

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



SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA

Faculté des Sciences appliquées

Département de Génie des Procédés

Mémoire fin d'études

MASTER ACADEMIQUE

Domaine: Sciences et Technologies

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique

Présenté Par :

Abbane Meriem

Benesseddik Bahidja

Thème :

**Détermination des conditions optimales de séchage de la plante
Aromatique *Mentha péligum* (Région Ouargla)**

Devant le jury composé de:

Dr. Bilal Goudjil	MCA (UKM Ouargla)	Président
Dr. Souad Zighmi	MCB (UKM Ouargla)	Examinatrice
Pr. Ladjel Segni	Pr. (UKM Ouargla)	Encadreur

Année Universitaire : 2022/2023

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail tous d'abord à :

- ❖ L'homme qui m'a soutenu financièrement et moralement, m'a toujours fait confiance et m'a encouragé toute ma vie « mon père **Abdulrahmane**, je lui souhaite une longue vie et une bonne santé.
- ❖ La Femme intelligente Ma mère **Rebha**, paradis de ma vie, source de ma force et de sourire, secret de mon succès.
 - ❖ À mes quatre fleurs **mes sœurs** et à mes deux yeux **mes frères**.
 - ❖ À toute la famille.
- ❖ À ma chérie **Bahidja**, mon partenaire de cette mémoire, Mon précieux gain des années universitaires.
- ❖ À ma chérie **Madina** Mon fidèle soutien dans les mauvais moments avant le bon
 - ❖ À tous mes amis qui m'ont soutenu de près ou de loin.

Meriem

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

- ◆ À l'âme de ma grand-mère bien-aimée, qui était mon paradis dans ce monde, et qui a toujours souhaité me voir ici, comme je souhaitais que tu sois avec moi et à mes côtés, pour toi et pour ton cœur, qui m'a tant donné, je sais que tu me vois et que tu es fier de moi d'au-dessus des sept cieux, que Dieu ait pitié de toi miséricorde dans l'immensité des cieux et de la Terre.
- ◆ À mes chères parents, mon père **Abdelrezzak** et ma mère **Sabah** pour leur soutien, leur amour, leur patience et leur sacrifice, qui m'ont permis d'obtenir un master en Génie chimique et de devenir la personne que je suis, je souhaite pour vous une longue vie et une bonne santé.
- ◆ À mes chères frères et sœurs, et à toute la famille de **Benesseddik**
- ◆ À mon cher fiancé **Adel sadouki** pour sa chaleureuse sympathie, son soutien inestimable et son sourire dans les moments difficiles.
- ◆ À **Meriem** et **Manel**, amies de mon âge et compagnes de mon chemin, à celles que j'ai toujours trouvées près de moi dans les mauvais moments avant le bon.
- ◆ À tous ceux qui me connaissent et m'ont soutenu, même avec le sourire

Bahidja

REMERCIEMENTS

Nous remercions Dieu Tout-Puissant de nous avoir réconciliés et de nous avoir donné la force de faire ce travail.

Nous remercions L'encadrement scientifique de ce travail a été assuré par Monsieur **Segni Ladjel** Professeur au département de Génie de procédé à l'université de Kasdi Merbah Ouargla, pour avoir dirigé ce travail, nous le remercions vivement Pour ses observations importantes, ses conseils et sa gentillesse, sa patience, sa confiance et sa disponibilité tout au long de ce travail malgré ses engagements. Dieu lui a donné la santé et le bien-être.

Nous remercions également, **Dr. Bilal Goudjil** prof à l'université d'Ouargla, pour avoir accepté de présider ce jury.

Nous remercions également **Dr. Souad Zighmi** Prof à l'université d'Ouargla, pour accepter de juger ce mémoire.

Nous remercions tous les professeurs qui nous ont enseigné au cours de ces années.

Nous tenons également à remercier **Dr Omar El Khettab Mokrani** pour ses conseils, son soutien et ses encouragements importants.

On remercie plus précisément Nos chers parents pour leur soutien et nos familles. et nos amis

Nous remercions également madame **Siham Meflah** pour ses encouragements et son soutien moral et tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.

Résumé

Le but de cette étude était d'évaluer l'effet du séchage naturel à l'ombre sur la teneur en huiles essentielles extraites des feuilles de menthe péligum pour mieux contrôler la qualité des plantes aromatiques et médicinales. cette étude a été menée tout au long de l'année afin de déterminer les conditions optimales de séchage au cours de chaque saison. L'huile est obtenue par distillation à l'eau à l'aide d'un appareil de type Clevenger, et ce dans les deux heures suivant l'apparition des premières gouttes de distillat.

Les analyses physiques et chimiques des huiles essentielles sont conformes aux normes AFNOR, et les analyses chromatographiques ont également montré que L'huile essentielle se compose de 28 produits dont: la cyclohexanone, le 5-méthyl-2 - (1-méthyl) qui en représente 41,15% et en tant que type chimique (produit majoritaire)

Nous avons remarqué qu'il y a une variation de rendement d'une saison à l'autre, car nous avons vu qu'en hiver le meilleur rendement est obtenu après le 7ème jour de séchage, ce qui donne de meilleurs résultats (1,75%), au printemps le meilleur rendement était le 4ème jour, comme il a été estimé (3,14%) , Cela s'explique par la différence de température d'une saison à l'autre, et c'est ce que cette thèse explique sous forme de monographie détaillée.

Mots clés :

Extraction, Huiles essentielles, *Mentha péligum*, Rendement, Séchage.

Abstract

The aim of this study was to evaluate the impact of natural shade drying on the content of essential oils extracted from *Mentha pulegium* leaves, in order to better control the quality of aromatic and medicinal plants. This study was conducted throughout the year to determine the optimal drying conditions during each season. The oil was obtained by water distillation using a Clavenger-type apparatus, within two hours after the appearance of the first drops of distillation products.

