury, chacun à son nom, d'accepter de juger notre travail, sans oublier tous les enseignants du département de génie des procédés.

Et tous les étudiants de génie des procédés sans exception.

Toutes les personnes qui nous ont participé de près ou de Loin à la réalisation de ce Travail.

Un grand merci à tous.



Chaïma et Ikram

Résumé :

L'objectif de cette étude est d'évaluer l'effet de la période de récolte sur les propriétés physiques et chimiques des huiles essentielles extraites de *Pituranthos scoparius* et *d'Artemisia herba alba* par l'hydrodistillation. La quantité d'huile obtenue étant très faible, nous n'avons pas pu étudier toutes les propriétés, à l'exception de propriétés physiques telles que la densité, l'indice de réfraction, le pouvoir rotatoire et la miscibilité à l'éthanol, ainsi que l'analyse par chromatographie en phase gazeuse. Nous avons donc utilisé les résultats d'autres études dans différents pays du monde. Les résultats obtenus dans différentes régions, époques et plantes, ainsi que les résultats de nos recherches, ont montré que la période de récolte influait davantage sur la quantité et la teneur en huile extraite que sur ses propriétés physiques.

Mots clés :

Hydrodistillation, Huiles essentielles, *Pituranthos scoparius*, *Artemisia herba alba*, périodes de récolte, les propriétés physico-chimiques.

المخلص:

تهدف هذه الدراسة إلى تقييم تأثير فترة الحصاد على الخصائص الفيزيائية والكيميائية للزيوت الأساسية المستخرجة من نبات القزاح (*Pituranthos scoparius*) و الشيح (*Artemisia herba alba*) عن طريق الاستخلاص بالتقطير المائي . كانت كمية الزيوت التي تم الحصول عليها منخفضة للغاية ، لذلك لم تتمكن من القيام بدراسة جميع الخصائص ما عدا بعض الخصائص الفيزيائية كالكتافة، معامل الانكسار، قوة الدوران وقابلية الامتزاج مع الايثانول، بالإضافة الى تحليل كروماتوغرافيا الغاز. لذلك قمنا بالاستعانة بنتائج دراسات اخرى في مختلف بلدان العالم . أظهرت هذه النتائج المتحصل عليها من مناطق وأوقات ونباتات مختلفة بالإضافة الى نتائج بحثنا أن فترة الحصاد تؤثر على كمية ومحتوى الزيت المستخرج بشكل اكبر من تأثيرها على الخصائص الفيزيائية.

الكلمات المفتاحية:

استخراج، الزيوت الأساسية، *Pituranthos scoparius* ، *Artemisia herba alba* ، فترة الحصاد ، الخصائص الفيزيائية والكيميائية.

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
Tableau 01	Résultats des études concernées l'influence de la période de récolte sur des HE extrait par des différentes plantes de différentes régions	25
Tableau 02	Période de récolte et d'extraction	43
Tableau 03	Quantités d'HE obtenues	47
Tableau 04	Rendements obtenus	47
Tableau 05	Propriétés organoleptiques des HE obtenues	48
Tableau 06	Quelques indices physiques d'HE de <i>P. scoparius</i>	50
Tableau 07	Quelques indices physiques d'HE d' <i>A. herba alba</i>	50

Liste des figures

Figure	Titre	Page
Figure 01	Structure de l'unité isoprénique	06
Figure 02	Exemples des quelques monoterpènes	07
Figure 03	Exemples des quelques sesquiterpènes	08
Figure 04	Exemples de structures de composés aromatiques	08
Figure 05	Appareillage utilisé pendant l'hydrodistillation d'huile essentielle	12
Figure 06	Montage de l'entraînement à la vapeur d'eau	13
Figure 07	Partie aériennes des plantes mentionnées dans le tableau des résultats des études	30
Figure 08	Partie aérienne de <i>Pituranthos scoparius</i>	33
Figure 09	Fleures de la plante <i>Pituranthos scoparius</i>	34
Figure 10	Photo original de partie aérienne de l' <i>Artemisia herba alba</i>	37
Figure 11	Schéma général de la procédure expérimentale	42
Figure 12	Photo original de montage d'hydrodistillation utilisé	43
Figure 13	Décantation	45
Figure 14	l'HE d' <i>Artemisia herba alba</i> obtenue après l'hydrodistillation et la décantation.	45
Figure 15	Polarimètre	49
Figure 16	Réfractomètre	49
Figure 17	Liquide limpide obtenu de l'essai de miscibilité à l'EtOH	49
Figure 18	Chromatogramme d'HE de <i>P. scoparius</i> obtenu de 1 ^{ère} récolte	51
Figure 19	Chromatogramme d'HE de <i>P. scoparius</i> obtenu de 3 ^{ème} récolte	51
Figure 20	Chromatogramme d'HE d' <i>A. herba alba</i> obtenu de 1 ^{ère} récolte	52
Figure 21	Chromatogramme d'HE d' <i>A. herba alba</i> obtenu de 3 ^{ème} récolte	52

Liste des abréviations

AFNOR : Association Française de Normalisation

CCM : Chromatographie sur couche mince

CG /SM : Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

CPG : Chromatographie en phase gazeuse

HE : Huile Essentielle

HPLC : Chromatographie en phase liquide à haute performance

I_a : Indice d'acide

I_c : Indice de carbonyle

I_e : Indice d'ester

I_I : Indice d'iode

I_r : Indice de réfraction

I_s : Indice de saponification

MS : Matière sèche

PAR : Rayonnement actif phytosynthétique

PEME : Phényléthyl méthyl éther

Qtté : Quantité

Re : Rendement

RH : Humidité relative

RMN : Résonance Magnétique Nucléaire

Ta : Température d'air

UF : Unité fourragère

UV : Ultra-Violet

Table des matières

Liste des tableaux.....	I
Liste des figures.....	II
Liste des abréviations.....	III
Introduction.....	02
Première partie : Synthèse Bibliographique	
Chapitre I : Généralité sur les huiles essentielles.....	04
I. 1 Historique.....	05
I. 2 Définition des huiles essentielles.....	05
I. 3 Composition chimique des HE.....	06
I.3.1. Terpènes ou terpénoïdes.....	06
I. 3. 1. 1. Monoterpènes.....	07
I. 3. 1. 2. Sesquiterpènes.....	08
I.3.2. Composés aromatiques ou phénylpropanoïdes.....	08
I. 4 Colorants d'origine des huiles essentielles.....	09
I. 5 Activités biologiques des huiles essentielles.....	09
I. 6 Facteurs intervenant dans la qualité des HE.....	10
I. 7 Utilisation des HE.....	10
I. 7. 1. En pharmacie.....	10
I. 7. 2. Dans l'industrie.....	11
I. 8 Procédé classique d'extraction des HE.....	11
I. 8. 1. Extraction par l'hydrodistillation.....	12
I. 8. 2. Extraction par L'entraînement à la vapeur de l'eau.....	13
I. 9 Techniques d'analyses des HE.....	14

Chapitre II : Les indices physico-chimiques des HE	15
II. 1 Propriétés organoleptiques.....	16
II. 2 Indices physiques.....	17
II. 2. 1 Indice de réfraction.....	17
II. 2. 2 Densité relative.....	17
II. 2. 3 Pouvoir rotatoire.....	18
II. 2. 4 Miscibilité à l'éthanol.....	18
II. 3 Indices chimiques.....	19
II. 3. 1 Indice d'acide I_a	19
II. 3. 2 Indice d'ester I_e	20
II. 3. 3 Indice de carbonyle I_c	21
II. 3. 4 Indice d'iode I_I	21
II. 3. 5 Indice de peroxyde.....	22
II. 3. 6 Indice de saponification I_s	23
II. 4 Etudes concerné l'effet de la période de récolte sur les HE.....	24
Chapitre III : Description des plantes	31
III. 1 Définition des plantes médicinales.....	32
III. 2 Mode d'obtention de récolte.....	32
III. 3 Description des plantes utilisées.....	32
III. 3. 1. <i>Pituranthos scoparius</i>	32
III. 3. 1. 1. Description botanique du genre.....	32
III. 3. 1. 2. Description de la plante.....	33
III. 3. 1. 3. Répartition.....	34
III. 3. 1. 4. Usages traditionnels.....	34
III. 3. 1. 5. Toxicité.....	35
III. 3. 1. 6. Classification de <i>P. scoparius</i>	35

III. 3. 1. 7. Rappel bibliographique sur l'espèce <i>P. scoparius</i>	35
III. 3. 2. <i>Artemisia herba alba</i>	36
III. 3. 2. 1. Introduction.....	36
III. 3. 2. 2. Description botanique.....	36
III. 3. 2. 3. Nomenclature et taxonomie.....	37
III. 3. 2. 4. Habitat.....	38
III. 3. 2. 5. Pharmacopée traditionnelle.....	38
III. 3. 2. 6. Toxicités.....	38
III. 3. 2. 7. Composition chimique.....	38
Deuxième partie : Etude expérimentale	
Chapitre IV : Matériels et méthodes	41
IV. 1 Matériel végétale.....	43
IV. 2 Matériels au laboratoire.....	43
IV. 3 Mode d'extraction.....	44
Chapitre V : Résultats et discussion	46
V. 1 Calcul de rendement.....	47
V. 2 Propriétés organoleptiques.....	48
V. 3 Analyses des indices physiques.....	48
V. 4 Analyses chromatographiques par CPG.....	51
Conclusion	56
Références bibliographiques	

Introduction

Depuis l'Antiquité, les humains ont utilisé différents types de plantes pour se nourrir et guérir des maladies. Avec les progrès de la science, la découverte de diverses espèces de plantes aromatiques et de leurs huiles essentielles et extraits crus a été prouvée dans divers domaines tels que la fabrication de produits alimentaires, les cosmétiques, les parfums et l'industrie pharmaceutique.

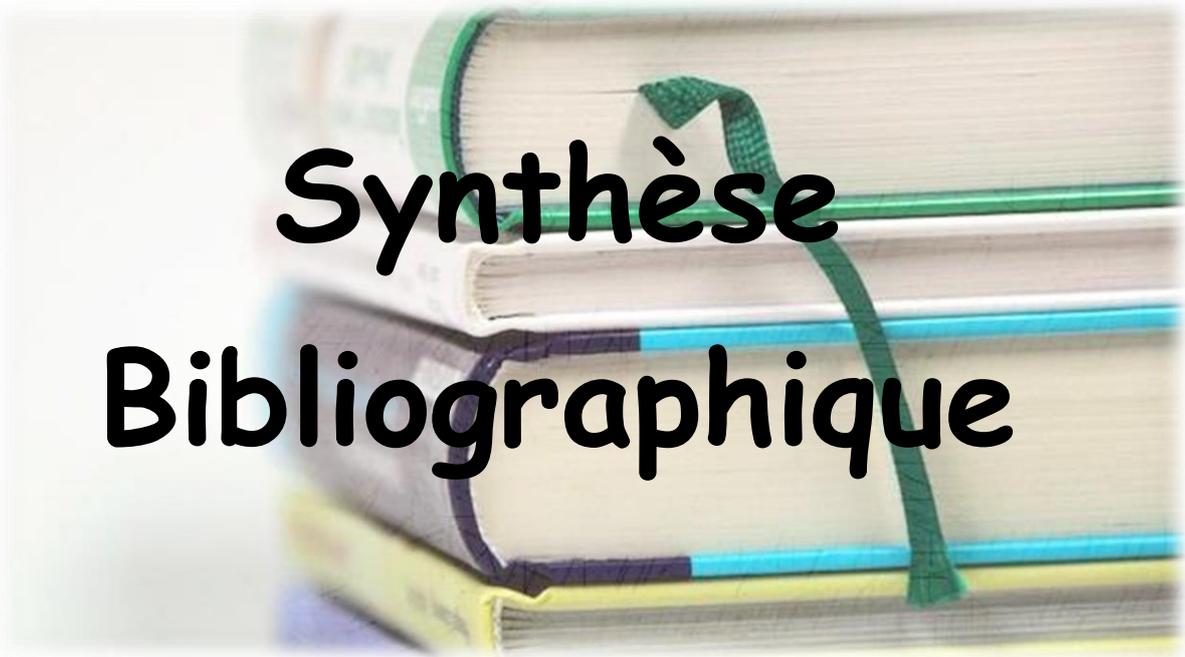
Les huiles essentielles sont produites à partir de nombreuses plantes et peut se trouvent dans organes divers de la plante où elles sont stockées dans les tiges, fleurs, écorce, feuilles, fruits, bois ou bien même les racines,...etc.

L'huile essentielle est extraite de différentes manières, en tenant compte de la nature et des caractéristiques des plantes, les méthodes d'extraction les plus couramment utilisées étant l'hydrodistillation et l'entraînement à vapeur d'eau.

Au cours de cette étude, nous nous sommes intéressés au suivi de l'influence de la date de récolte sur les caractéristiques physiques des HE de *Pituranthos scoparius* et de l'*Artemisia herba alba* (l'armoise blanche) de la région de Ghardaïa (l'Algérie) ainsi qu'on fait l'évaluation par comparaison avec les autres études.

Les principales chapitres de ce travail sont traitées selon le plan suivant:

- Le premier chapitre est consacré aux généralités sur les huiles essentielles. Cette étude inclus: définition et composition des HE, les colorants, l'activité biologique des HE, sans oublier les techniques d'extraction et d'analyse les plus utilisées.
- Le deuxième chapitre, nous avons défini les indices physico-chimiques des huiles essentielles, et nous avons cité quelques études sur l'influence de la période de récolte sur la qualité des HE.
- Le troisième chapitre, nous avons présenté les plantes aromatiques utilisées.
- Le quatrième chapitre contenue les matériels et les méthodes que nous avons utilisées dans notre travail.
- Le dernier chapitre présenté les résultats obtenues et la discussion sur ces résultats.

A stack of several books is shown, with a green ribbon bookmark tied around them. The books have various colored spines, including white, blue, and yellow. The text "Synthèse Bibliographique" is overlaid on the image in a large, bold, black font.

Synthèse Bibliographique

Chapitre I : Généralité sur les huiles essentielles

I. 1 Historique :

Depuis longtemps, les hommes avaient cherché le moyen de séparer les éléments huileux des produits aromatiques. Ils réussirent en soumettant la matière à l'action de la chaleur. Les substances aromatiques étaient transformées en vapeur ; il suffisait de les recueillir et de les refroidir pour les obtenir sous forme liquide. Ce procédé qui se faisait à feu nu, prit le nom de distillation [1].

I. 2 Définition des huiles essentielles :

Les huiles essentielles sont des liquides huileux aromatiques très concentrés renfermant des mélanges complexes des substances volatils constitués de plusieurs dizaines de composés [2-4].

Pour la 8^e édition de la pharmacopée Française (1965), les huiles essentielles (essences, huiles volatiles) sont : "des produits de composition généralement assez complexe renfermant les principes volatils contenus dans les végétaux et plus ou moins modifiés au cours de la préparation" [5,6].

La norme AFNOR NF T 75-006 définit l'huile essentielle comme: « un produit obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par hydrodistillation. L'huile essentielle est séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques [7]. Ces essences sont des concentrés de molécules aromatiques, se trouvant dans certaines cellules sécrétrices des fleurs, des feuilles, des graines, des racines, ainsi que dans l'écorce ou le bois des arbres [8].

Selon autre définition, les huiles essentielles appelées essences, sont des mélanges de substances aromatiques produites par de nombreuses plantes et présentes sous forme de minuscules gouttelette dans les feuille, la peau des fruits, la résine, les branches, les bois. Elles sont présentes en petite quantités par rapport à la masse du végétal. Elles sont odorantes et très volatiles, et s'évaporent rapidement dans l'air [9].

Ce sont des mélanges complexes de divers principes en proportions variables d'une essence à l'autre. De plus, ces substances non grasses sont solubles dans tous les solvants organiques, dans l'huile, et très peu solubles dans l'eau. Elles sont principalement liquides, de densité inférieure à celle de l'eau et sont constituées d'un nombre assez élevé de molécules organiques (300 molécules). Les huiles essentielles sont très volatiles [10].