The physical and chemical analyses of the essential oils comply with AFNOR standards, and chromatographic analyses revealed that the aromatic oil consists of 47 compounds, including cyclohexanone, 5-methyl-2-(1-methyl) which accounts for 41.15% and serves as the major chemical constituent. We observed variations in yield from season to season, as the best yield was obtained after 7 days of drying with a value of approximately 1.75% in winter, 3.14% on day 4 in spring. This can be attributed to the temperature differences between seasons, which is explained in detail in this thesis as part of a comprehensive study.

Key words:

Extraction, Essential oils, *Mentha pulegium*, Yield, Drying.

المخلص:

كان الهدف من هذه الدراسة هو تقييم تأثير التجفيف الطبيعي في الظل على محتوى الزيوت الأساسية المستخرجة من أوراق النعناع بيليغوم لتحديد افضل استغلال للنباتات العطرية والطبية. تم إجراء هذه الدراسة على مدار العام من أجل تحديد ظروف التجفيف المثلى خلال كل موسم. يتم الحصول على الزيت عن طريق التقطير بالماء باستخدام جهاز نوع كليفينجر ، وهذا في غضون ساعتين بعد ظهور قطرات الأولى من نواتج التقطير.

تتوافق التحليلات الفيزيائية والكيميائية للزيوت الأساسية مع معايير أفنور ، كما أظهرت التحليلات الكروماتوغرافية أن الزيت العطري يتكون من 47 مركب بما في ذلك: سيكلوهيكسانون ، 5-ميثيل-2 - (1-ميثيل) الذي يمثل 41.15 % وكنوع كيميائي (منتج الأغلبية)

لاحظنا أن هناك تبايناً في المحصول من موسم إلى آخر ، لأننا رأينا أنه في الشتاء يتم الحصول على أفضل عائد بعد يوم 7 من التجفيف بقيمة قدرت ب (1.75%) ، في الربيع كان أفضل عائد في يوم 4 ، حيث تم تقديره (3.14%) ويفسر ذلك اختلاف درجة الحرارة من موسم إلى آخر ، وهذا ما تشرحه هذه الأطروحة في شكل دراسة مفصلة.

الكلمات المفتاحية :

الاستخلاص ، الزيوت الأساسية ، النعناع فلييو ، المرودود ، التجفيف.

Liste des tableaux

Tableau I.01	Organes de certaines plantes riches en huiles essentielle	9
Tableau II.01	Matériels de laboratoire et produits utilisés	21
Tableau III.01	Caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles	31
Tableau III.02	Les composants majoritaires de l'huile essentielle	33

Liste des figures

N°	Titre des figures	Page
Fig I.01	Mentha péligum	5
Fig I.02	Structure de l'unité isoprénique	10
Fig I.03	Structure chimique de quelques composés aromatiques extraits des HE	11
Fig I.04	Les étapes de l'obtention d'une huile essentielle	14
Fig I.05	Montage d'extraction par Hydrodistillation	14
Fig I.06	Montage de l'entraînement à la vapeur d'eau	15
Fig I.07	Montage d'extraction par solvants	15
Fig I.08	Montage d'extraction assistée par micro-ondes	17
Fig I.09	Schéma de la technique d'extraction par le CO2 supercritique	18
Fig II.01	Photo originale par « Gps »	20
Fig II.02	la plante sèche de Mentha péligum	21
Fig II.03	Montage d'extraction par Hydrodistillation	22
Fig II.04	Montage de mesure des indices chimiques	24
Fig II.05	Montage de mesure de pH	25
Fig II.06	Montage de mesure de l'indice de réfraction	26
Fig II.07	Plante de Mentha péligum Fraîchie	27
Fig II.08	Séchage de la plante Mentha péligum	28
Fig III.01	L'huile essentielle extrait de la plante sèche	30

Fig III.02	Chromatogramme en GC/SM de HE des feuilles de <i>Mentha pèligum</i>	32
Fig III.03	Évaluation de perte de poids de la plante <i>mentha pèligum</i> en fonction de séchage	34
Fig III.04	Évaluation du rendement de l'huile essentielle des feuilles de la plante <i>mentha pèligum</i> en fonction de séchage	35
Fig III.05	Variation du rendement de l'huile essentielle de <i>mentha pèligum</i> en fonction de perte de poids	36
Fig III.06	Évolution Perte de poids des feuilles de la plante <i>Mentha pèligum</i> en fonction de séchage Pendant Printemps	37
Fig III.07	Évolution du Rendement de l'huile essentielle des feuilles de la plante <i>Mentha pèligum</i> en fonction de séchage Pendant Printemps	38
Fig III.08	Variation du rendement de l'huile essentielle de <i>Mentha pèligum</i> en fonction de perte de poids Pendant Printemps	39

Liste des abréviations

<i>Abbreviations</i>	<i>Signification</i>
HE	l'huile essentielle
MP	<i>Mentha pèligum</i>
R	Rendement
Mh	Masse de l'HE obtenue en gramme
Ms	Masse des feuilles du MP séché utilisées en gramme
IA	L'indice d'acide
AFNOR	Association française de normalisation
d₂₀	Densité à 20 °C
d exp	La densité expérimentale
R_t	Temps de rétention
GC/SM	Chromatographie en phase gazeuse couplé à spectromètre de masse
GPS	Global Positioning System

Sommaire

<i>Résumé</i>	I
<i>Liste des tableaux</i>	III
<i>Liste des figures</i>	IV
<i>Liste des abréviations</i>	VI
<i>Introduction générale</i>	1

Chapitre I Etude bibliographique

I.1 Présentation de la plante étudiée « <i>Mentha pèligum</i> »	4
I.1.1 Introduction	4
I.1.2 Historique	4
I.1.3. Description botanique	5
I.1.4 Classement scientifique « <i>Mentha pèligum</i> »	6
I.1.5 Aire de répartition	6
I.1.6. Utilisation	6
I.1.7. Les avantage	7
I.2 Généralités sur les huiles essentielles	8
I.2.1 Introduction	8
I.2.2 Définition des huiles essentielles :	8
I.2.3 Historique	9
I.2.4 Localisation dans les plantes	9
I.2.5 Composition chimique	10
I.2.7 Propriétés physiques et chimiques des huiles essentielles	12
I.2.8 Utilisations des huiles essentielles	13
I.3. Les techniques d'extraction	14
I.3.1 Introduction	14
I.3.2 Les principales méthodes d'extraction	15

Chapitre II Matériel et Méthodes

II.1. Matériel végétal	20
II.2. Matériels de laboratoire et produits utilisés	21
II.3 Extraction de l'huile essentielle	22
II.4 Etude qualitative et quantitative des HEs étudiées	23
II.5. Détermination les conditions optimales de séchage naturel	27

Chapitre III Résultats et Discussions

III.1 Introduction	30
III.2.Rendement d'extraction	30
III.3. Caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles extraites	31
<i>III.4Analyses chromatographiques « GC/MS »</i>	32
<i>III.4.1- Conditions de séparations chromatographiques des huiles essentielles</i>	32
<i>II-4.2 Les compositions majoritaires</i>	33
III.5. Détermination des conditions optimales de séchage naturel	34
III.5.1 Pendant l'hiver	34
III.5.2 Pendant le printemps	37
<i>Conclusion</i>	42
Référence	43
Annexes	47

Introduction générale

L'Algérie, par sa situation géographique, offre une végétation riche et diverse. Un grand nombre de plantes aromatiques y pousse spontanément. L'intérêt porté à ces plantes n'a pas cessé de croître au cours de ces dernières années. [1]

Depuis toujours, l'homme a eu recours aux plantes pour se parfumer et se soigner sans connaître réellement les propriétés de ces plantes, n'est avoir la moindre connaissance scientifique, même sommaire, expliquant leurs vertus. Ce n'est qu'au moyen âge que les huiles essentielles ont été réellement découvertes grâce aux premières distillations et plus tard, grâce aux progrès de la science et tout particulièrement à l'apparition de la chimie. Cette médecine traditionnelle ancestrale est le précurseur de la phytothérapie et de l'aromathérapie d'aujourd'hui. [2]

Les plantes aromatiques constituent une richesse naturelle très importante dont la valorisation demande une parfaite connaissance des propriétés à mettre en valeur. Les propriétés des plantes dépendent de la présence d'agents bioactifs variés et appartenant à différentes classes chimiques. [3] Actuellement les plantes aromatiques possèdent un atout considérable, et sont largement utilisées en médecine et dans d'autres domaines d'intérêt économique tels que la parfumerie, le cosmétique, l'aromathérapie et l'agroalimentaire. [4]

Dans ce projet de fin études, nous avons abordé la plante *Mentha pèligum*, de la famille des *Labiacées*, plante aromatique riche en huiles essentielles originaire d'Europe, l'Ouest de l'Asie, le Nord de l'Afrique, Son huile essentielle est utilisée dans de nombreux domaines pharmaceutiques ; parapharmaceutiques et l'agroalimentaire.

Les huiles essentielles sont des produits naturels des plantes aromatiques de composition très complexe extraits de plantes aromatiques par différentes techniques. Elles sont odorantes, thermolabiles et de faible rendement ils sont obtenus par le processus d'extraction de ce qu'on appelle l'hydrodistillation ou distillation à la vapeur à partir de plantes entières ou de certaines parties telles que des fleurs, des fruits, des feuilles, des racines, des écorces et des graines. Ces essences considérées comme source potentielle thérapeutique grâce à leurs activités à large spectre, y compris les activités antifongiques, antibactériennes, anti-inflammatoires antivirales et antioxydantes [5]. Les méthodes de distillation sont les plus couramment utilisées car elles sont pratiques et simples, ont un rapport qualité/prix de l'huile intéressant et sont peu nocives pour l'environnement.

Introduction générale

Différentes méthodes peuvent être utilisées pour l'extraction d'huile essentielle à savoir : la distillation (hydrodistillation) , l'extraction par solvant, etc., dont, la qualité et la quantité en huile dépendent des conditions et de la technique d'extraction utilisée.

Les méthodes de distillation sont les plus utilisées en raison de leur simplicité pratique avec un rapport qualité d'huile et prix du processus intéressant et moins néfastes sur l'environnement.

Comme nous le savons que le rendement des huiles essentielles est très faibles . Donc Afin d'améliorer le rendement, nous avons fait une étude sur les conditions optimales de séchage appropriées pour obtenir un rendement élevé. Afin de répondre à cette problématique.

Le travail est organisé comme suite :

Dans le chapitre théorique nous avons trois parties. Le premier partie présente l'histoire et l'étude de cette plante, la connaître et la décrire, puis nous avons déterminé sa classification botanique.

Le deuxième partie est consacré aux généralités sur les huiles essentielles, leur composition chimique et effet thérapeutique.

Le troisième partie est réservé aux techniques d'extractions les plus importantes.

Le deuxième chapitre est la partie expérimentale où nous avons présenté les techniques utilisées Extraction de l'huile essentielle de la *Mentha pèligum* par l'hydrodistillation et indiqué les méthodes des calculs des caractéristiques physico-chimiques .