I. 3 Composition chimique des huiles essentielles :

Dans la plante, les huiles essentielles peuvent être stockées dans divers organes : fleurs (origan), feuilles (citronnelle, eucalyptus), écorces (cannelier), bois (bois de rose, santal), racines (vétiver), rhizomes (acore), fruits (badiane) ou graines (carvi). La synthèse et l'accumulation des huiles essentielles, classées parmi les métabolites secondaires, se font généralement au niveau des structures histologiques spécialisées, souvent localisées sur la surface de la plante [11].

La composition chimique des huiles essentielles dépend largement de l'influence des conditions d'hydrodistillation sur l'essence contenue dans la plante [12].

Les facteurs environnementaux comme la température, l'irradiance et la photopériode peuvent jouer un rôle primordial sur la qualité et la quantité de l'huile essentielle [13].

Les huiles essentielles sont constituées principalement de deux groupes de composés odorants distincts selon la voie métabolique empruntée ou utilisée. Il s'agit des terpènes (mono et sesquiterpènes), prépondérants dans la plupart des essences, et des composés aromatiques dérivés du phénylpropane [12, 14].

I.3.1. Terpènes ou terpénoïdes:

Les terpènes (terpénoïdes) sont des molécules très volatiles fréquentes dans la nature, surtout dans les plantes où ce sont les principaux constituants des huiles essentielles. Les terpènes sont issus du couplage d'au moins 2 sous-unités isopréniques à 5 carbones [15].

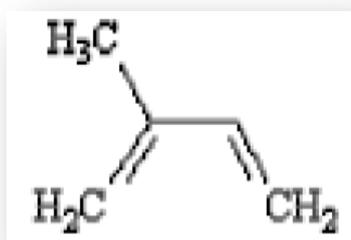


Figure 01: Structure de l'unité isoprénique.

La plupart des terpénoïdes sont des hydrocarbures mais on trouve aussi des alcools, aldéhydes et cétones [16] et selon le nombre de ces unités d'isoprène les terpènes sont classés en monoterpènes à 10 carbones, sesquiterpènes à 15 carbones, diterpènes à 20 carbones, etc. [15]

I. 3. 1. 1. Monoterpènes :

Ces composés constituent de deux unités de l'isoprène. Ils sont largement distribués dans la nature, en particulier dans les huiles essentielles. Ils sont importants dans l'industrie des parfums [5].

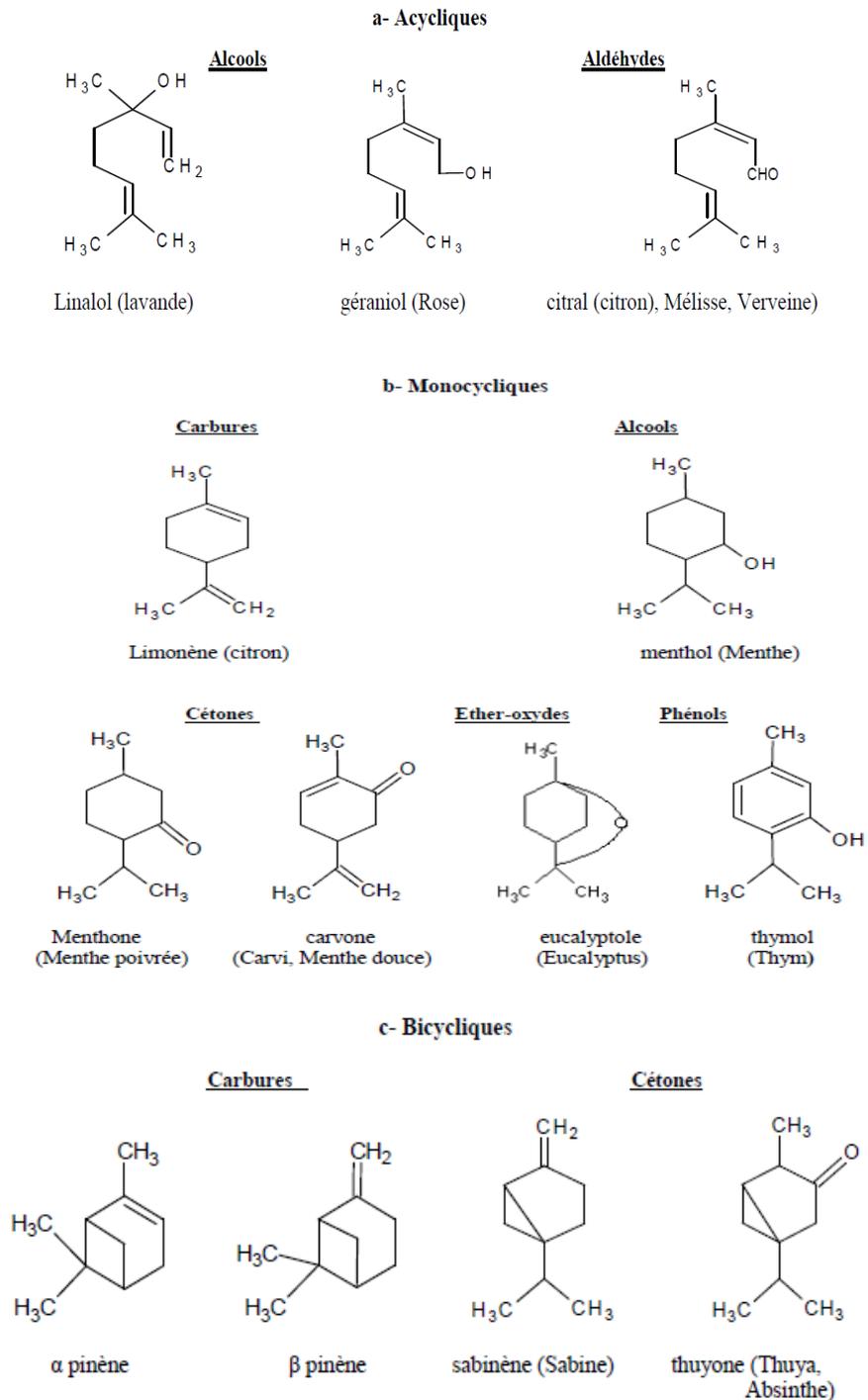


Figure 02: Exemples des quelques monoterpènes.

I. 3. 1. 2. Sesquiterpènes:

Ils contiennent trois unités de l'isoprène. Ils sont trouvés dans beaucoup de systèmes vivants mais en particulier dans les plus hautes plantes [15].

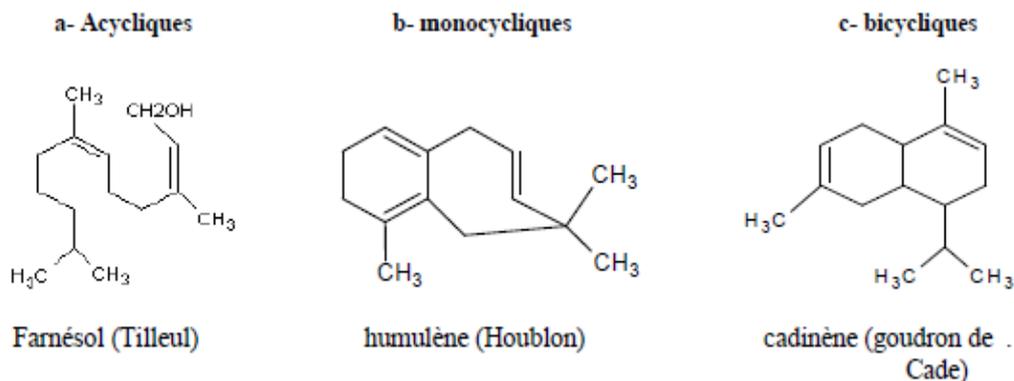


Figure 03: Exemples des quelques sesquiterpènes.

I.3.2. Composés aromatiques ou phénylpropanoïdes :

Les composés aromatiques dérivent du phénylpropane (C₆-C₃). Ils sont moins fréquents que les terpènes dans les HE et eux aussi peuvent contenir différentes fonctions. Quelques Structures de composés aromatiques sont données sur la figure 02 [17].

Ils se distinguent entre eux par:

- ✚ La position de la double liaison de la chaîne latérale, allylique ou propénylique.
- ✚ Le degré d'oxydation de la chaîne aliphatique (alcool, aldéhyde ou cétone, acide...).
- ✚ Le nombre et la position des groupements hydroxyle et méthoxy [17].

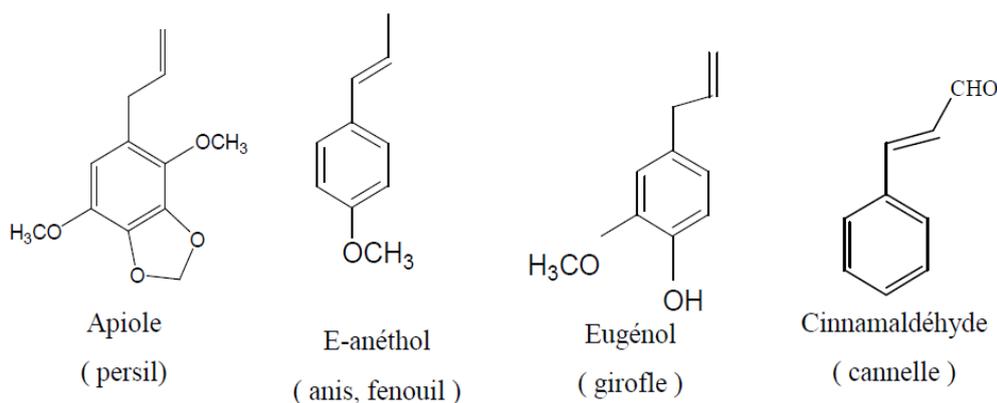


Figure 04 : Exemples de structures de composés aromatiques.

I. 4 Colorants d'origine des huiles essentielles :

Le β -carotène se rencontre dans toutes les huiles végétales. C'est un colorant particulièrement sensible à la chaleur et à l'oxydation. Il est transformé en un composé incolore par hydrogénation. La chlorophylle est présente en grande quantité dans les huiles. Les colorants d'origine oxydative sont responsables de la couleur brune de certaines huiles. Ils sont beaucoup plus gênants que les précédents car ils ne sont que peu retenus par les produits adsorbant utilisés pour décolorer les huiles [18].

I. 5 Activités biologiques des huiles essentielles :

Les huiles essentielles possèdent de nombreuses activités biologiques [3]. En phytothérapie, elles sont utilisées pour leurs propriétés antiseptiques contre les maladies infectieuses d'origine bactérienne, par exemple contre les bactéries endocanalaies [5] ou au niveau de la microflore vaginale [6] et d'origine fongique contre les dermatophytes [19]. Cependant, elles possèdent également, des propriétés cytotoxiques [20] qui les rapprochent donc des antiseptiques et désinfectants en tant qu'agents antimicrobiens à large spectre.

Dans les domaines phytosanitaire et agro-alimentaire, les huiles essentielles ou leurs composés actifs pourraient également être employés comme agents de protection contre les champignons phytopathogènes [21] et les microorganismes envahissant les denrées alimentaires [22].

Les huiles essentielles les plus étudiées dans la littérature pour leurs propriétés antibactériennes et antifongiques appartiennent à la famille des Labiatae : thym, origan, lavande, menthe, romarin, sauge, etc... L'essence de thym est souvent rapportée comme étant parmi les huiles les plus actives [23].

L'activité des terpènes des huiles essentielles est en corrélation avec leur fonction chimique. Les travaux de Zakarya et collaborateurs [24] ont montré l'importance de la spécification du genre et de l'espèce, ainsi que de la variété de la plante d'où provient l'extrait. Ils donnent un exemple de variations qualitatives et quantitatives de quelques espèces.

I. 6 Facteurs intervenant dans la qualité des huiles essentielles:

Les facteurs prédominants dans la qualité des huiles essentielles peuvent avoir deux types d'origines technologique et naturel. De profondes modifications de l'huile essentielle peuvent intervenir lors de l'exploitation des végétaux depuis leur collecte jusqu'à leur transformation industrielle [25].

Le mode de récolte, les conditions de transport [26], séchage et de stockage peuvent générer des dégradations enzymatiques [27]. Les changements les plus importants interviennent pendant l'hydrodistillation sous l'influence des conditions opératoires, notamment du milieu (l'acidité, température) et de la durée d'extraction [5, 28]. D'autres facteurs tels que les traitements auxquels on peut procéder avant ou pendant l'hydrodistillation (broyage, dilacération, dégradation chimique ou enzymatique, pression, agitation) contribuent à la variation du rendement et de la qualité de l'HE [28].

Au cours de l'hydrodistillation, le milieu aqueux résultant de l'immersion du matériel végétal atteint des pH compris entre 4 et 7 et occasionnellement, des valeurs inférieures à 4 pour certains fruits [28]. Les constituants de l'essence native sont soumis aux effets combinés de l'acidité et de la chaleur, et peuvent subir des modifications chimiques. L'HE récupérée est un produit qui diffère sensiblement de l'essence originelle, d'autant plus que l'ébullition est longue, et le pH est faible [29].

La matière végétale est l'objet de réactions chimiques diverses : hydrolyses, déprotonations, hydratations et cyclisations [29] pouvant être catalysées par des métaux présents à l'état de trace dans la plante ou provenant des équipements de récolte et d'extraction provoquant des transformations chimiques des constituants. L'hydrolyse d'esters est souvent la première réaction qui se produit [27]. Elle conduit à la formation d'acides organiques qui, à leur tour, catalysent les réactions de cyclisation et de déshydratation [28].

I. 7 Utilisation des huiles essentielles :

Ces produits naturels présentent une grande importance dans divers domaines d'activités tel que :

I. 7. 1. En pharmacie :

L'HE utilisé comme :

- ✓ Aromatisant des médicaments destinés à la voie orale [30].
- ✓ Pour leurs actions physiologiques (Menthes, Verveine, Camomille) [31]

I. 7. 2. Dans l'industrie :

- ✓ Parfumerie et cosmétologie :

De nombreux parfums sont toujours d'origine naturelle et certaines huiles essentielles constituent des bases de parfums.

Exemples: Rose, Jasmin, Vétiver, Ylang-ylang, etc.... [31].

- ✓ Alimentation:

Les huiles essentielles (huile de citron, de menthe, de girofle) sont très utilisées dans l'aromatisation des aliments (jus de fruits, pâtisserie) [30, 31].

Quel que soit le secteur d'activité, l'analyse des HE reste une étape importante qui, malgré les progrès constants des différentes techniques de séparation et d'identification, demeure toujours une opération délicate qui nécessite la mise en œuvre simultanée ou successive de diverses techniques [6].

I. 8 Procédé classique d'extraction d'HE :

L'extraction est une technique de séparation dans le génie chimique. Cette technique utilise un moyen d'extraction pour séparer sélectivement un ou plusieurs composés d'un mélange sur la base de propriétés physiques ou chimiques. [25]

D'une façon générale, la distillation est un procédé de séparation basé sur la différence de composition entre un liquide et la vapeur engendrée. La technique implique la condensation de la vapeur et la récupération des fractions liquides résultantes. On parle de distillation simple ou fractionnée lorsqu'il s'agit de liquides miscibles. On peut également procéder à la distillation de liquides non miscibles. C'est le cas de l'hydrodistillation des huiles essentielles [30,12]

Deux méthodes de distillation sont principalement utilisées : l'entraînement à la vapeur d'eau et l'hydrodistillation [12]. Nous nous sommes intéressés plus particulièrement au procédé d'hydrodistillation puisque c'est un équipement que nous possédons au sein de notre laboratoire.

I. 8. 1. Extraction par l'hydrodistillation :

L'hydrodistillation proprement dite, est la méthode normée pour l'extraction d'une huile essentielle [3], ainsi que pour le contrôle de qualité [9].

Le principe de l'hydrodistillation correspond à une distillation hétérogène. Le procédé consiste à immerger la matière première végétale dans un bain d'eau. L'ensemble est ensuite porté à ébullition généralement à pression atmosphérique [25].