Le troisième chapitre est discussion de résultats , présenté les résultats obtenus des propriétés physico-chimiques et chromatographiques et l'étude d'optimisation de rendement de séchage

.

Le travail est clôturé par une conclusion générale et des recommandations et perspectives.

Chapitre I Etude bibliographique

I.1 Présentation de la plante étudiée « *Mentha pèligum* »

I.1.1 Introduction :

Parmi les 400 000 espèces ou 800 000, si on compte les sous espèces, les botanistes ont recensé environ 10 % de plantes aromatiques qui se retrouvent surtout dans les régions ensoleillées. Ces plantes, dotées d'un degré de sophistication important, se différencient des autres par la présence dans leurs tissus d'un certain nombre de composants très spécifiques par leurs caractères physiques (volatilité, odeur...) : les essences naturelles ou gommés.

Cette essence naturelle a reçu l'appellation d'Huile Essentielle reflétant son aspect plus ou moins liquide et huileux. Si nous nous promenons dans nos campagnes, parcs ou jardins, nous réalisons bien vite que nous avons tout autour de nous des plantes aromatiques dont les arômes dégagés éveillent. [6]

I .1.2 Historique :

La plante *Mentha pèligum* a été mentionnée dans d'anciens livres médicaux, où les anciens médecins arabes utilisaient les feuilles de la plante *Mentha pèligum* pour expulser l'humidité du cerveau en l'inhalant, et ils l'écrasaient et mettaient la poudre sur les plaies pour une guérison et un nettoyage rapide, comme les anciens chinois l'utilisaient pour traiter les maladies de la peau, l'arthrite et la douleur.

I.I.3. Description botanique :



Fig I.01: *Mentha pèligum* (photo originale)

Herbe annuelle de la famille des Labiacées, que nous avons vue en abondance dans certaines plaines. La jachère et une zone au-dessus du sol sablonneux d'inondation.

Avec des tiges rampantes et ramifiées, atteignant une hauteur d'environ 40 cm. sa couleur verte à rouge ou parfois violet. ses veines sont courtes, fourchues et de couleur brune. Sa patte est cannelée, recourbée en bas ou légèrement forgée, ramifiée.

Les feuilles poussent par paires opposées, elliptiques, de 2-3 cm de long x 1 cm de large, pubescentes, avec peu de dents vers l'extrémité. Toutes les parties de la plante sentent fort lorsqu'elles sont écrasées mais n'ont pas de glandes visibles à leur surface.

Les petites fleurs (6 mm) sont densément groupées en verticilles aux nœuds, largement séparées, annulaires, de six à cinq fleurs émergeant des feuilles axillaires, de forme tubulaire, chaque fleur laissant un fruit oblong, recouvert d'un duvet, et le fruit contient quatre graines très minuscules, de couleur brune, de forme oblongue. La plante a une forte odeur aromatique, un goût piquant. Parties utilisées : Toutes les parties supérieures de la plante. [7]

I.1.4 Classement scientifique « *Mentha péligum* »

Règne: Plantae

Division : Magnoliophyta

Classe : Magnoliopsida

Ordre : Lamiales.

Famille : lamiaceae.

Genre : *Mentha*

Nom scientifique : *Mentha péligum* L.1753.

Nom vernaculaire : *Fliou*

Saveur : Citron piquante.

Floraison : Juillet à fin septembre

[8]

I.1.5 Aire de répartition :

Mentha. péligum L. est très répandue dans l'aire méditerranéenne, elle est connue sous le nom de « *menthe pouliot* ». Et fréquente dans les milieux humides et elle est parfois cultivée comme plante condimentaire pour ses feuilles très aromatiques. C'est une espèce spontanée dans l'ensemble de l'Europe, l'Asie, l'Amérique et le Nord de l'Afrique (du Maroc à l'Égypte) [9]

I.1.6. Utilisation :

La *Mentha péligum*, connue sous le nom vernaculaire arabe de « *fliou* », est largement

Utilisée en médecine populaire dans de nombreuses cultures [10]

Les parties aériennes fleuries de cette plante sont traditionnellement utilisées pour leurs propriétés antimicrobiennes, ils contiennent des antioxydants, expectorantes, carminatives et antispasmodiques dans le traitement du rhume, la bronchite, la tuberculose, la sinusite, le choléra, les intoxications alimentaires, les flatulences et les coliques intestinales [11].

I.1.7. Les avantage :

Il est considéré comme l'un des remèdes efficaces pour nettoyer les plaies dont le corps souffre, lorsque l'herbe à chat froide est utilisée comme un type d'antiseptique utilisé pour nettoyer la zone touchée, en plus de sa capacité à construire et à réparer les tissus et cellules endommagés. En plus du patient ressentant une sorte de récupération et de récupération rapide.

Il est idéal pour éliminer les ballonnements et les gaz formés dans l'abdomen et peut être utilisé comme huile ou comme massage.

Il aide les personnes souffrant de fièvre car il fait transpirer abondamment le corps, ce qui abaisse la température élevée et la ramène à la normale.

Il est capable de soulager le stress et l'anxiété qui affligent une personne.

Il est utilisé pour traiter les vertiges et les migraines par inhalation ou en compresses sur le front.

Un traitement efficace pour les patients souffrant d'arthrite et de rhumatismes

Ceux à qui il est interdit de l'utiliser

Mentha péligum n'est pas sans danger pour les femmes enceintes et allaitantes, les enfants de moins de six ans.

I .2 Généralités sur les huiles essentielles

I.2.1 Introduction :

Les huiles essentielles sont extraites des plantes dites aromatiques. Ces plantes sont largement présentes dans la nature et sont divisées en grandes familles telles que la famille des myrtes ou les pinacées. Ils poussent partout dans le monde, chacun avec sa propre région géographique et son climat approprié. Chaque pays, chaque région géographique et chaque terroir possède ses propres huiles essentielles uniques. Parce que, selon le sol, le climat et l'environnement de croissance, la même plante produira des métabolites différents,

Bien que des études aient montré que ces huiles présentent de grands avantages lorsqu'elles sont utilisées correctement, les chercheurs soulignent que la qualité de ces huiles doit être évaluée et sécurisée, car cela ne signifie pas que les huiles sont principalement dérivées de plantes.

I .2.2 Définition des huiles essentielles :

Une huile essentielle est la fraction odorante volatile extraite des végétaux. C'est le parfum concrétisé de la plante, un véritable concentré. Elle peut être extraite de différentes parties d'un végétal : les feuilles (ex : *Eucalyptus*), les fleurs (ex : *Camomille*), l'écorce (ex : la *cannelle*), le bois (ex : le cèdre), le zeste (ex : le citron) et bien d'autres encore : les graines, les baies, les fruits, *le bulbe* ... [12] , aussi Il peut être défini comme, Les huiles essentielles sont des liquides huileux aromatiques très concentrés renfermant des mélanges complexes des substances volatils constitués de plusieurs dizaines de composés, Les facteurs environnementaux comme la température, la radiation solaire et la photopériode peuvent jouer un rôle primordial sur la qualité et la quantité de l'huile essentielle [13] .

Selon les normes de l'International Standards Organisation on Essential Oils, ISO 9235 et celle de l'Association de Normalisation Française, AFNOR NF T 75-006 (octobre 1987), une huile essentielle est définie comme: «Produit obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe des Citrus, soit par distillation à sec», [14] [15]

I.2.3 Historique :

Nous savons tous que la médecine par les plantes est la plus ancienne du monde, alors que les hommes n'ont eu longtemps que cela pour soigner leurs maladies et panser leurs blessures avec succès, car sinon nous ne serions pas là pour en parler ! Certainement, l'aromathérapie « artisanale » remonte à des dizaines d'années avant J.-C. En Asie, un alambic datant de 5 000 ans avant notre ère, indique que la Chine et l'Inde maîtrisaient déjà quelque peu les procédés d'extraction. Les Égyptiens employaient les huiles essentielles pour embaumer leurs morts 4 000 ans avant J.-C. *Cèdre du Liban, Encens, Myrrhe, Cannelle...* que de noms associés au patrimoine culturel égyptien, et mentionnés tant dans les papyrus médicaux que dans les traditions d'hygiène quotidienne. Les résines d'*Encens* découvertes dans le tombeau de Toutankhamon, 3 250 ans après son inhumation, exhalaient encore leur parfum ! [12]

I.2.4 Localisation dans les plantes :

Les huiles essentielles peuvent être stockées dans différents organes végétaux, variant en fonction de la zone productrice du végétal [16] , sommités fleuries (*Menthe, Lavande*), feuilles (*Eucalyptus, Laurier*), racines (*Vétiver*), rhizomes(*Gingembre*), écorces (*Cannelier*), bois, fruits (agrumes,*Badiane, Anis*), graines (*Muscades*). [17]

Organes	Exemples
Feuilles d'Angiospermes	Romarin, sauge, menthe
Feuille de Gymnospermes	Sapin, cèdre
Tiges	Citronnelle, lemongrass
Ecorces	Cannelier
Racines	Angelica, vetiver
Rhizomes	Acorus, gingembre
Bulbes	Oignon, ail
Bois	Santal
Fruits	Bleuet, citron
Fleurs	Jasmin, rose, jasmine
Graines	Aneth, carvi

Tableau I.01 Organes de certaines plantes riches en huiles essentielles [18]

I.2.5 Composition chimique :

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

L'ensemble de ces produits sont accumulés dans des cellules sécrétrices offrant à la plante une odeur caractéristique. [19]

Terpènes : $R-HC=CH-R$

Aldéhydes $R-CHO$

Alcools terpéniques : $R-OH$

Esters : $R-O-R$

Cétones : R_1-CO-R_2

Ester : $R-COO-R-$

A - Les terpènes :

Les terpènes 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. [20]

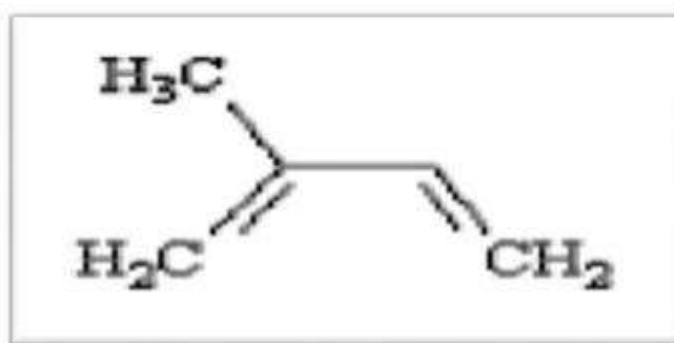


Fig I.02 : Structure de l'unité isoprénique.