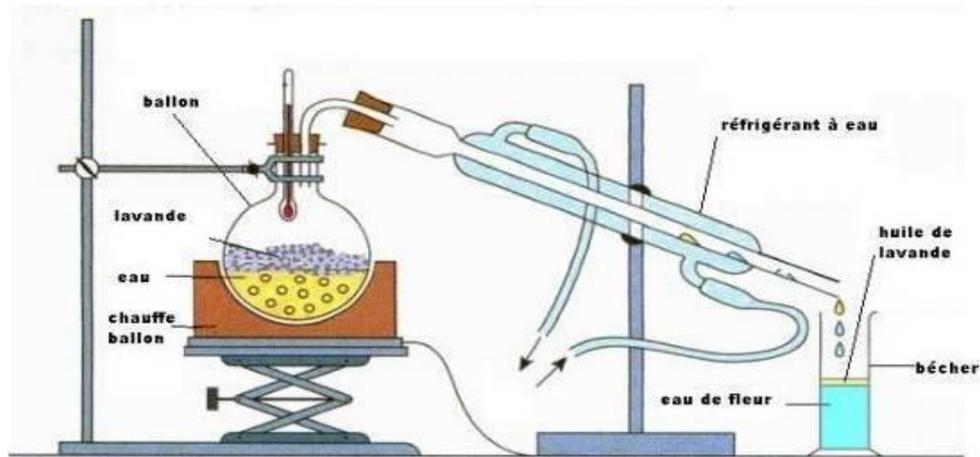


Figure 05 : Appareillage utilisé pendant l'hydrodistillation d'huile essentielle

La température d'ébullition d'un mélange est atteinte lorsque la somme des tensions de vapeur de chacun des constituants est égale à la pression d'évaporation. Elle est donc inférieure à chacun des points d'ébullition des substances pures. Ainsi le mélange « eau huile essentielle » distille à une température inférieure à 100°C à pression atmosphérique [27].

Par contre, les températures d'ébullition des composés aromatiques sont pour la plupart très sèves [31, 15].

La durée d'une hydrodistillation peut considérablement varier, pouvant atteindre plusieurs heures [32] selon le matériel utilisé et la matière végétale à traiter. La durée de la distillation influe non seulement sur le rendement mais également sur la composition de l'extrait [15].

L'hydrodistillation possède des limites. En effet, un chauffage prolongé et trop puissant engendre une détérioration de certains végétaux et la dégradation de certaines molécules aromatiques [16, 25].

I. 8. 2. Extraction par L'entraînement à la vapeur de l'eau :

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des huiles essentielles des plantes aromatiques. A la différence de l'hydrodistillation, cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter [31]. La vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au-dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange "eau + huile essentielle". Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique (l'huile essentielle) [16, 25].

L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile [15].

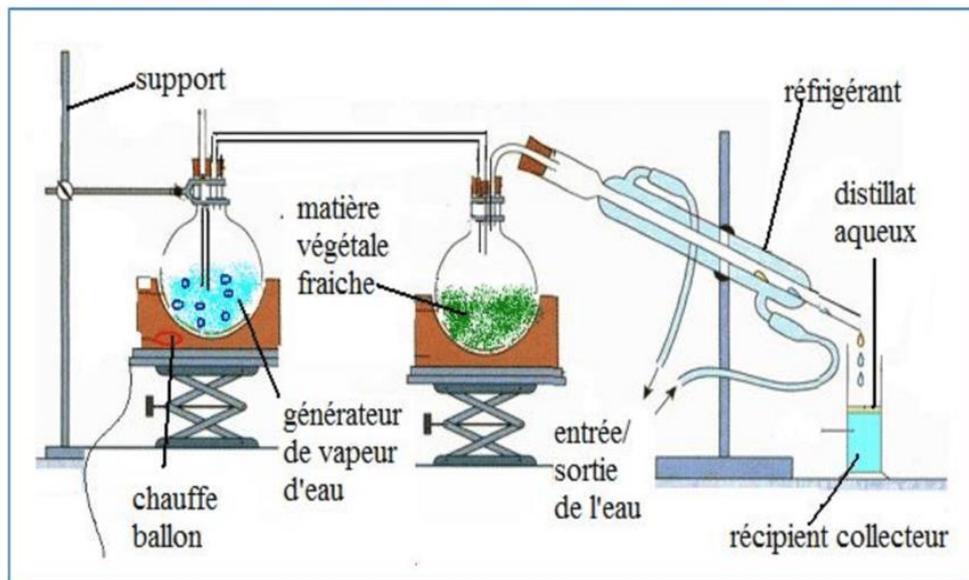


Figure 06 : Montage de l'entraînement à la vapeur d'eau.

Les étapes de l'extraction des huiles essentielles d'origines végétales restent identiques quel que soit le « type » d'extraction utilisé. Il est nécessaire dans un premier temps d'extraire de la matière végétale les molécules aromatiques constituant l'huile essentielle, puis dans un second temps de séparer ces molécules du milieu par distillation [16, 25].

I. 9 Techniques d'analyses d'HE :

En plus de l'évaluation des paramètres physico-chimiques indiquant la nature des groupements fonctionnels des composés organiques contenus dans les huiles essentielles, d'autres moyens plus précis et plus fiables tels que les méthodes chromatographiques (CCM, HPLC, CPG, CG /SM) ont été développés en complément aux méthodes chimiques permettant ainsi la séparation et l'identification des constituants des huiles essentielles [17]. La séparation des composés s'effectue en général par CPG notamment pour les composés volatils (mono-et sesquiterpènes) et par HPLC pour les composés pas ou peu volatiles. La méthode couramment utilisée pour l'identification des huiles essentielles est le couplage CPG/SM. Il permet de connaître, dans la grande majorité des cas, la masse moléculaire d'un composé et d'obtenir des informations structurales relatives à une molécule à partir de sa fragmentation [33,34].

Chapitre II : Les indices physico-chimiques des HE

Autrefois les essences étaient appréciées pour leurs propriétés organoleptiques (odeur, goût,...). Par la suite, une caractérisation plus convenable s'est imposée par la mise en place de normes internationales afin d'en éliminer le caractère subjectif. En effet la consommation des HE comme produits de base dans divers domaines industriels (parfumeries, pharmacie, cosmétique,...) nécessite une vérification de leur conformité par rapport aux normes définies par la réglementation ou les usages. L'évaluation de la qualité des HE est reliée à la détermination de leurs caractéristiques physiques, organoleptiques et chimiques [17].

Selon la commission française de normalisation, les indices physico-chimiques sont mentionnées au-dessous [17, 35].

II. 1 Propriétés organoleptiques :

À température ambiante, les huiles essentielles sont **liquides**. Il existe cependant des exceptions. Par exemple, l'huile essentielle est visqueuse chez la myrrhe (*Commiphora myrrha* (T. Nees) Engl.), pâteuse pour le bois de gaïac (*Bulnesia sarmienti* Lorentz ex. Griseb.), solide pour le cèdre de Virginie (*Juniperus virginiana* L.) ou parfois la rose (*Rosa x damascena* Mill.) ou encore un mélange solide-liquide lorsqu'elle est extraite de la badiane (*Illicium verum* Hook. F.) [36].

Les huiles essentielles sont **volatiles**. C'est ce qui les rend entraînable à la vapeur et particulièrement odorantes. Ce caractère les différencie aussi des huiles végétales grasses ou « fixes ». Si ces dernières laissent des taches indélébiles, la trace laissée par une huile essentielle tendra à disparaître plus ou moins rapidement. La volatilité étant très liée à la composition chimique, les monoterpènes sont par exemple beaucoup plus volatiles que les sesquiterpènes [37].

La **couleur** des huiles essentielles est très variable. Cela comprend l'ultra-violet (UV) du zeste de mandarine (*Citrus reticulata* Blanco), le bleu (lié à la présence de chamazulène) des sommités de tanaïse annuelle (*Tanacetum annuum* L.), le vert émeraude (azulène) de l'inule odorante ou de l'immortelle d'Italie (*Helichrysum italicum* (Roth) G. Don), le vert franc du nard de l'Himalaya (*Nardostachys jatamansi* (D. Don) DC.) ou encore le vert pâle du zeste de bergamote (*Citrus bergamia* Risso & Poitet). On retrouve également le rouge de certaines sarriettes (*Satureja* sp.) ou le jaune pâle de la sauge sclarée (*Salvia sclarea* L.). [38] La plupart des huiles essentielles ont une couleur jaune presque imperceptible. Elles foncent

au court de leur vieillissement (oxydation). Dans certains cas extrêmes, les huiles essentielles vieilles et oxydées présentent un risque toxique important [37, 39].

II. 2 Indices physiques :

Les essences et les huiles essentielles ont des propriétés physiques communes, qui peuvent cependant varier en fonction de leur composition chimique [35].

II. 2. 1 Indice de réfraction :

L'indice de réfraction reflète le changement de direction subi par un rayon lumineux passant d'un milieu optique à un autre (par exemple de l'air à l'huile essentielle), à 20°C. Il s'agit d'une grandeur sans unité, qui se mesure avec un réfractomètre d'après la norme NF T 75-112. Dans le cas des huiles essentielles, l'indice de réfraction est généralement élevé. On peut donner comme exemple l'huile essentielle d'écorce de cannelier (*Cinnamomum verum* J. Presl.) dont l'indice de réfraction est compris entre (1,573 et 1,591) [35, 36].

Il est donné par lecture directe sur le réfractomètre à température fixée à 20°C. Pour cela, on a opéré comme suit :

- 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.
- Supprimer les irisations pour obtenir une ligne nette entre les deux zones.
- Noter la valeur de l'indice par l'échelle de lecture [17].

II. 2. 2 Densité relative :

La densité ou densité relative d'une huile essentielle est le rapport de sa masse volumique à la masse volumique de l'eau distillée, à 20°C. Cette grandeur sans dimension est mesurée selon la norme NF T 75-111 à l'aide d'un pycnomètre. La densité des huiles essentielles est très souvent inférieure à 1 (densité de l'eau) et varie en fonction de leur composition chimique. La valeur de 0,92 peut être considérée comme une moyenne. Elle en est parfois très proche comme celle du zeste de mandarinier (*Citrus reticulata* Blanco:

0,9929), de santal blanc (*Santalum album* L.: 0,9741), ou d'écorce de cannellier (*Cinnamomum verum* J. Presl. : 1,0027). Quelques huiles essentielles ont même une densité très supérieure à l'eau, par exemple celle de gaulthérie couchée (*Gaultheria procumbens* L.: 1,1807) ou d'oignon (*Allium cepa* L.: 1,54 à 1,58) [35, 36].

II. 2. 3 Pouvoir rotatoire :

Le pouvoir rotatoire, caractéristique des molécules chirales, exprime la capacité qu'elles ont à dévier la lumière polarisée. Il s'agit de l'angle, exprimé en milli radians ou degrés d'angle, selon lequel tourne le plan de polarisation d'une radiation lumineuse lorsqu'elle traverse une solution contenant des molécules chirales. La mesure, réalisée avec un polarimètre, se fait selon la norme NF T 75-113. Pour les valeurs positives, la substance étudiée sera dite dextrogyre et lévogyre pour les valeurs négatives. Les huiles essentielles sont actives sur la lumière polarisée de manière très variable en fonction de la nature et de la concentration des différentes molécules chirales qu'elles contiennent. On mesure ainsi des valeurs de +105° chez l'oranger (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck) et de -17,75° chez la menthe poivrée (*Mentha x piperita* L.) [36, 39].

Le pouvoir rotatoire est exprimé par la loi de Biot:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{L \cdot C}$$

Dans laquelle :

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 exprimée en g/100 ml.

II. 2. 4 Miscibilité à l'éthanol :

Les essences sont **lipophiles** et donc très peu solubles dans l'eau en général. Certains composants le sont cependant, comme par exemple la verbénone du romarin (*Rosmarinus officinalis* L.) ou le lavandulol que l'on retrouve dans l'huile essentielle de lavande vraie

(*Lavandula angustifolia* Mill.). Certains composants sont même très hydrosolubles et vont favoriser l'apparition d'émulsion dans le produit de distillation lors de l'extraction. C'est, entre autre, le cas de l'huile essentielle d'écorce de cannelle de Ceylan (*Cinnamomum verum* J. Presl). [38] Leur solubilité est totale dans les huiles grasses qui représentent leurs meilleurs solvants, elle est très grande dans les alcools à titres élevés et dans les solvants organiques [35].

Une huile essentielle est dite miscible à un volume et plus d'éthanol de titre alcoométrique déterminé, à la température de 25C°, lorsque le mélange de un volume d'huile essentielle considérée avec V volumes de cet éthanol est limpide et le reste après addition graduelle d'éthanol de même titre, jusqu'à un total de 20 volumes. Selon le protocole expérimental de procédé, dans un erlenmeyer contenant 1 ml d'HE, on verse de l'éthanol à 70% par fraction de 0,2 ml à l'aide d'une burette de 20mL en agitant après chaque ajout. Lorsqu'une solution limpide est obtenue on note le volume d'alcool ajouté [17].

II. 3 Indices chimiques :

En plus des caractères physiques, on peut par des méthodes chimiques doser les fonctions (acide, ester, alcool, carbonyle,...) présentes dans les HE. Ces dernières permettent non seulement de mettre en évidence la présence des fonctions organiques mais aussi de mesurer leurs proportions dans le mélange que sont les essences [17].

II. 3. 1 Indice d'acide I_a:

L'indice d'acide d'un corps gras est la quantité de potasse exprimée en milligramme nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un gramme de corps gras. Cet indice apporte un renseignement précieux sur la qualité de la conservation soit des graines soit de l'huile [40].

La teneur en acides libres des corps gras augmente avec le temps, l'indice d'acide permet donc de juger de leur état de détérioration. [41]

$$I.A = \frac{V.N.56.1}{m}$$

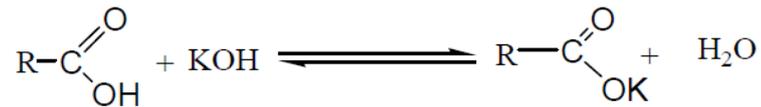
N : normalité de la solution éthanolique de KOH.

V : volume de la solution éthanolique de KOH exprimé en ml.

m : masse de la prise d'essai d'huile en gramme.

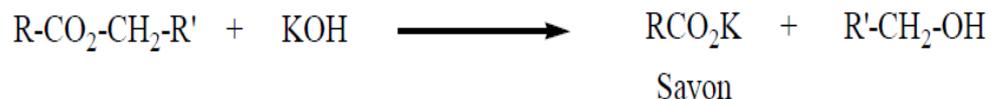
56,1 : masse molaire de KOH.

La neutralisation d'un monoacide par la potasse se traduit par la réaction chimique suivante [40]:



II. 3. 2 Indice ester I_e :

C'est le nombre de mg de KOH nécessaire à la neutralisation des acides libérés par l'hydrolyse des esters contenus dans 1g d'HE. L'hydrolyse des esters présents dans l'HE se fait par chauffage, dans des conditions définies, en présence d'une solution EtOH titrée de KOH et dosage en retour de l'excès d'alcali par une solution titrée d'HCl [42].



Parallèlement, une opération à blanc est réalisée dans les mêmes conditions que précédemment en utilisant les mêmes réactifs [17].

L'indice d'ester (I_e) est calculé à l'aide de la relation:

$$I_e = \frac{28,05}{m} (V_0 - V_1) - I_a$$

Dans laquelle :

V₀: Volume en ml de la solution d'HCl (0,5N) mesuré pour l'essai à blanc.

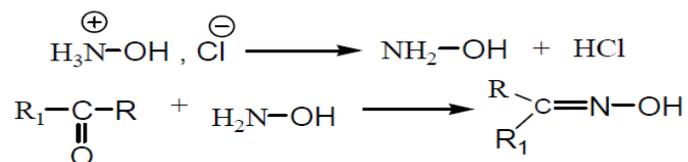
V₁ : Volume en ml de la solution d'HCl (0,5N) mesuré pour le calcul de I_e .

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

I_a : Valeur d'indice d'acide.