L'isoprène (2-méthylbuta-1,3-diène) [21]

B - Monoterpènes

Molécules hydrocarbonées sont des composés essentiels, acycliques, monocycliques, bicycliques. Ils constituent parfois plus de 90 % de l'huile essentielle (*Citrus, Térébenthine*). Ces composés contiennent 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. [22]

C - Sesquiterpènes

Ce sont des dérivés d'hydrocarbures en $C_{15}H_{22}$ (assemblage de trois unités isoprènes). Il s'agit de la classe la plus diversifiée de terpènes qui se divisent en plusieurs catégories structurales, acycliques, monocycliques, bicycliques, tricycliques, polycycliques. Ils se trouvent sous forme d'hydrocarbures Oxygénés comme les alcools, les cétones, les aldéhydes, les acides et les lactones dans la nature. [23]

D - Diterpènes

Contiennent 20 atomes du carbone dans leurs squelettes de base. Ils sont composés de quatre unités de l'isoprène. Ils existent dans presque tout le règne végétal et appartiennent à plus que 20 types structurels. [22]

I .2.6 Les composés aromatiques

Une autre classe de composés volatils fréquemment rencontrés est celle des composés

Aromatiques dérivées du phénylpropane. Cette classe comporte des composés odorants bien

Connus comme la vanilline, l'eugénol, l'anéthol, l'estragol et bien d'autres. Ils sont davantage

Fréquents dans les huiles essentielles d'Apiaceae (persil, anis, fenouil, ect..) et sont

caractéristiques de celles du clou de girofle, de la vanille, de la cannelle, du basilic, de

Estragon, etc.[23]

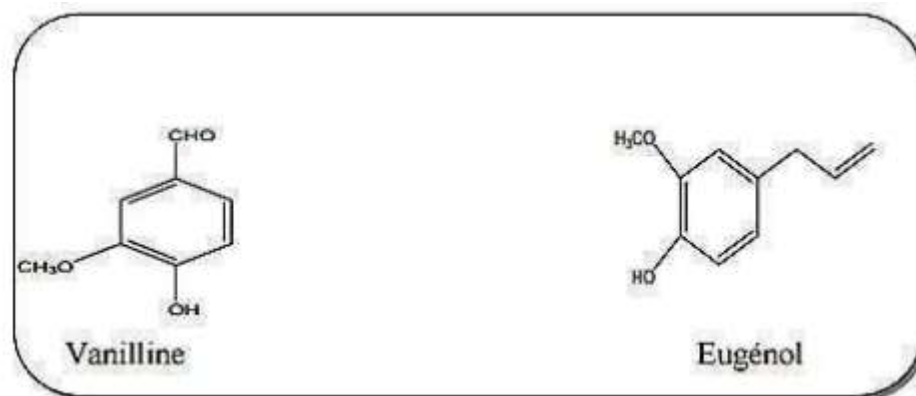


Fig I.03 : Structure chimique de quelques composés aromatiques extraits des HE

S'agit d'allyle et de propénylphénols [24]

I.2.7 Propriétés physiques et chimiques des huiles essentielles :

Toutes les HE sont volatiles, odorantes et inflammables. Leur densité est le plus souvent inférieure à 1. Seules trois HE officinales ont une densité supérieure à celle de l'eau, ce sont les HE de cannelle, de girofle et de sassafras. [18]

Chaque huile essentielle est unique, possède son odeur et ses caractéristiques spécifiques. Certaines sont particulièrement épaisses (visqueuses), comme celle de myrrhe, d'autres très foncées. En général la plupart elles sont de couleur jaune, Les huiles essentielles sont plus légères que l'eau et non miscibles (elles ne se mélangent pas à l'eau), ce qui permet de les séparer dans l'essencier de manière totalement naturelle. En revanche, elles se mélangent à l'alcool, à dans les huiles fixes et à certains solvants [12]

Leur point d'ébullition est toujours supérieur à 100°C et dépend de leurs poids moléculaires par exemple les points d'ébullition du caryophyllène, du géraniol, du citral et du α -pinène sont 260°, 230°, 228° et 156°C respectivement, mais d'après Valnet (1984), ce point varie de 160°C à 240°C. Elles ont un indice de réfraction élevé et la plupart dévient la lumière polarisée (optiquement active) [25] [26] [27]

Il peut sembler collant ou huileux, mais ce n'est pas une substance grasse. Par évaporation, ils peuvent revenir à l'état de vapeur sans laisser de traces. Ce n'est pas le cas des huiles fixes (olive, tournesol, etc) qui sont moins volatiles et laissent une trace grasse durable sur le papier.

I.2.8 Utilisations des huiles essentielles :

Ces produits naturels sont très intéressants comme matières premières pour différents secteurs d'activités tels que :

a- En pharmacies

Les HE peuvent être utilisés comme : L'aromatisation des médicaments destinés à la voie orale.

En raison de leurs effets physiologiques (*Menthes, Verveine, Camomille*)[28]

b- Parfumeries et cosmétologies

La plupart des parfums sont toujours d'origine naturelle et certaines HE constituent des bases des parfums. Exemples : *Rose, Jasmine, Vétiver, Vanille* , etc....

L'aromathérapie terme aromathérapie vient du chimiste Français René-Maurice Gatte fosse, qui a utilisé l'HE de lavande pendant la première guerre mondiale pour soigner des blessures et des infections. Selon lui, la lavande était plus appropriée pour traiter les infections que plusieurs antiseptiques utilisés à cette époque. Cette spécialité préoccupe de plus en plus des médecins et des pharmaciens qui ont publié un nombre important d'ouvrages d'aromathérapie [29]

c- Alimentations

Les huiles essentielles comme huile de *Citron, de Menthe, de Girofle...* ect sont très utilisées comme aromes dans les aliments (jus de fruits, pâtisserie)

I.3. Les techniques d'extraction :

I.3.1 Introduction :

Les huiles essentielles sont des produits naturels de composition très complexe extraits de plantes aromatiques par différentes techniques. Elles sont odorantes, thermolabiles.