II. 3. 3 Indice de carbonyle I_c :

L'indice de carbonyle d'une huile essentielle est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme d'huile essentielle nécessaire à la neutralisation de l'acide chlorhydrique libéré dans la réaction d'oximation avec le chlorure d'hydroxylammonium [17]. La fonction carbonyle se transforme en oxime selon la réaction suivante :



Introduire au moyen d'une éprouvette 25 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium dans le récipient contenant la prise d'essai (0,5g d'HE) et laisser reposer 10minutes le temps spécifié dans la norme relative à l'huile essentielle considérée. Puis titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium jusqu'à ce que la couleur soit identique à celle d'un volume égal de réactif. Poursuivre l'addition de la solution d'hydroxyde de potassium jusqu'à obtention de la coloration bleu persistant pendant 5 min. L'indice de carbonyle est exprimé en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme d'huile essentielle, est donné par la formule [17]:

$$I_c = 56,1 C \frac{V}{m}$$

Dans laquelle :

V : volume en ml de la solution d'hydroxyde de potassium utilisé pour la détermination.

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

C : concentration exacte, en moles par litre, de la solution d'hydroxyde de potassium.

II. 3. 4 Indice d'iode I_I :

L'indice d'iode (I_I) d'une matière grasse est le nombre de grammes d'halogène exprimé en iode fixé par 100 grammes de corps gras. Le principe de sa détermination est basé sur la

fixation d'halogènes par les doubles liaisons des acides gras insaturés, il permet donc d'évaluer le taux des insaturations moyennes de l'huile. L'indice d'iode est calculé à l'aide de la relation suivante [43] :

$$I.I = \frac{(V_0 - V) \cdot C \cdot 12.69}{m}$$

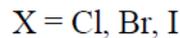
V_0 : volume de thiosulfate de sodium dans le test à blanc exprimé en ml.

V : volume de thiosulfate de sodium nécessaire pour la neutralisation de l'excès d'iode exprimé en ml.

C : concentration molaire de la solution de thiosulfate de sodium.

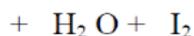
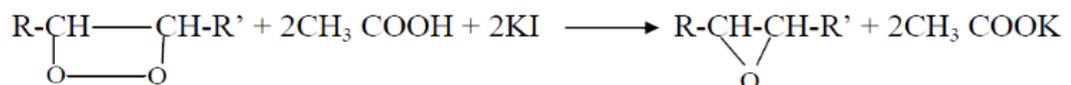
m : masse prise d'essai d'huile en gramme.

Les liaisons éthyléniques fixent les halogènes d'après la réaction suivante:



II. 3. 5 Indice de peroxyde :

C'est la quantité de peroxyde présent dans l'échantillon, exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif contenu dans un kilogramme de produit, oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode. L'indice de peroxyde nous permet d'évaluer l'état de fraîcheur de l'huile [44].



L'iode libéré réagit avec le thiosulfate de sodium selon la réaction suivante [44]:



L'indice de peroxyde est calculé selon l'équation [44]:

$$\text{Indice de peroxyde} = \frac{(V - V_0) \times N \times 100}{m}$$

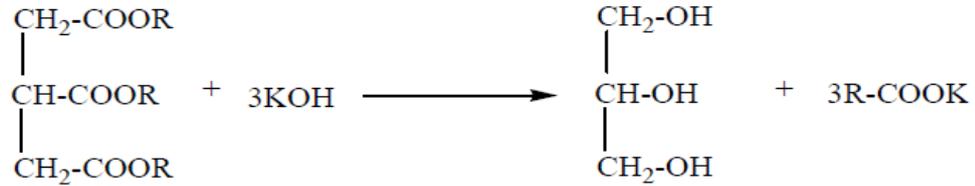
V : volume de la solution thiosulfate de sodium utilisé en ml.

V₀ : volume de thiosulfate de sodium dans le test à blanc exprimé en ml.

m : masse prise d'essai d'huile en gramme.

II. 3. 6 Indice de saponification I_s :

L'indice de saponification est le nombre en milligrammes de potasse caustique (KOH), nécessaire pour transformer en savon les acides gras et les triglycérides d'un gramme de corps gras. Le principe consiste à titrer l'excès d'hydroxyde de potassium en solution par l'acide chlorhydrique. La réaction de saponification est une réaction lente et incomplète. Pour l'accélérer et la rendre aussi complète que possible, il faut opérer dans un milieu alcoolique, à température élevée et en présence d'un excès de base [17].



L'indice de saponification est donné par la formule [17]:

$$I_s = \frac{N \cdot (V_0 - V)}{P} \quad (\text{mg KOH / g d'H.E})$$

V₀ : volume en ml de la solution d'acide chlorhydrique pour l'essai à blanc.

V : volume en ml de la solution d'acide chlorhydrique utilisé pour la prise d'essai.

N : normalité exacte de la solution chlorhydrique.

P : poids en gramme de la prise d'essai.

II. 4 Etudes concerné l'effet de la période de récolte sur les HE :

L'étude des huiles essentielles est toujours d'une brûlante actualité malgré son ancienneté et les développements exponentiels des biotechnologies végétales. L'histoire de l'aromathérapie naquit ainsi et avec les progrès de la science, de nouveaux principes actifs et de nouvelles propriétés pharmacologiques ont permis de faire des plantes aromatiques et médicinales d'authentiques médicaments [45]. Mais il y a des facteurs influées sur la qualité et la quantité des HE extraire, l'un des uns c'est la période de récolte.

Pour étudier l'effet de période de récolte sur les caractéristiques physico-chimiques d'une HE, nous avons cherché d'autres études pour soutenir et favoriser notre sujet et nos résultats, indépendamment de la différence entre les plantes utilisées et les différentes zones de récolte, Bien sûr, les objectifs de ces études diffèrent d'un chercheur à l'autre, nous avons donc prend sauf la partie qui parle sur l'effet de la période de récolte .

Tableau 01 : Résultats des études concernées l'influence de la période de récolte sur des HE extrait par des différentes plantes de différentes régions.

La plante et la région	La période de récolte	Résultats	Réf
<p><u>Lavandin</u> (<i>Lavandula x intermedia</i> Emeric ex Loisel var. Super A) la famille : Lamiaceae <u>La région :</u> Senir, une ville située à 25 km à l'ouest d'Isparta(Turquie)</p>	<p>Quatre dates différentes, les 8, 15, 22 et 29 juillet 2005.</p>	<p>*La teneur en HE a diminué de la 1^{ère} récolte (8,25%) à la dernière récolte (7,30%). *La plus forte teneur en linalol (43,65%) à la saison de floraison (15-22 juillet), il est diminué de 43,65 à 40,79% lors de la dernière récolte. *La plus forte teneur en acétate de linalyle (25,96%) à la fin de saison de floraison (le 29 juillet 2005), il est montré une tension augmentant légèrement de la première à la dernière récolte. *La concentration d'eucalyptol détériorée, le terpinéol a augmenté jusqu'à la dernière récolte, la concentration de myrcène est restée pratiquement la même, la concentration de camphre ayant augmenté jusqu'au 22 juillet.</p>	[46]
<p><u>Géranium rosat</u> (<i>Pelargonium x asperum</i>) La famille : Géraniacées <u>la région :</u> Chiffa (w. Blida), Algérie</p>	<p>Mai 2008</p>	<p>*Les propriétés organoleptiques de l'HE (aspect : liquide, couleur : jaune verdâtre, odeur : rosée, légèrement citronnée). *Les constantes physico-chimiques de l'HE ($I_a= 5,2$; $I_c= 69$; miscibilité à l'EtOH = 3 ; $d = 0,890$; $I_r = 1,465$). *Le citronellol apparaît comme le constituant majoritaire de l'HE (33,0%), suivi du formate de citronellyle (10,56%), du guai-6,9-diène (9,25%), du géraniol (5,42%) et de</p>	[47]

		<p>l'isomenthone.</p> <p>*Le Rhodinol, fraction constituée par le citronellol, géraniol et linalool, constitue un taux de 41%.</p> <p>*Cette HE est composé essentiellement d'alcools terpéniques (41%).</p> <p>*Les esters forment un pool à moins de 25% suivis des sesquiterpènes (19%).</p> <p>*Les cétones sont à un taux assez important (6%) mais constituées uniquement de menthone et d'isomenthone.</p> <p>* Les composés minoritaires appartiennent à la famille des oxydes (oxyde de rose), aldéhydes (géraniol, néral) et alcools sesquiterpéniques.</p> <p>* A partir de comparaison de ces valeurs avec les normes, on remarque que malgré ces fluctuations, les paramètres physico-chimiques de cette HE sont en accord avec ceux mentionnés par les normes.</p>	
<p><u>Thymbra spicata L.</u> La famille : Lamiaceae <u>La région :</u> Turquie (Kahta d'Adıyaman)</p>	<p>avant floraison (10 mai 2010) en floraison (21 mai 2010) après stade de floraison (10 juin 2010)</p>	<p>*Les teneurs les plus élevées et les plus basses en HE de <i>Thymbra spicata</i> ont été obtenues respectivement à partir des récoltes en pleine floraison (3,56%) et après la floraison (3,38%). La plus faible teneur en HE a été trouvée avant la floraison (3,10%).</p> <p>*Le taux le plus élevé (64,53%) de carvacrol a été détecté après la floraison, alors que le ratio le plus faible était de (53,55%) avant la floraison. Cependant, le rapport gamma-terpinène a diminué avec la maturation (de 19,45% à 14,29%).</p>	<p>[48]</p>

<p><u>Thymus satureioides</u> La famille : Lamiaceae <u>La région :</u> le sud du Maroc</p>	<p>En florisation (printemps) Après florisation (été)</p>	<p>*Le meilleur rendement en HE de <i>T. Satureioides</i> a été obtenu par les échantillons de T1: en floraison, Bornéol (34,06%), thymol (1,71%), carvacrol (31,12%). Et T2: après la floraison, bornéol (29,86%), thymol (2,71%), carvacrol (27,23%).</p>	[49]
<p><u>Rosmarinus officinalis L.</u> La famille : Lamiaceae <u>La région :</u> Nave do Barão (Algarve, Portugal)</p>	<p>octobre 1997 janvier, avril et juin 1998</p>	<p>*Le rendement en huile le plus élevé a toujours été obtenu en juin, (> ou = à 1%). *Le myrcène était le composant principal présent dans l'HE avec des concentrations dépassant toujours 20%, indépendamment des facteurs étudiés. *En règle générale, les concentrations les plus faibles de myrcène et de verbénone ont été observées en janvier et en avril, tandis que les quantités les plus élevées de 1,8-cinéole ont été observées en avril ou en juin.</p>	[50]
<p><u>Fleurs de Kewda</u> ou <u>Pandanus fascicularis</u> La famille : Pandanaceae <u>La région :</u> District de Ganjam, Odisha, Inde</p>	<p>En août- septembre de temps différents (0h, 3h et 6h)</p>	<p>*Dans les fleurs stockées à froid, l'HE à 3 h était de 0,036% et à 6 h, elle diminuait encore jusqu'à 0,016%, et dans les échantillons de terrain, le pourcentage de rendement en HE était de 0,028% (3 heures) et 0,017% (6 heures). *Le phényl éthyl méthyl éther (PEME) était le constituant principal de tous les échantillons, suivi du terpinène-4-ol, de l'alpha-terpinéol et du gamma-terpinène. *Le pourcentage de PEME variait de 67,9 à 71,93% dans les fleurs entreposées à froid, tandis qu'il variait de 46,79 à 77,66% dans les fleurs fraîchement cueillies à des intervalles de temps différents. *Le PEME (81,85%), le terpinène-4-ol (7,9%), le gamma-terpinène (1,82%), le sabinène (0,99%) et le p-cymène (0,66%) représentaient ensemble 93,22% du témoin.</p>	[51]

<p><u>Eucalyptus globulus</u> La famille : Myrtaceae <u>La région :</u> Wondo Genet une ville du sud de l'Éthiopie</p>	<p>Juin 2014 à octobre 2014 et la saison sèche du Novembre 2014 à février 2015</p>	<p>*Le teneur en HE sur la période de flétrissement pour la récolte saison, augmente de manière variable pour :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Teneur en HE à la récolte (entre : le haut et le milieu de la partie aérienne de plante (0,11%), et entre le haut et le bas (0,31%)). - Teneur en HE au jour de flétrissement (entre : haut et bas milieu (0,21%), haut et bas (0,53%)). 	<p>[52]</p>
<p><u>Alpinia zerumbet</u> ou <u>Gingembre en coquille</u> La famille : Zingiberaceae <u>La région :</u> Brazil</p>	<p>à différents moments (8, 10, 12, 14, 16 et 18 h)</p>	<p>*Le moment de la récolte a eu un effet sur la teneur en HE avec la valeur la plus élevée (0,48%) trouvée à 14h33, sans changement de la composition chimique.</p> <p>*Les valeurs les plus basses ont été observées le matin, suivies d'une augmentation l'après-midi, atteignant la concentration maximale à 14h33 (0,48%). Ce comportement est probablement lié à une variation diurne des conditions climatiques telles que rayonnement actif phytosynthétique (PAR), température d'air (Ta) et humidité relative (RH).</p> <p>*Les valeurs les plus élevées de la teneur en huile sont apparues au même moment, lorsque PAR et Ta étaient supérieurs et que l'HR était inférieure.</p> <p>*Les HE obtenues à différentes périodes de récolte avaient des caractéristiques chimiques similaires.</p>	<p>[53]</p>
<p><u>Thymus mastichina L.</u> La famille : Lamiaceae <u>La région :</u> Portugal</p>	<p>Avril, Juin, Octobre et Janvier</p>	<p>* Les meilleurs rendements en huile ont été obtenus en juin (3,2, 3,6 et 4,9% respectivement dans les sols sableux locaux, dans la tourbe non fertilisée et dans la tourbe fertilisée).</p> <p>*Les HE étaient dominées par le 1,8-cinéole, dont la concentration la plus élevée a été détectée en juin (58,6%) dans des échantillons conservés dans de la tourbe non fertilisée, et</p>	<p>[54]</p>

		<p>les valeurs les plus faibles concernaient des plantes poussant dans de la tourbe fertilisée en avril et en juin (45,1%).</p> <p>*Les échantillons restants ont toujours atteint les pourcentages les plus élevés en octobre (environ 54% dans les deux échantillons d'huile).</p> <p>*Les qttés des hydrocarbures d'alpha-pinène aient eu tendance à diminuer d'avril à juin, cette tendance a été observée d'octobre à janvier pour le p-pinène, les qttés de camphène, similaires à celles de l'alpha-pinène, ont diminué successivement d'octobre à avril, L'élémol et l'intermédeol étaient les composants sesquiterpéniques les plus représentatifs, bien que les concentrations n'aient jamais dépassé 2,2% et 1,3%, respectivement.</p>	
--	--	---	--



Lavandin



Géranium rosat
(*Pelargonium x asperum*)



Thymbra spicata



Thymus satureioides



Rosmarinus officinalis



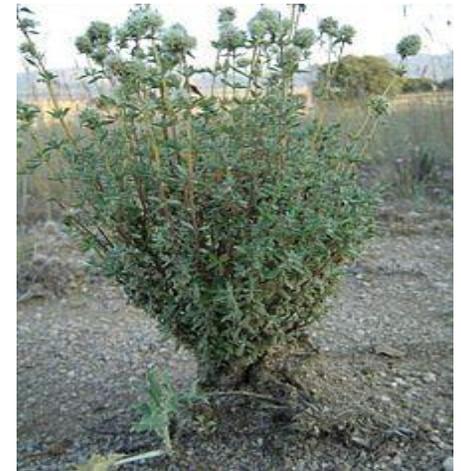
Flowers de Kewda
(*Pandanus fascicularis*)



Eucalyptus globulus



Alpinia zerumbet
(*Gingembre en coquille*)



Thymus mastichina

Figure 07 : Partie aériennes des plantes mentionnées dans le tableau des résultats des études

Chapitre III : Description des plantes

III. 1 Définition des plantes médicinales:

La matière médicale est à l'origine de l'étude de toutes les matières premières naturelles à usage médical. Actuellement encore appelée pharmacognosie, elle est le plus souvent limitée aux produits bruts d'origine végétale [31].

En dehors des plantes strictement médicinales, la matière médicale étudie aussi:

- Les plantes toxiques.
- Certains végétaux alimentaires, comme les plantes à caféine et les épices à propriétés physiologiques marquées, les huiles végétales utilisées en diététique, les fruits riches en vitamines.
- Les plantes à usage surtout industriel, mais ayant quelques applications en pharmacie: plantes à fibres (cotonnier, chanvre, lin), plantes oléagineuses (Arachide, Ricin, Soja), plantes à parfums (Lavande, Rose, ...etc.) [31].

III. 2 Mode d'obtention de récolte :

Des études scientifiques ont permis de définir le moment optimal de la récolte. Ainsi, sont récoltées de préférence:

- Les racines au moment du repos végétatif (automne, hiver);
- Les parties aériennes, le plus souvent au moment de la floraison;
- Les feuilles, juste avant la floraison;
- Les fleurs à leur plein épanouissement, voir en bouton (aubépine);
- Les graines, lorsqu'elles auront perdu la majeure partie de leur humidité naturelle [66].

III. 3 Description des plantes utilisées :

III. 3. 1 *Pituranthos scoparius* :

III. 3. 1. 1. Description botanique du genre:

Les ombellifères sahariennes sont différentes les unes des autres et leur détermination ne présente pas de grandes difficultés. Exclusivement, la distinction entre les espèces de *Pituranthos* est souvent difficile [67].

En effet, elles ne se distinguent les une des autres que par la couleur des fleurs et la taille de leur pédoncule [68].

Le genre *Pituranthos* possède plus de 20 espèces, dont certains sont spécifiques à l'Afrique du nord [69, 70], et sont souvent rencontrées dans les régions arides ou désertiques. Le potentiel floristique algérien de ce genre comporte les espèces suivantes:

- *Pituranthos chloranthus*, espèce particulièrement moins présente.
- *Pituranthos scoparius*, L'objet de notre travail, espèce abondante dans les Aurès.
- *Pituranthos battandieri* (Maire), endémique au Sahara marocain et la région oranaise.

Quezel [69] a décrit le genre *Pituranthos* comme une plante vivace, totalement aphyllé, à tiges très ramifiées, portant des ombelles à involucre et involucelles polyphylles est des percarpes ovoïdes à 6 bandelettes.

III. 3. 1. 2. Description de la plante :

La *Pituranthos scoparius* est populairement connu sous le nom "El gozaih", c'est une plante vivace, sans feuilles ou presque, à tiges hautes de 50-80 cm pendant l'évolution et jaunâtre au cours de la vieillesse, en forme de joncs, ramifiées dans le haut seulement, simples et parallèles entre elles dans leur moitié inférieure, portant des ombelles latérales; pédoncules souvent courts; pétales blancs à nervures étroites [67].

- **Fruit:** Akènes ovoïdes, de 1-3 mm de diamètre, poilés. [71]
- **Habitat:** Hamada et lits d'oued et dépressions à fond rocheux.



Figure 08: Partie aérienne de *Pituranthos scoparius*.



Figure 09: Fleures de la plante *Pituranthos scoparius*.

III. 3. 1. 3. Répartition:

La plante est assez répandue dans tout le Sahara, comme tout le nord-africain. Elle se présente en très grandes colonies notamment dans le Sahara septentrionale: Saoura, BouSaada, Biskra...etc. dans la wilaya de Tébessa elle se trouve dans les zones montagneuses d'Elmalabiod, Chériaa et El-Aouinet [67].

III. 3. 1. 4. Usages traditionnels :

L'espèce *Pituranthos scoparius* est appelée localement *Guezzeh*. Les huiles obtenues des tiges et des graines de l'espèce *Pituranthos scoparius* sont largement utilisées comme remède contre le rhumatisme et la fièvre [27].

La plante est notamment utilisée comme médicament contre [72]:

- Les spasmes, Les douleurs du diabète, l'hépatite, les infections urinaires, et les difficultés digestives.
- L'espèce *Pituranthos chloranthus* est employée, en cataplasmes sur la tête, contre les céphalées [27].
- Utilisé les huiles contre les bactériales [72].
- Les espèces *triradiatus* et *tartuosus*, sont utilisées par la population bédouine contre les douleurs d'estomac, les parasites intestinaux ou comme agent régulateur de la menstruation chez les femmes [27].

III. 3. 1. 5. Toxicité :

Les nomades connaissent le haut pouvoir allergisant des plantes du genre *Pituranthos* pour les animaux, en période de leur floraison [27]. En effet, le pollen des espèces *chluranthos* et *scoparius* engendrent des ophtalmies graves, quand il pénètre dans les yeux des animaux. Le dromadaire en particulier y est très sensible. Très allergisant, ce pollen rend les animaux aveugles pendant plusieurs jours. Les nomades traitent ces ophtalmies en instillant dans les yeux du dromadaire, du jus de tabac ou en introduisant du sel sous les paupières [27].

III. 3. 1. 6. Classification de *Pituranthos scoparius* :

La *P. scoparius* est populairement connu sous le nom "**El Guezzah**", selon la classification de **Quézel et Santa** : [25, 69]

- ✓ Règne: Végétal
- ✓ Embranchement : Spermaphytes;
- ✓ Sous-embranchement : Angiospermes;
- ✓ Classe : Eudicotylédones;
- ✓ Sous-classe : Melophyta Choripetalae;
- ✓ Série : Opétale hermaphrodite;
- ✓ Ordre : Apiales;
- ✓ Famille : Apiacées;
- ✓ Genre : *Pituranthos*;
- ✓ Espèce : *Pituranthos scoparius*.

III. 3. 1. 7. Rappel bibliographique sur l'espèce *Pituranthos scoparius* :

Une étude récente a été effectuée sur les racines de l'espèce *Pituranthos scoparius* [73].

Cette étude a permis d'isoler deux nouveaux composés isocomariniques. Les structures ont été identifiées par les différentes méthodes d'analyses spectroscopiques (RMN¹H, RMN¹³C) et la spectrométrie de masse [73].

Une étude chimique très récents [74] a permis également de mettre en évidence des HE dans les graines et les tiges de la plante *Pituranthos scoparius*. Les HE on a obtenues par distillation des graines et des tiges, ont été analysées par GC-MS [75, 71].

III. 3. 2 *Artemisia herba alba* :

III. 3. 2. 1. Introduction :

Des plantes du genre *Artemisia* (*Asteraceae*) ont été employées dans la médecine traditionnelle par beaucoup de cultures depuis les périodes antiques. Des thés de fines herbes de ces espèces ont été employés comme agents analgésiques, antibactériens, anti-plasmodique, et hémostatiques, anthelminthique, anti-diarrhéique et diurétique [76, 77] alors que plusieurs extraits et huiles essentiels montraient un certain nombre d'activités biologiques telles qu'antihyperglycémique [78], antimicrobien [79], antioxydant [80-82] et anti-inflammatoire [83, 84]. En outre, quelques espèces du genre sont fréquemment utilisées pour le traitement de certaines maladies telles que la malaria, l'hépatite, le cancer et les infections par des champignons, des bactéries, et des virus [85-93]. Historiquement, l'armoise a été un genre productif dans la recherche de nouveaux composés biologiquement actifs. Les investigations phytochimiques ont montré que ce genre est riche en sesquiterpènes, monoterpènes, flavonoïdes et coumarines [94-96].

III. 3. 2. 2. Description botanique:

L'*Artemisia herba alba* est une plante herbacée à tiges ligneuses et ramifiées, de 30 à 50 cm, très feuillée avec une souche épaisse. Les feuilles sont petites, sessiles, pubescentes et à aspect argenté. Les fleurs sont groupées en grappes, à capitules très petites (3/1,5mm) et ovoïdes. L'involucre est à bractées imbriquées, les externes orbiculaires et pubescentes. Le réceptacle floral est nu avec 2 à 5 fleurs jaunâtres par capitule toutes hermaphrodites [97].



Figure 10: Photo original de partie aérienne de l'*Artemisia herba alba*

III. 3. 2. 3. Nomenclature et taxonomie:

Artemisia est le nom de genre des armoises, il provient de celui de la déesse grecque de la chasse Artémis; *herba-alba* signifie herbe blanche [98].

Le genre *Artemisia* appartient à la famille des Astéracées: c'est l'un des genres le plus répandu et le plus étudié de cette famille; il contient un nombre variable d'espèces allant jusqu'à 400 espèces [99].

L'*Artemisia herba-alba* est populairement connu sous le nom "**El chih**", son nom scientifique est *Artemisia herba-alba* asso ou *Artemisia incultadel* [98] :

- ✓ Phylum: Angiospermeae.
- ✓ Sous Phylum: Dicotylédones
- ✓ Ordre: Gampanulatae
- ✓ Famille: Asteraceae.
- ✓ Sous-famille: Asterioideae.
- ✓ Tribu: Anthemideae.
- ✓ Sous-tribu: Artemisiinae.
- ✓ Genre: *Artemisia*.
- ✓ Espèce: *Herba-alba*.

III. 3. 2. 4. Habitat:

L'*Artemisia herba alba* est largement répandue depuis les îles Canaries et le sud-Est de l'Espagne jusqu'aux steppes d'Asie centrale (Iran, Turkménistan, Ouzbékistan) et à travers l'Afrique du Nord, l'Arabie et le Proche-Orient. En Afrique du nord, cette espèce couvre d'immenses territoires évalués à plus de dix millions d'hectares, l'*Artemisia herba-alba* est absente des zones littorales nord. Cependant, l'espèce se raréfie dans l'extrême sud [98].

III. 3. 2. 5. Pharmacopée traditionnelle:

L'*Artemisia herba alba* est très utilisé en médecine traditionnelle lors d'un désordre gastrique tel que la diarrhée et les douleurs abdominales. Elle est aussi utilisée en tant que remède de l'inflammation du tractus gastro-intestinal [100].

De loin le remède le plus fréquemment cité dans la bibliographie est l'utilisation de l'*Artemisia herba alba* dans le traitement du diabète Sucré [101].

L'*armoise* est plus connue en Algérie, le *Chih* est un remède très populaire auquel on a souvent recours pour faciliter la digestion, calmer les douleurs abdominales et certains malaises du foie et antidiabétique. Ses racines sont indiquées contre certains troubles nerveux [102].

III. 3. 2. 6. Toxicités :

A forte dose, l'*armoise* est abortive, neurotoxique et hémorragique. La thuyone constitue la substance toxique et bioactive dans l'*armoise* et la forme la plus toxique est l'alpha-thuyone. Elle a des effets convulsivantes [103].

III. 3. 2. 7. Composition chimique:

La partie aérienne d'*Artemisia herba alba* possède des activités antioxydantes significatives. En effet cette partie de la plante est riche en composés doués d'activité antioxydantes tels que: les flavonoïdes, les polyphénols et les tanins, ces différents constituants exercent ses actions antioxydantes en inhibant la production de l'anion superoxyde, l'hydroxyle, comme ils inhibent la peroxydation lipidique au niveau des microsomes [32].

Au Maghreb, l'*Artemisia herba-alba* constitue un fourrage particulièrement intéressant. En effet, la plante présente un taux de cellulose beaucoup moins élevé malgré que son aspect extérieur indique l'inverse (17 à 33%). La matière sèche (MS) apporte entre 6 et 11% de matière protéique brute dont 72% est constituée d'acides aminés. Le taux de β -carotène varie entre 1,3 et 7mg/kg selon les saisons [104].

La valeur énergétique de l'*armoise herbe blanche*, très faible en hiver (0,2 à 0,4 UF/kg MS), augmente rapidement au printemps (0,92 UF/kg MS) pour diminuer de nouveau en été (0,6 UF/kg MS). En automne, les pluies de septembre provoquent une nouvelle période de croissance et la valeur énergétique augmente de nouveau (0,8 UF/kg MS) [105].

Les plantes de la famille des Astéracées, auquel appartient l'*Artemisia herba-alba*, ont fait l'objet de plusieurs études phytochimiques par intérêt économique surtout pour leurs huiles essentielles. Les molécules identifiées sont les sesquiterpènes lactones, les coumarines et les hydrocarbures acétyléniques [106].



Chapitre IV : Matériels et méthodes

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'obtention du Diplôme Master en génie chimique. L'objectif de ce travail est pour étudier l'effet de la période de récolte sur les indices physico-chimiques d'une HE de *Pituranthos scoparius*, d'*Artemisia herba alba*. Le travail constitué de trois étapes:

- ✓ L'obtention d'HE de ces 2 plantes par la méthode d'hydrodistillation.
- ✓ Les analyses des indices physiques.
- ✓ La comparaison des résultats et discussion entre notre travail et les autres études.

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

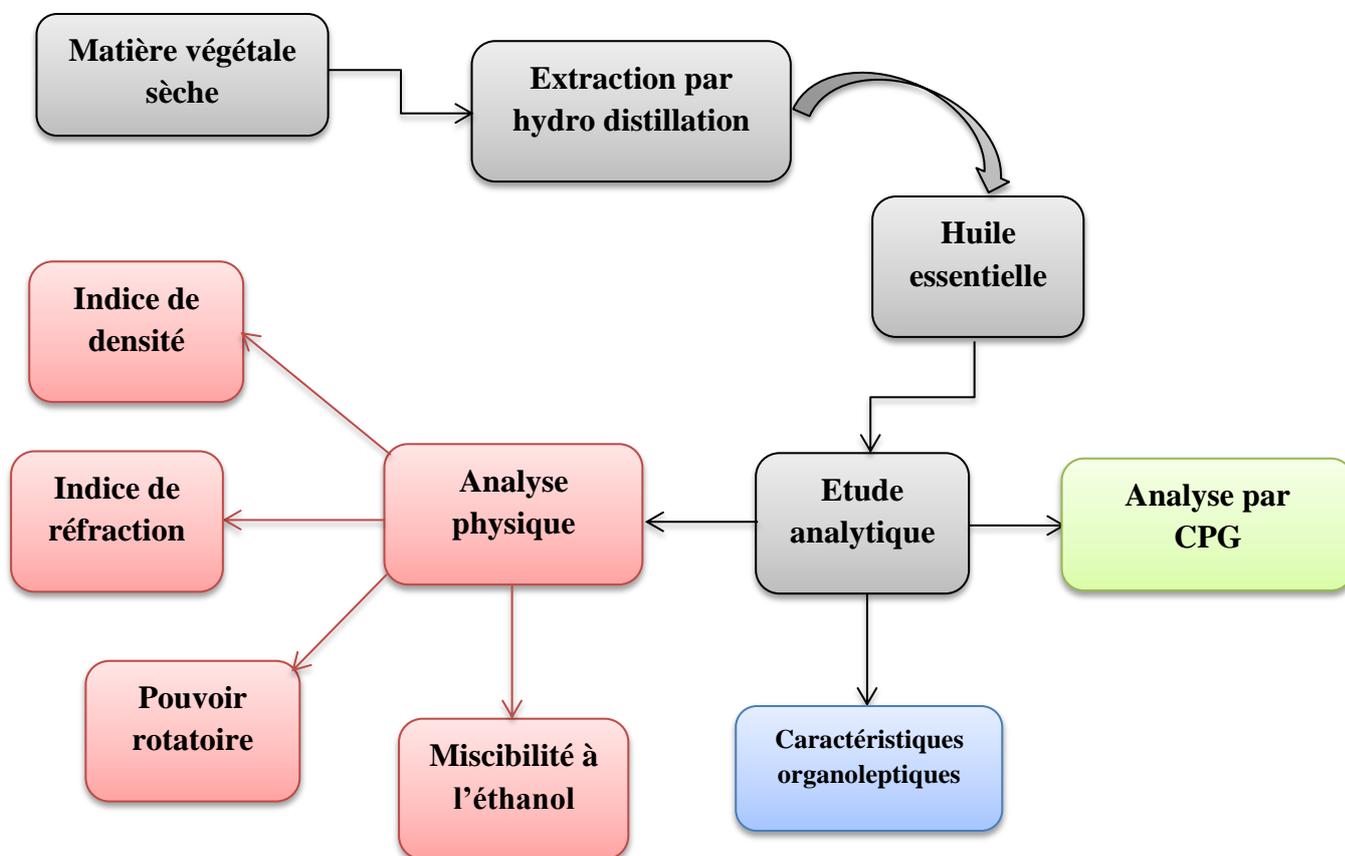


Figure 11 : Schéma général de la procédure expérimentale.