Les huiles essentielles sont obtenues avec des rendements très faibles ce qui en fait des substances fragiles, rares, et précieuses. Ainsi, les différentes techniques d'extraction des huiles essentielles ou extraits aromatiques doivent d'une part, tenir compte de ces caractéristiques et d'autre part, apporter des performances quantitatives satisfaisantes [30]

Différentes méthodes peuvent être utilisées pour l'extraction des huiles essentielles, à savoir : la distillation (hydro et vapeur), l'extraction par solvant, la supercritique vapeur), l'extraction par solvant, l'extraction par fluide supercritique, etc. La qualité et la quantité de l'huile obtenue dépendent des conditions d'extraction et de la technique utilisée .Aujourd'hui, sous le terme d'"extraction verte", il n'y a pas de place pour l'extraction simple, Il est nécessaire de choisir la bonne technique d'extraction et d'optimiser ses paramètres afin d'obtenir un rendement élevé et une huile de bonne qualité. Parmi les techniques mentionnées précédemment, la distillation et l'hydrodistillation est la plus utilisée en raison de sa simplicité, une qualité d'huile intéressante, le coût du processus et l'éco compatibilité. 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 comme cela est expliqué dans la Figure I.04:

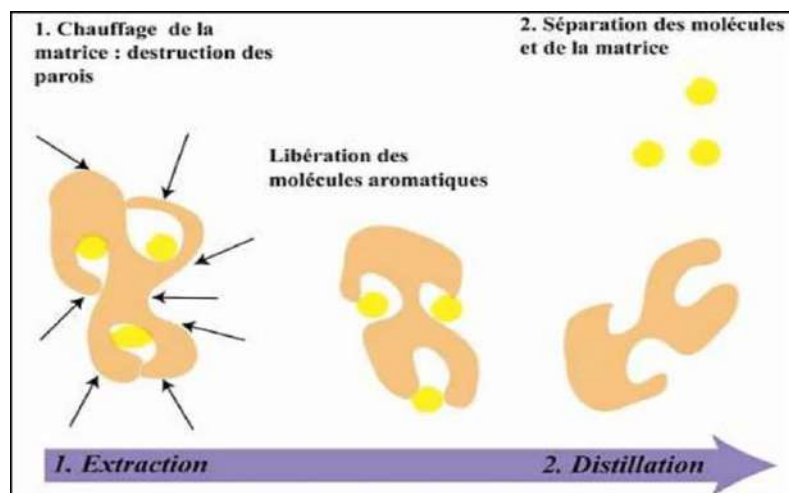


Fig I.04: Les étapes de l'obtention d'une huile essentielle [31]

I .3.2 Les principales méthodes d'extraction :

- *Extraction par hydrodistillation :*

Il s'agit de la méthode la plus simple et de ce fait là plus anciennement utilisé. Le principe de l'hydrodistillation correspond à une distillation hétérogène qui met en jeu l'application de deux lois physiques (loi de Dalton et loi de Raoult). (Le procédé consiste à immerger la matière première végétale dans un ballon lors d'une extraction au laboratoire ou dans un alambic industriel rempli d'eau placé sur une source de chaleur. Le tout est ensuite porté à l'ébullition. La chaleur permet l'éclatement des cellules végétales et la libération des molécules odorantes qui y sont contenues. Ces molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau, un mélange azéotropique. Les vapeurs sont condensées dans un réfrigérant et les huiles essentielles se séparent de l'eau par différence de densité. Au laboratoire, le système équipé d'une cohobe généralement utilisé pour l'extraction des huiles essentielles est le Clevenger. [31]

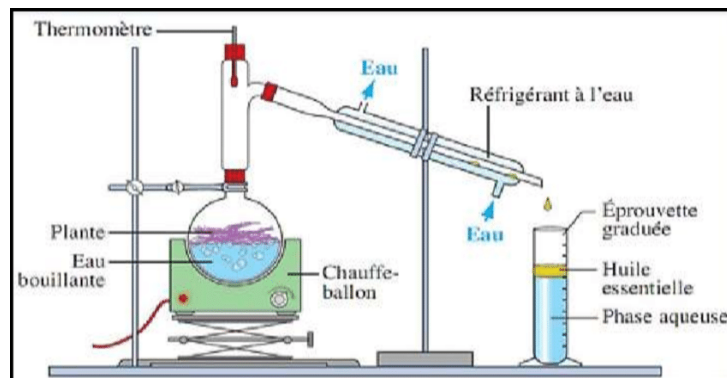


Fig I.05 : Montage d'extraction par Hydrodistillation

- *Entraînement à la vapeur d'eau :*

Les méthodes d'extraction par l'entraînement à la vapeur d'eau sont basées sur le fait que la plupart des composés volatils contenus dans les végétaux sont entraînaables par la vapeur d'eau, du fait de leur point d'ébullition relativement bas et de leur caractère hydrophobe. Sous l'action de la vapeur d'eau introduite ou formée dans l'extracteur, l'essence se libère du tissu végétal et entraînée par la vapeur d'eau (Figure I.06). Le mélange de vapeurs est condensé sur une surface froide et l'huile essentielle se sépare par décantation

En fonction de sa densité, elle peut être recueillie à deux niveaux :

Au niveau supérieur du distillat, si elle est plus légère que l'eau, ce qui est fréquent.

Au niveau inférieur, si elle est plus dense que l'eau.