IV. 1 Matériels végétales :

Ce travail est appliqué sur la partie aérienne de *pituranthos scoparius* et *d'Artemisia herba alba* récoltés de région de Ghardaïa dans les différents périodes résumées dans le tableau suivant :

Tableau 02 : Période de récolte et d'extraction.

N° de récolte	Temps de récolte	Temps d'extraction des plantes	
		<i>P. scoparius</i>	<i>A. herba alba</i>
N=°01	26/10/2018	12/03/2019	17/03/2019
N=°02	04/12/2018	13/03/2019	18/03/2019
N=°03	09/01/2019	14/03/2019	19/03/2019
N=°04	20/03/2019	30/04/2019	29/04/2019

Les plantes récoltées sont séchées a l'air libre, à l'ombre et à l'ambiante pendant plusieurs jours, puis soumis à l'extraction, à l'aide d'un montage d'hydrodistillation de ballon de 2 l.

IV. 2 Matériels au laboratoire :

Le matériel de laboratoire utilisé pour l'extraction des huiles est mentionné dans la figure au-dessous :

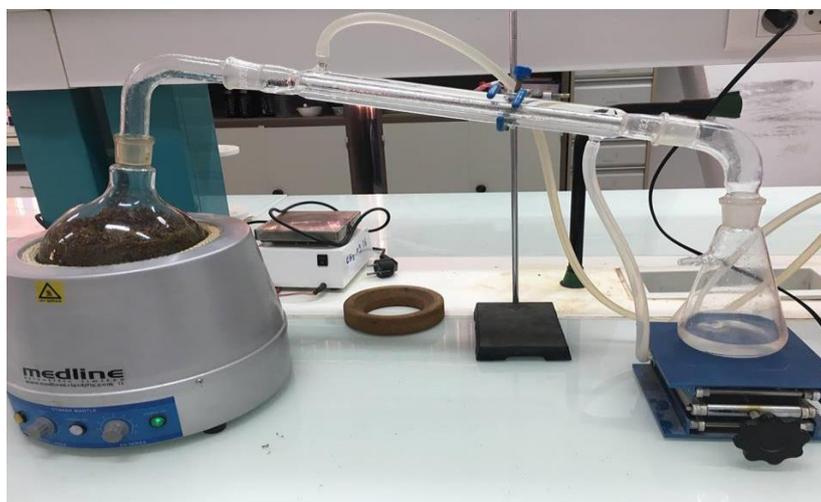


Figure 12 : Photo original de montage d'hydrodistillation utilisé.

IV. 3 Mode d'extraction :

Il existe plusieurs méthodes pour extraire les huiles essentielles. Les principales sont basées sur l'entraînement à la vapeur, l'expression, la solubilité et la volatilité.

Dans notre étude on utilise la méthode d'hydrodistillation qui existe selon le principe est celui de la distillation des mélanges binaires non miscibles. Elle consiste à immerger la biomasse végétale dans un ballon rempli d'eau, Le mélange est met à un chauffe ballon pour l'ébullition. La vapeur d'eau et l'essence libérée par le matériel végétal forment un mélange non miscible. Les composants de mélange se comportent comme si chacun était tout seul à la température du mélange, c'est à dire que la pression partielle de la vapeur d'un composant est égale à la pression de vapeur du corps pur.

La première étape dans la préparation des extraits végétaux est de couper les tiges de plante à petits morceaux parce que le principe de l'hydrodistillation correspond à une distillation hétérogène. La deuxième étape est d'immerger la matière végétale dans un ballon d'eau distillé. Le mélange est ensuite porté à ébullition généralement par un chauffe ballon. La température d'ébullition d'un mélange est atteinte lorsque la somme des tensions de vapeur de chacun des constituants est égale à la pression d'évaporation. Elle est donc inférieure à chacun des points d'ébullition des substances pures. Ainsi le mélange « eau - huile essentielle » distillé à une température inférieure à 100°C et à pression atmosphérique. Par contre, les températures d'ébullition des composés aromatiques sont pour la plupart très élevés. La durée d'une hydrodistillation peut considérablement varier, pouvant atteindre plusieurs heures (généralement entre 3 et 5 heures) selon le matériel utilisé et la matière végétale à traiter. La durée de la distillation influe non seulement sur le rendement mais également sur la composition de l'extrait. L'hydrodistillation possède des limites. En effet, un chauffage prolongé et trop puissant engendre une détérioration de certains végétaux et la dégradation de certaines molécules aromatiques. Par contre un chauffage limité ne même pas à l'évaporation totale des huiles. Pour chaque récolte, le temps d'extraction ne dépasse pas 3h.

Pour séparer la phase qui contient l'huile de la phase aqueuse. On met l'extrait obtenue dans une ampoule à décanter, par la suite laisser le mélange rester quelque minute pour stabiliser puis séparer.



Figure 13 : Décantation.

On utilise le sel de $MgSO_4$ pour éliminer les traces d'eau qui reste dans l'huile essentielle obtenue.

On met la quantité d'HE dans des petits flacons de verre bien stériliser et caché de la lumière (si les flacons transparents, on utilise le papier d'aluminium pour couvrir l'HE de lumière).



Figure 14 : l'HE *d'Artemisia herba alba* obtenue après l'hydrodistillation et la décantation.

Chapitre V : Résultats et discussion

Après l'extraction et la décantation, on obtient de très faibles quantités d'HE de deux premières récoltes et pas d'huile de deux dernières récoltes, ces quantités sont mentionnées respectivement dans le tableau ci-dessous :

Tableau 03 : Quantités d'HE obtenues.

La récolte	Qté d'HE obtenue de chaque plante	
	<i>P. scoparius</i>	<i>A. herba alba</i>
Récolte d'automne (26/10/2018)	0.22 g	0.87 g
Récolte d'hiver (04/12/2018)	~ 0.08 g	0.26 g

V. 1 Calcul de rendement :

On pèse l'HE obtenue afin de calculer le rendement de l'extraction par rapport à la masse de la matière végétale fraîche selon la loi suivante :

$$\% \text{ huiles} = \frac{\text{Le poids des huiles obtenu après extraction}}{\text{Poids de la matière végétale}} \times 100$$

Les résultats des calculs classés dans un tableau comme suit :

Tableau 04 : Rendements d'HE obtenues.

Les plantes	Re de 1 ^{ère} récolte (d'automne 26/10/2018)	Re de 2 ^{ème} récolte (l'hiver 04/12/2018)
<i>P. scoparius</i>	0.133	0.057
<i>A. herba alba</i>	0.93	0.31

Le moment de la récolte a eu un effet important sur le rendement d'HE, les résultats sont présentés dans le tableau 04.

Les meilleurs rendements d'huile obtenu par *P. scoparius* et *l'A. herba alba* sont respectivement 0.133 et 0.93 à la 1^{ère} récolte (l'Automne). Les faible rendements ont été obtenus en hiver ; 0.057 pour *P. scoparius* et 0.31 pour *l'A. herba alba*.

V. 2 Propriétés organoleptiques :

A l'issue des distillations, les **propriétés organoleptiques** des HE obtenue pour les deux plantes a été classées au tableau suivant:

Tableau 05: Propriétés organoleptiques des HE obtenues.

Les propriétés organoleptiques d'HE	1 ^{ère} récolte (26/10/2018)		2 ^{ème} récolte (04/12/2018)		3 ^{ème} récolte (09/01/2018)	
	<i>P. scoparius</i>	<i>A. herba alba</i>	<i>P. scoparius</i>	<i>A. herba alba</i>	<i>P. scoparius</i>	<i>A. herba alba</i>
Aspect	Liquide	Liquide	Liquide	Liquide	Liquide	Liquide
Couleur	Jaune ambré	Jaune verdâtre	Jaune ambré	Jaune verdâtre	Jaune ambré	Jaune verdâtre
Odeur	Agréable	Forte odeur aromatique	Agréable	Forte odeur aromatique	Agréable	Forte odeur aromatique

Les caractéristiques organoleptiques pour chaque plante sont les mêmes dans tous les récoltes.

V. 3 Analyses des indices physiques :

La **densité** de l'HE correspond au rapport entre la masse d'un certain volume de l'essence et la masse du même volume d'eau pris à la même température (20°C), la mesure de densité de l'HE a été réalisée à l'aide d'un pycnomètre mais ce dispositif est indisponible dans notre laboratoire donc on a calculé ça.

Pour mesurer l'**indice de réfraction** et de **pouvoir rotatoire** on utilise le réfractomètre et le polarimètre respectivement.



Figure 15: Polarimètre



Figure 16: Réfractomètre

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

$$n_d = n_T + 0.0045 (T - 20 \text{ } ^\circ\text{c})$$

Dans notre étude le rendement est très faible donc les extraits obtenus ne suffisent pas pour mesurer tous les indices sauf l'HE extraire de la 1^{ère} récolte d'*Artemisia herba alba* qu'estimé par 1 ml, donc pour mesurer **la miscibilité à l'EtOH** de cette échantillon, dans un bécher on prend 0.5 ml d'huile et on ajoute chaque fois 0,1 ml d'EtOH à l'aide d'une micropipette, en agitant après chaque ajoute. Lorsqu'une solution limpide est obtenue on note le volume d'alcool ajouté (la qtté d'EtOH ajouter est 0.5 ml).



Figure 17: Liquide limpide obtenu de l'essai de miscibilité à l'EtOH.

Tous les résultats de mesure obtenus soit par les appareils ou bien par les calculs sont classés dans les tableaux suivants :

Tableau 06 : Quelques indices physiques d'HE de *P. scoparius*.

Les récoltes	Les indices physiques	
	La densité	L'indice de réfraction
Récolte d'automne (26/10/2018)	0.846	1.51565
Récolte d'hiver (04/12/2018)	0.80	/

Les quantités d'HE de *P. scoparius* étant très faibles, nous n'avons pas pu mesurer tous les indices sauf la densité avec une légère diminution en huile obtenue à la récolte d'automne par rapport la récolte d'hiver et l'indice de réfraction de 1^{ère} récolte à $T = 21.7^{\circ}\text{C}$ (la lecture dans l'appareille est $n_T = 1.5080$).

Tableau 07 : Quelques indices physiques d'HE d'*A. herba alba*.

Les récoltes	Les indices physiques			
	La densité	L'indice de réfraction	Miscibilité à l'EtOH	Pouvoir rotatoire
Récolte d'automne (26/10/2018)	0.870	1.4718	1.149	+3
Récolte d'hiver (04/12/2018)	0.866	1.4783	/	+3

D'après le tableau 07 on remarque dans les indices physiques de l'HE d'*A. herba alba*, la densité de la 1^{ère} récolte est plus élevée que la 2^{ème} récolte, au contraire pour l'indice de réfraction (à $T = 22.4^{\circ}\text{C}$, la lecture dans l'appareille est $n_T = 1.4610$), et le pouvoir rotatoire a été de même valeur pour les deux récoltes.

Selon l'échelle descriptive qui indique la solubilité d'un soluté dans un solvant, la valeur est confinée entre 1 à 10 donc l'HE d'*A. herba alba* est **facilement soluble à l'EtOH**.

V. 4 Analyses chromatographiques par CPG:

Les huiles essentielles extraites du *Pituranthos scoparius* et d'*Artemisia herba alba* ont été analysées par chromatographie en phase gazeuse, les résultats d'analyses sont montrés dans les chromatogrammes ci-dessous :

➤ Echantillon de 1^{ère} récolte de *P. scoparius*:

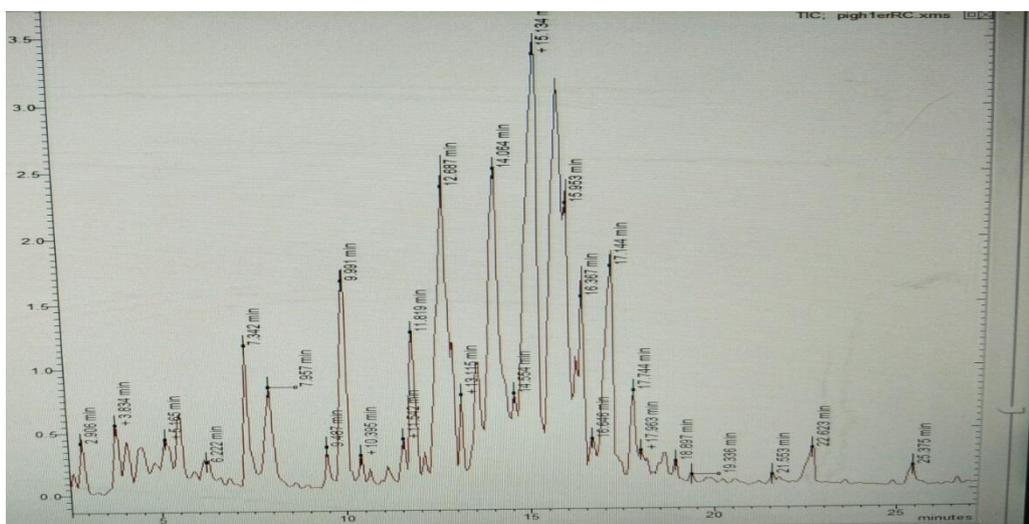


Figure 18: Chromatogramme d'HE de *P. scoparius* obtenu de 1^{ère} récolte.

➤ Echantillon de 3^{ème} récolte de *P. scoparius*:

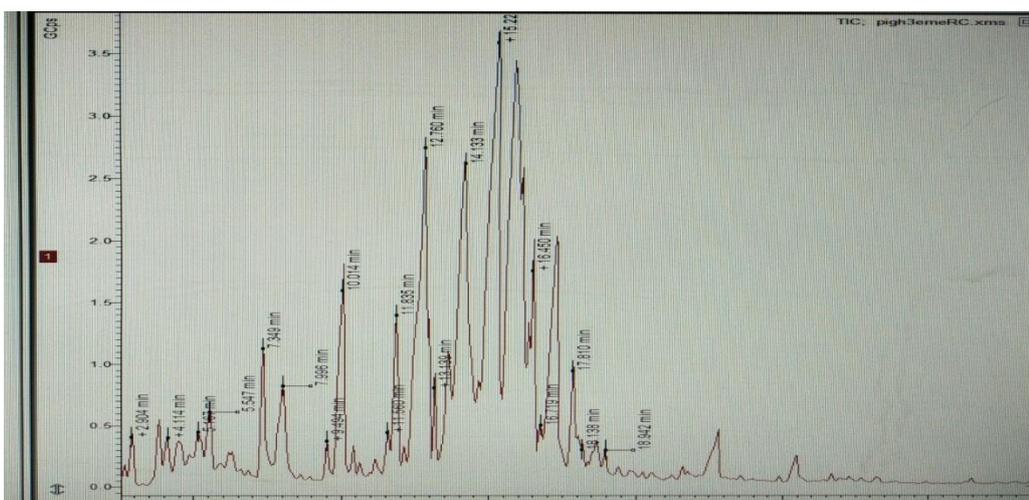


Figure 19: Chromatogramme d'HE de *P. scoparius* obtenu de 3^{ème} récolte.

➤ Echantillon de 1^{ère} récolte d'*A. herba alba*:

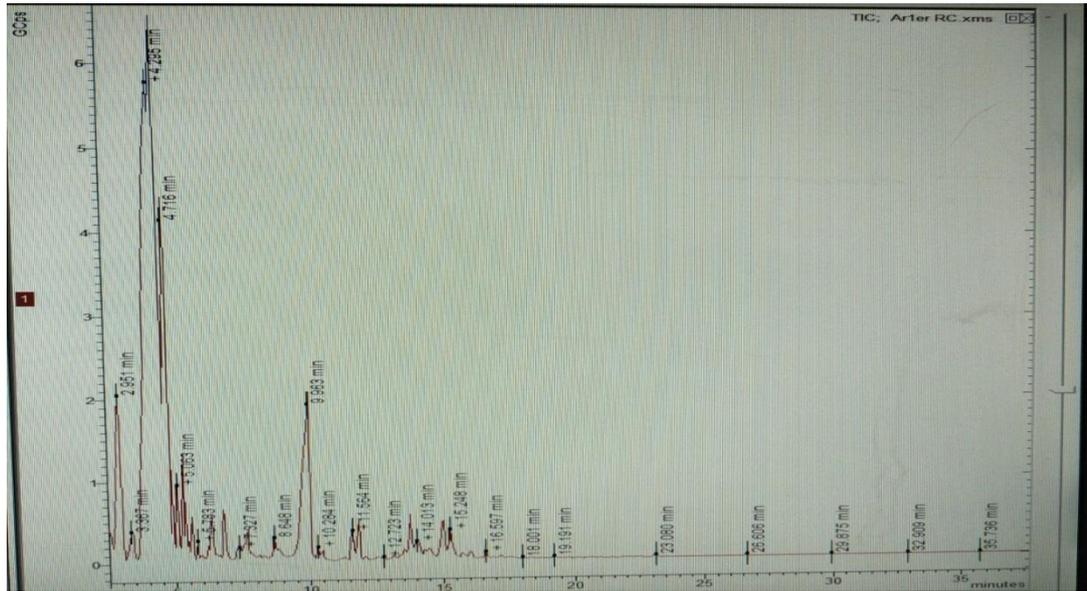


Figure 20: Chromatogramme d'HE d'*A. herba alba* obtenu de 1^{ère} récolte.

➤ Echantillon de 3^{ème} récolte d'*A. herba alba*:

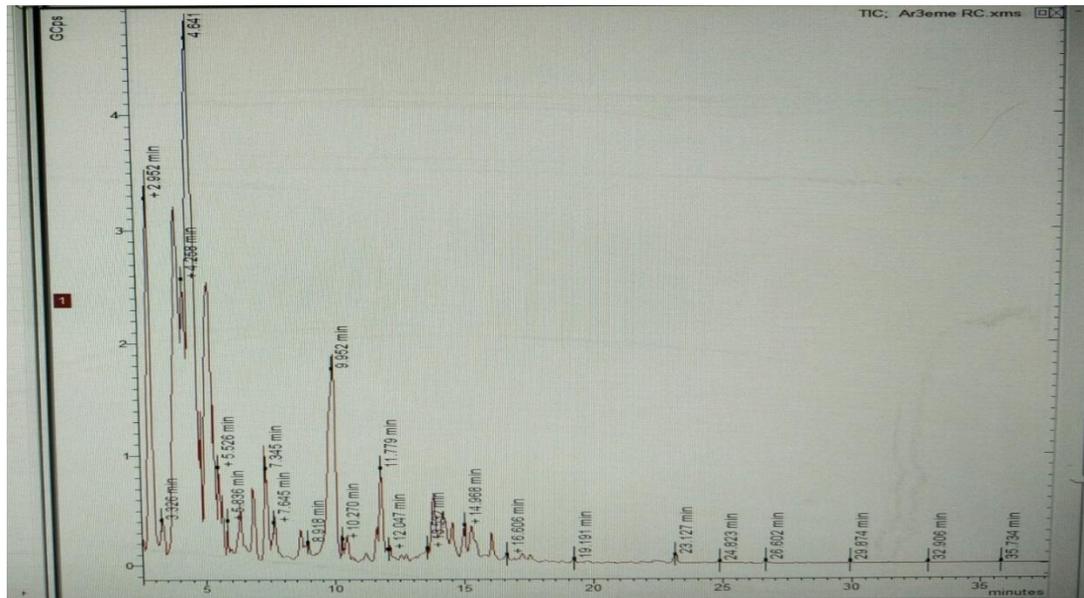


Figure 21: Chromatogramme d'HE d'*A. herba alba* obtenu de 3^{ème} récolte.

D'après les chromatogrammes obtenus dans les figures (18, 19) d'HE de *P. scoparius* et les figures (20, 21) d'HE d'*A. herba alba* à partir les analyses chromatographiques en phases gazeuse (CPG) :

1. Les résultats montrent qu'il n'y a pas une grande différence dans la composition chimique des HE de *P. scoparius* récoltées en automne et en hiver.

2. Par contre pour les HE *d'A. herba alba*, on peut remarquer que le pourcentage des monoterpènes dans la 3^{ème} récolte (hiver) plus élevé par rapport la 1^{ère} récolte (automne).

En raison des faibles rendements obtenus au cours de nos travaux, nous n'avons pas pu effectuer toutes les mesures nécessaires pour déterminer l'effet de la période de récolte sur les propriétés physico-chimique de l'huile. Nous avons donc recherché des études qui prouvent notre objectif (**tableau 01 : chapitre II**).

D'après **ERBAS Sabri (2008)**, **İNAN Memet (2011)** et **MEKKAOUI Salma (2017)**, Les résultats important de ces trois études montrées que le meilleur rendement et la plus forte teneur des composés principaux en HE a été détecté à la saison de floraison [46, 48, 49].

Selon l'étude de **BOUKHATEM Mohamed Nadjib (2010)**, les valeurs des indices physico-chimiques obtenus de leur travail après la comparaison on remarque que les paramètres physico-chimiques de cette HE sont en accord avec ceux mentionnés par les normes [47].

A partir l'étude de **SANTOS Martiely (2012)**, le moment de la récolte a eu un effet important par rapport que les conditions climatiques sur la teneur en HE avec la valeur la plus élevée trouvée à l'après-midi, sans changement de la composition chimique [53].

Dans les 2 études de **MIGUEL Maria Graça (2003, 2007)** qui utilisé la fertilisation, le rendement en huile le plus élevé a toujours été obtenu en juin (été) indépendamment du milieu de culture ou du type de fertilisation utilisé [50, 54].

Les résultats obtenus à partir le travail de **NOOHI Nasim (2017)**, montrent que le meilleur rendement et le pourcentage de constituant principale plus élevée en HE de fleurs de Kewda (*Pandanus fascicularis*) a été obtenu par les fleurs stockées à froid à 3 h [51].

Pour les résultats de **HAILE Fikre Mariam (2018)** de son travail sur la plante *d'Eucalyptus globulus* le teneur en HE au jour de flétrissement est plus élevé par rapport le teneur en HE à la récolte quand la position des feuilles entre le haut et bas de la partie aérienne de plante [52].

En général, le résultat global obtenu par les études mentionnées dans la synthèse bibliographique confirme la relation entre la période de récolte et le rendement, la composition chimique et les indices physiques des huiles obtenues.

Dans notre expérience les résultats montrés que la période de récolte a un effet sur les indices chimiques et la composition des monoterpènes entre les deux récoltes d'une part.

D'autre part, pour les indices physiques il n'y a pas une grande différence.

Conclusion

Les plantes aromatiques restent toujours la source fiable des huiles essentielles connus par leurs propriétés thérapeutiques, cosmétiques.

L'objectif de notre travail pour faire une étude de l'influence de la période de récolte sur d'huile essentielle de *Pituranthos scoparius* et *d'Artemisia herba alba* de la région de Ghardaïa.

Cette étude a montré que la teneur en huiles essentielles des parties aériennes de *Pituranthos scoparius* et *d'Artemisia herba alba* varie significativement avec la période de récolte.

- Les meilleurs rendements en huile pour *P. scoparius* et *l'A. herba alba* ont été enregistrés lors de la 1^{ère} récolte (l'Automne) ils sont estimés respectivement à environ de 0.133 et 0.93 ;
- Les faible rendements ont été obtenus en hiver ; 0.057 pour *P. scoparius* et 0.31 pour *l'A. herba alba*.

Les résultats de cette étude confirment aussi l'existence d'une relation entre la période de récolte et la composition chimique des huiles essentielles d'une part et sur les indices physiques de ces huiles d'autre part.

Les caractéristiques organoleptiques pour chaque plante sont les mêmes dans tous les récoltes.

Les indices physiques de l'huile de *P. scoparius* obtenue à l'automne sont plus élevés par rapport à l'hiver.

Pour *l'A. herba alba* la densité de la 1^{ère} récolte est plus élevée que la 2^{ème} récolte, au contraire de l'indice de réfraction. Le pouvoir rotatoire a été de même valeur pour les deux récoltes.

La saison de récolte pas d'influer sur la composition chimique en HE de *P. scoparius*, par contre le pourcentage des monoterpènes qui contiennent dans l'HE de la 3^{ème} récolte *d'A. herba alba* est plus élevé que la 1^{ère} récolte.

Par comparaison de nos résultats avec les résultats des autres chercheurs, nous avons constaté que la période de récolte affectait de manière significative sur le rendement et les caractéristiques physico-chimiques d'HE.

Suite de ces résultats, pour une exploitation industrielle, il est impératif donc d'extraire l'huile essentielle des plantes aromatiques dans les premiers jours après leur récolte, puisque la teneur en huiles essentielles est à son maximum. Au-delà de cette période, elles perdent qualitativement et quantitativement leurs huiles essentielles.

Références bibliographiques

- [1] BOUSBIA, Nabil, 2011, *Extraction des huiles essentielles riches en antioxydants à partir de produits naturels et de coproduits agroalimentaires*, Thèse de doctorat. Chimie. Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse & Ecole Nationale Supérieure Agronomique. P 3. Disponible sur www.theses.fr/2011AVIG0243.pdf
- [2] C. Bourrel, 1993, *Analyse chimique, activités biologiques et antioxydants d'extraits de plantes aromatiques sélectionnées*, Thèse de l'Institut National Polytechnique de Toulouse. Toulouse, France.
- [3] A. Touil, S.Ghouati, J. Creche, 2003, *Flavonoid glucosides from pituranthoschloranthus*. Chemistry of compounds, vol. 42, N. 1.
- [4] M. Boussaid, N. Ben Fadhel, M. Ben M'hamed, 1998, *Structure of vegetation in Northern and Central Tunisia and Protective Measures*. Cah. Opt. Mediter., Vol. 38, pp. 295-302.
- [5] F. Chemat, M. AbertVian, O. Dangles, (2007-1), *Essential oils as antioxidants*, *International Journal of Essential Oil Therapeutics*.
- [6] J.F. Cavalli, 2002, *Caractérisation par CPG/IK, CPG/SM et RMN du carbone-13 d'huiles essentielles de Madagascar*, Thèse université de Corse Pascal Paoli.
- [7] Association Française de Normalisation, 1986, Recueil de normes Françaises "*Huiles essentielles*", AFNOR, Paris. AFNOR NF T 75-006.
- [8] BOUTEKEDJIRET, Chahrazed, Septembre 1999, « *Etude des procédés d'extraction appliqués à la récupération des essences de Romarins. Transfert de matière et modélisation* ». Thèse de Doctorat d'Etat. Algérie.
- [9] PADRINI. F et LUCHERONI. M.T, *le grande livre des huiles essentielles*, Ed de Vecchi. 1996. P 115.
- [10] ZERMANE, Ahmed, 2010, *Etude de l'Extraction supercritique Application aux Systèmes Agroalimentaires*, Thèse de doctorat. Chimie Industrielle. Université de Constantine (Algérie).P 20. Disponible sur <https://bu.umc.edu.dz/theses/ch-ind/ZER5678.pdf>
- [11] J. Bruneton, 1987, *Pharmacognosie*, Ecole technique de documentation, Ed. Ravoille.
- [12]HERNANDEZ OCHOA, Leon Raul, 2005, *Substitution de Solvant et matières actives de synthèse par un combiné « Solvant/Actif » d'origine végétale*, Thèse de doctorat. Sciences de

procèdes. L'Institut National Polytechnique de Toulouse (France). P 20-22, 32. Disponible Sur ethesis.inp-toulouse.fr/archive/00000207/01/hernandez_choa.pdf

[13] M. J. Népomuscène, B.sc. Chem. Eng, 1995, *Caractérisation des huiles essentielles du bleuet nain, vaccinium angustifolium*. Thèse d'Université du Québec à Chicoutimi.

[14] L. Ganou, 1993, *Contribution à l'étude des mécanismes fondamentaux de l'hydrodistillation des huiles essentielles*. Thèse de l'INP Toulouse, France.

[15] L. Bottin, 2006, *Déterminants de la variation moléculaire et phénotypique d'une espèce forestière en milieu insulaire: cas de Santalum austrocaledonicum en Nouvelle-Calédonie*, Montpellier.

[16] HAMEURLAINE, Samir, 2009, *Mise en évidence des huiles essentielles contenues dans les plantes Pituranthos scoparius et Rhanterium adpressum de la région de Ghardaïa*, Thèse de magister. Chimie Organique. Université d'Ouargla (Algérie). P 15. Disponible sur https://bu.univ-ouargla.dz/Hameurlaine_Samir.pdf?idthese=559

[17] SEDDIK, Miloud, 2010, *Analyse physico-chimique, chromatographique et spectroscopique de l'huile essentielle d'Ammodendron verticillata de la région d'Adrar. Etude de son activité biologique et anti-oxydante*, Thèse de magister. Chimie Moléculaire. Université d'Oran (Algérie). P 11,24, 27-29,30-32,40. Disponible sur <https://theses.univ-oran1.dz/document/TH3194.pdf>

[18] I. Amalia Kartika, 2005, *Nouveau procédé de fractionnement des graines de tournesol: expression et extraction en extrudeur bi vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol*, Thèse doctorat de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, France.

[19] M. E. Lucchesi, F. Chemat, J. Smadja, 2004, *An original solvent free microwave extraction of essential oils from spices*, flavour and fragrance journal J.19: 134–138

[20] A. Sivropoulou, E. Papanikolaou, C. Nikolaou, S. Kokkini, T. Lanaras, M. Arsenakis, 1996, *Antimicrobial and cytotoxic activities of origanum essential oils*, J. Agric. Food Chem. 44, 1202-1205.

[21] A. Zambonelli, A.Z. D'Aurelio, A. Severi, E. Benvenuti, L. Maggi, A. Bianchi, 2004, *Chemical composition and fungicidal activity of commercial essential oils of thymus vulgaris L.* J. Essent. Oil Res 16(1), 69-74.

- [22] T. Mangena, N.Y.O. Muyima, 1999, *Comparative evaluation of the antimicrobial activities of essential oils of artemisiaaafra, pteroniaincana and rosmarinus officinalis on selected bacteria and yeast strains.* Lett. Appl. Microbiol. 28(4) 291-296.
- [23] J.M. Tedder, 1970, *Basic Organic chemistry*. Ed. John Wiley & Sons. New York.
- [24] D. Zakarya, T. Fathallah, M. Chascrette, 1993, *Use of multifunctional autocorrelation method to estimate molar volumes of alkanes and oxygenated compounds. Comparison between components of autocorrelation vectors and topological indices.* J. Phys. Org. Chem. 6 (10), 574-582.
- [25] KALLA, Ali, 2014, *Etude et valorisation des principes actifs de quelques plantes du sud algérien : Pituranthos scoparius, Rantherium adpressum et Traganum nudatum*, Thèse de doctorat. Chimie. Université Mentouri de Constantine. P 10, 21, 48. Disponible sur <https://bu.umc.edu.dz/theses/chimie/KAL6323.pdf>
- [26] E.Yayi, D. Joachin, L. Gbenou, A. Leon, A. Ahoussi, M. Moudachirou, J. C. Chalchat, 2004, *Ocimum gratissimum L., siège de variations chimiques complexes*, C.R. Chimie 7, 1013–1018.
- [27] N. Nait Said, 2007, *Etude phytochimique des extraits chloroformiques des plantes Pituranthos chloranusthus et Marrubium vulgare*, Mémoire de magister à l'université EL-Hadj Lakhdar-Batna, Algérie.
- [28] A. Luicita, R. Lagunez, 2006, *Etude de l'extraction de métabolites secondaires de différentes matières végétales en réacteur chauffé par induction thermomagnétique directe*, Thèse de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, France.
- [29] P. Morin, H. Richard, 1985, *Thermal degradation of lineally acetate during steam distillation in Proc. 4 Fh Weurman Flav, Res. Symp. Elsevier Sci. Publ. B.V. Amsterdam*, pp 563-576.
- [30] J.Q. Cu, 1990, *Extraction de compositions odorantes végétales par divers solvants organiques*. Thèse de l'Institut Nationale Polytechnique. Toulouse, France.
- [31] M. Paris, M. Hurabielle, 1980, *Abrégé de Matière Médicale (Pharmacognosie)*, Tome 1 Paris.
- [32] J. Bruneton, 1999, *Pharmacognosie Phytochimie Plantes Médicinales*, Paris. 3^e édition.

- [33] LONGEVIALLE. P, 1981, *Spectrométrie de masse des substances organiques*, Masson.
- [34] EVANS. M. B, AND HAKEN. J. K, 1989, *Recent Developments in the Gas Chromatographic Retention Index Scheme*, J. Chrom. 472, 93-127. Experimentia, 46, 660-670.
- [35] Franchomme. P, Pénoël. D, *L'aromathérapie exactement*. Encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles. Roger Jollois (2001). 445p.
- [36] Fernandez. X, Chemat. F, *La chimie des huiles essentielles*. Editions Vuibert. 2012. 288p.
- [37] Kaloustian. J, Hadji-Minaglou. F, *La connaissance des huiles essentielles*. Qualitologie et aromathérapie. Springer (2012). 210p.
- [38] DESCHEPPER Robin, 2017, *Variabilité de la composition des huiles essentielles et intérêt de la notion de chémotype en aromathérapie*. Thèse de doctorat. Pharmacie. Université de Marseille (France). p :12-13 . Disponible sur : <https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-01515314/document>
- [39] Faucon. M, *Traité d'aromathérapie scientifique et médicale*. Sang de la terre (2012). 880p.
- [40] *Polycopie de travaux pratiques de la chimie des substances naturelles de S6*, Université d'ibn tofail, 2009/2010.
- [41] Mohamdi. Z, 2005, *Etude du pouvoir et antioxydant des huiles essentielles et flavonoïdes de quelques plantes de la région de Tlemcen*. Thèse de doctorat, université Abou Baker belkaïd Tlemcen, 89-92.
- [42] AFNOR. « *Recueil de normes : les huiles essentielles. Tome 2. Monographies relatives aux huiles essentielles* ». AFNOR, Paris, 2000, 661-663.
- [43] Mordet. F, 1992.
- [44] AFNOR NFT 60-220.
- [45] J. Bruneton, 1999, *Pharmacognosie Phytochimie Plantes Médicinales*, Paris. 3^e édition.

- [46] ERBAS Sabri, 2008, *Effects of harvest time and drying on essential oil properties in lavandin (Lavandula × intermedia Emeric ex Loisel.)*. Turkish Journal of Field Crops. N13 p 23-31 Disponible sur : <https://www.researchgate.net/publication/283891209>
- [47] BOUKHATEM Mohamed Nadjib, 2010, *Extraction, composition et propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle du Géranium Rosat (Pelargonium graveolens L.) cultivé dans la plaine de Mitidja (Algérie)*. Nature et Technologie. N° 03. p 37 – 45. Disponible sur : <http://www.webreview.dz/spip.php?article1621>
- [48] İNAN Memet , 2011, *Effect of Harvest Time on Essential Oil Composition of Thymbraspicata L. Growing in Flora of Adiyaman*. Advances in Environmental Biology. Vol 5 N°2 p: 356-358 .Disponible sur : <https://www.researchgate.net/publication/228501901>
- [49] MEKKAOUI Salma, 2017, *Effect of Harvest Period on Yield, Chemical Composition and Antibacterial Activity of the Essential Oils of Thymus Satureioides*. International Journal of Pharmacognosy and Phytochemical Research vol 9(1). P 17-21. DOI: 0.25258/ijpapr.v9i1.8034 Disponible sur : www.ijppr.com
- [50] MIGUEL MG, 2007, *Essential oils of Rosmarinus officinalis L., effect of harvesting dates, growing media and fertilizers*. Proc. of the 3rd IASME/WSEAS Int Conf. on Energy, Environment, Ecosystems and Sustainable Development, Agios Nikolaos, Greece. P65-70. Disponible sur : <http://www.wseas.us/e-library/conferences/2007creteeesd/papers/562-158.pdf>
- [51] NOOHI Nasim, 2017, *Effect of harvesting time and storage on essential oil and PEME content of Pandanus fascicularis*. Journal of Applied Pharmaceutical Science Vol. 7 (10), p. 185-189 DOI: 10.7324/JAPS.2017.71027 ISSN 2231-3354 Disponible sur <http://www.japsonline.com>.
- [52] HAILE Fikremariam, 2018, *Influence of Harvesting Season, Leaf Position and Wilting Period on Essential Oil Content of Eucalyptus globulus Leaves*. World Journal of Agricultural Sciences vol 4 N14 p123-127. DOI: 10.5829/idosi.wjas.2018.123.127. Disponible sur : [https://www.idosi.org/wjas/wjas14\(4\)18/3.pdf](https://www.idosi.org/wjas/wjas14(4)18/3.pdf)
- [53] SANTOS, Martiely S , 2012, *Harvest time and plant age on the content and chemical composition of the essential oil of Alpinia zerumbet*. Hortic. Bras. vol.30, n.3, p.385-390. DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/S0102-05362012000300005>.

- [54] MiGUEL, Maria Graça, 2003, *Essential oils of Portuguese Thymus mastichina (L.) L. subsp mastichina grown on different substrates and harvested on different dates*. Journal of horticultural science & biotechnology. DOI: <http://dx.doi.org/10.1080/14620316.2003.11511631>
- [55] DEMARNE FE. « *Le géranium rosat* ». *Parfums, Cosmétiques et Arômes*, n°62, 1985.
- [56] GILLY G. « *Les plantes à parfum et huiles essentielles à Grasse* ». L'HARMATTAN, Paris 1997, pp : 11-19.
- [57] LIS-BALCHIN M. « *Geranium and pelargonium: the genera Geranium and Pelargonium* ». CRC Press, Taylor & Francis, London, 2002, pp: 116-131, 147-165, 184 - 217.
- [58] Moretti, M. D. L., Peana, A. T., Passino, G. S., Solinas, V., *Effects of soil properties on yield and composition of Rosmarinus officinalis essential oil*, Journal of Essential Oil Research, 10, 1998, 43-49, 261-267.
- [59] Ravid, U., Putievsky, E., Katzir, I., Lewinsohn, E., Dudai, N., *Identification of (1R)(+)-verbenone in essential oils of Rosmarinus officinalis L.*, Flavour and Fragrance Journal, 12, 1997, 109-112.
- [60] Raina VK, Kumar A, Srivastava SK, Syamsundar KV, Kahol AP. *Essential oil composition of "kewda" (Pandanus odoratissimus) from India*. Flavour Fragr J, 2004; 19:434-436.
- [61] REIS MS; MARIOT A. 2000. Diversidad natural e aspectos agronômicos de plantas medicinais. In: Simões, CMO. (ed). *Farmacognosia: da planta a medicamento*. 2. ed. Porto Alegre/ Florianópolis: Ed. da UFRGS/ Ed. da UFSC p. 39-60.
- [62] SIMÕES CMO; SPITZER V. 2000. Óleos voláteis. In: SIMÕES, CMO *et al. Farmacognosia: da planta a medicamento*. 2.ed. Porto Alegre/Florianópolis: UFRGS/UFSC. p. 387-416.
- [63] MARCHESE JA; FIGUEIRA GM. 2005. O uso de tecnologia de pré e pós-colheita e boas práticas agrícolas na produção de plantas medicinais e aromáticas. *Revista Brasileira de Plantas Medicinais* 7: 86-96.
- [64] BLANK AF; COSTA AG; ARRIGONI-BLANK MF; CAVALCANTI SCH; ALVES PB; INNECCO R; EHLERT PAD; SOUSA IF. 2007. *Influence of season, harvest time and*

drying on Java citronella (*Cymbopogon winterianus* Jowitt) volatile oil. *Brazilian Journal of Pharmacognosy* 17: 557-564.

[65] SILVA F; SANTOS RHS; DINIZ ER; BARBOSA LCA; CASALI, VWD; LIMA RR. 2003. Teor e composição do óleo essencial de manjeriço (*Ocimum basilicum* L.) em dois horários e duas épocas de colheita. *Revista Brasileira de Plantas Medicinai*s 6: 33-38.

[66] R. Anton, 1999, *Plantes thérapeutiques, tradition, pratique officinales, science et thérapeutique*. Edition française.

[67] P. Ozenda, 1991, *Flore et Végétation du Sahara*, Ed. CNRS Paris France.

[68] Haba. H, 2002, Thèse de magister chimie, Université EL-Hadj Lakhdar, Batna, Algérie.

[69] F. Quezel, S. Santa, 1962, *Nouvelle Flore de l'Algérie et des Régions Désertiques Méridionales*, Vol.1-2 Ed. CNRS, Paris France.

[70] R. Neger, 2009, *Petite Flore des Régions Arides du Maroc Occidental*, Tome 2 Ed. CNRS, Paris France.

[71] P. Verite, A. Nacer, Z. Kabouche, Z. Seguin, 2004, *Composition of seeds and stems essential Oils of *Pituranthos scoparius* (Coss.&Dur)*, Schinz. *Flavour Frage*, 19: 562-564.

[72] V. Hammiche, K. Maiza, 2006, *Traditional medicine in Central Sahara: Pharmacopoeia of Tassili N'ajjer*. *Journal of Ethnopharmacology* 105 358–367.

[73] Haba, H. Benkhaled, M. G. Log, C. Lavaud, C. *Natural Product Reseqrch*. 18, 5, 2004, pp 409- 413.

[74] Verni. G ,Zamkotsian. R-M Verbin. G, Ghiglione. C, Dahia. M, etPqrkqnyim. C, 1999, *Abstracts of papers American Chemical Society*, 217 (1-2), P: AGFD

[75] Vernin. G, Lageot. C, Ghiglione. C, Dahia. M, et Parkanyi. C, 1999, *Journal of Essential Oil Research*, 11 (6), P: 673-676.

[76] Ahmed. A. A, Abou El-Ela. M, Jakupovic. J, Seif El-Din. A. A, Sabri. N, *Phytochemistry* (1990), 29, 3661–3663.

[77] Benjumea. D, Abdala. S, Hernandez-Luis. F, Pe´rez-Paz. P, Martin-Herrera. D, *J Ethnopharmacol*. (2005), 100, 205–209.

- [78] Darias. V, Bravo. L, Barqui'n. E, Marti'n-Herrera. D, Fraile. C, J Ethnopharmacol. (1986), 15, 169–193.
- [79] Dhingra. V, Rao. K.V, Narasu. L, Life Sci. (2000), 66, 279–300.
- [80] El-Massry. K. F, El-Ghorab. A. H, Farouk. A, Food Chem. (2002), 79, 331–336.
- [81] Guardia. T, Juarez. A. O, Guerreiro. E, Guzma'n. J.A, Pelzer. L, J Ethnopharmacol. (2003), 88, 195–198.
- [82] Heywood. V. H, Humphries. C. J, 1977, Anthemideae – systematic review. In: Heywood, V.H., Harborne, J.B., Turner, B.L. (Eds.), the Biology and Chemistry of the Compositae, vol. 2. Academic Press, London/ New York/San Francisco, pp. 851–898.
- [83] Kim. J. H, Kim.H. -K, Jeon. S. B, Son. K.-H, Kim. E. H, Kang. S. K, Sung. N. D, Kwon. B.-M, Tetrahedron Lett. (2002), 43, 6205–6208.
- [84] Kim. K. S, Lee. S, Lee. Y. S, Jung. S. H, Park. Y, Shin. K. H, Kim. B.-K, JEthnopharmacol. (2003), 85, 69–72.
- [85] Kordali. S, Kotan. R, Mavi. A, Cakir. A, Ala. A, Yildirim. A. J, Agric. Food. Chem. (2005), 53, 9452–9458.
- [86] Lee. H, Lin. J.-Y, Mutat. Res. (1988), 204, 229–234.
- [87] Lee. S. H, Kim. H. K, Kang. H. M, Seo. J.-M, Son. K. H, Lee. H.-S, Kwon. B.-H. J, Org. Chem. (2002), 67, 7670–7675.
- [88] Lee. S. H, Lee. M.-Y, Kang.H.-M, Han. D. C, Son. K.-H, Yang. D.C, Sung. N.-D, Lee. C.W, Kim. H. M, Kwon. B.-M, Biorg. Med. Chem. (2003), 11, 4545–4549.
- [89] Marco. J. A, Barber'a. O, 1990, *Natural products from the genus Artemisia*. In: Atta-ur-Rahman, X. (Ed.), Studies in Natural Products Chemistry, vol. 7A. Elsevier Science, Amsterdam, pp. 201–264.
- [90] Mi~no. J, Moscatelli. V, Hnatyszyn. O, Gorzalczany. S, Acevedo. C, Ferraro. G, Pharmacol. Res. (2004), 50, 59–63.
- [91] Mueller. M. S, Karhagomba. I. B, Hirt. H. M, Wemakor. E. J, Ethnopharmacol. (2000), 73, 487–493.

- [92] Pathak. V. P. and Khanna. R. N, phytochemistry, (1987), 26, 2103.
- [93] Ribnicky. D. M, Poulev. A, Watford. M, Cefalu. W. T, Raskin. I, phymed. (2005).
- [94] Setzer. W. N, Vogler. B, Schmidt. J. M, Leahy. J.G, Rives. R, Fitoterapia (2004), 75, 192–200.
- [95] Seo. J.-M, Kang. H.-M, Son. K.-H, Kim. J. H, Lee. C.W, Kim. H. M, Chang. S.-I, Kwon. B.-M, Planta Med. (2003), 69, 218–222.
- [96] Tan. R. X, Zheng. W. F, Tang. H.Q, Planta Med. (1998), 64, 295–302.
- [97] Pottier. G, *Artemisia herba-alba*, Flore de la Tunisie: angiospermes dicotylédones–gamopétales, (1981) p 1012.
- [98] Nabli. M. A, 1989, *Essai de synthèse sur la végétation et la phyto-écologie tunisiennes*, tome I. Ed. MAB (Faculté des sciences de Tunis); 186-188 p.
- [99] Mucciarelli. M and Maffei. M, 2002, *Artemisia: Introduction to the Genus* Vol. 18 Ed Colin W.W. in Taylor & Francis. Ed. London and New York. pp: 10-16.
- [100] Gharabi. Z, Sand. R. I, 2008, *Artemisia herba Alba asso*. A guide to Medicinal Plants in North Africa: 49-49.
- [101] Twaij. H. A, Al-badr. A, 1988, *Hypoglycaemic activity of Artemisia herba-alba*, J Ethnopharmacol. Vol. 24 (2-3):123–126.
- [102] Baba. Aissa. F, 2000, *Encyclopédie des plantes utiles. Flore d'Algérie et du Maghreb. Substances végétales d'Afrique, d'Orient et d'Occident*. Edition librairie moderne. Rouiba.
- [103] Aouadhi. S, 2010, *Atlas des risques de la phytothérapie traditionnelle. Étude de 57 plantes recommandées par les herboristes*. Thèse magistère : toxicologie. TUNIS : Faculté de médecine. 196p.
- [104] Fenardji. F, Klur. M, Furlon. C, Ferrando. R, *White Artemisia (Artemisia herba alba L.)*. Rev. Elev. Med. Vet. Pays Trop., (1974) 27(2):203-6.
- [105] Aidoud. A, *Les écosystèmes Armoise blanche (Artemisia herba-alba Asso)*. II: Phytomasse et productivité primaire. Biocénoses, (1989), 1-2 : 70-90.

[106] Da Silva J. A, *Mining the essential oils of the Anthemideae*. African Journal of Biotechnology December (2004) Vol. 3 (12), 706-720 p.