Les principales variantes de l'extraction par l'entraînement à la vapeur d'eau sont l'hydro distillation, la distillation à vapeur saturée et l'hydro diffusion. [32]

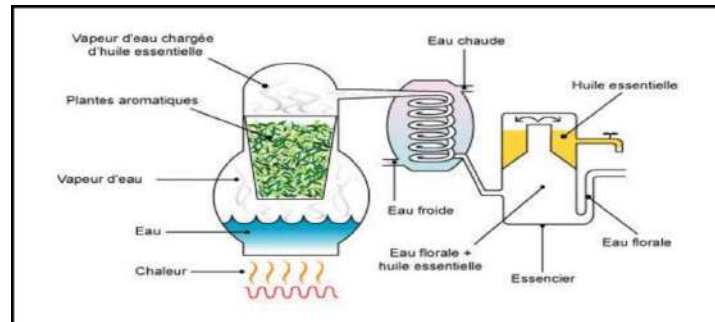


Fig I.06: Montage de l'entraînement à la vapeur d'eau

- **Extraction par solvants organiques :**

La technique d'extraction par solvant, consiste à placer dans un extracteur un solvant volatil et la matière végétale à traiter. Grâce à des lavages successifs, le solvant va se charger en molécules aromatiques, avant d'être envoyé au concentrateur pour y être distillé à pression atmosphérique. Le produit ainsi obtenu est appelé « concrète ». Cette concrète pourra être par la suite brassée avec de l'alcool absolu, filtrée et glacée pour en extraire les cires végétales. Après une dernière concentration, on obtient une « absolue ».

- Les rendements sont généralement plus importants par rapport à la distillation.
- L'intervention de solvants organiques qui peut entraîner des risques d'artéfacts et des possibilités de contamination de l'échantillon par des impuretés parfois difficile à éliminer.
- Le choix du solvant : le méthanol, l'éthanol, l'éther de pétrole ou encore le dichlorométhane.
- Cette technique d'extraction a été récemment combinée aux micro-ondes et aux ultra-sons.

[33]

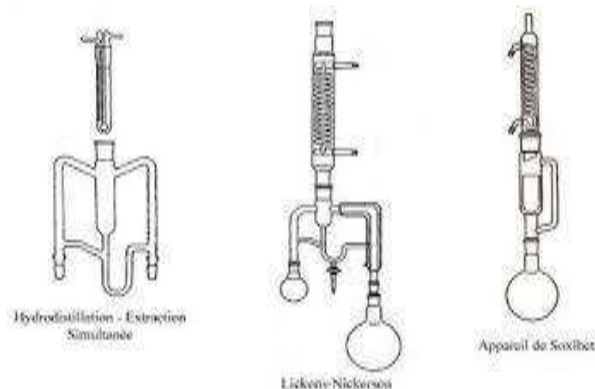


Fig I.07: Montage d'extraction par solvants

- *Extraction assistée par micro-ondes*

L'avantage de ce procédé est de réduire considérablement la durée de distillation et incrémenter le rendement. Toutefois, aucun développement industriel n'a été réalisé à ce jour. La distillation assistée par micro-ondes fait aujourd'hui l'objet de beaucoup d'études et ne cesse d'être améliorée parce qu'elle présente beaucoup d'avantages : technologie verte, économie d'énergie et de temps, investissement initial réduit et dégradations thermiques et hydrolytiques minimisées [30-32].

L'emploi des micro-ondes constitue, par ailleurs, une méthode d'extraction à part entière en plein développement. A titre d'exemple, La SFME (Solvent Free MicrowaveExatrction) est une combinaison originale des techniques de chauffage par micro-ondes et de distillation sèche. Elle consiste à placer le matériel végétal dans un réacteur au sein d'un four micro-ondes sans ajout d'eau ou de solvant (Figure I.08). Le chauffage interne de l'eau contenue dans la plante permet d'en dilater ses cellules et conduit à la rupture des glandes et des récipients oléifères. L'HE ainsi libérée est évaporée avec l'eau de la plante.[34]

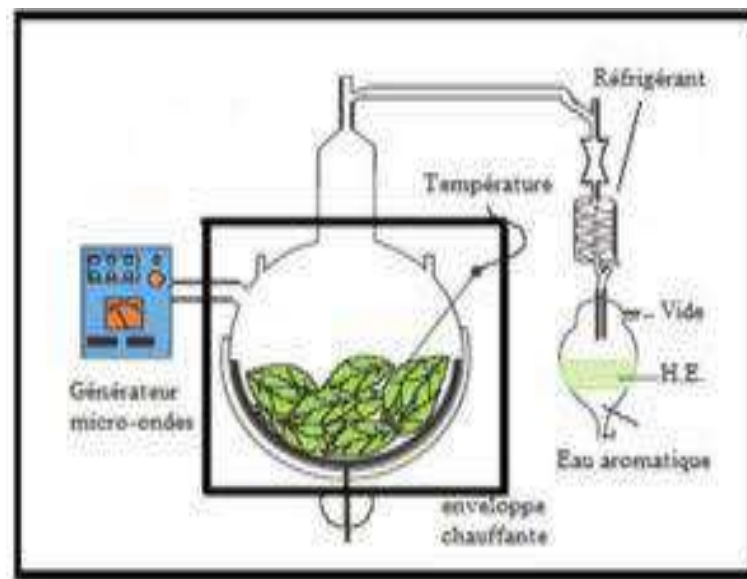


Fig I.08 Montage d'extraction assistée par micro-ondes

- *Extraction par fluides supercritiques*

L'extraction avec des fluides supercritiques est une méthode très attractive qui mérite Une attention particulière. La technique est fondée sur la solubilité des constituants dans les fluides à l'état supercritique. Les avantages de cette méthode devant les méthodes conventionnelles, elle basée sur une durée d'extraction plus courte, une sélectivité élevée et la facilité d'éliminer et de recycler le solvant après l'extraction par simple décompression

de plus les températures d'extraction sont basses dans le cas de dioxyde de carbone et non agressives pour les constituants les plus fragiles. Cette technique est utilisable pour les essences difficilement distillables.[35]

La figure représente la technique d'extraction par le CO₂ supercritique (comme exemple).

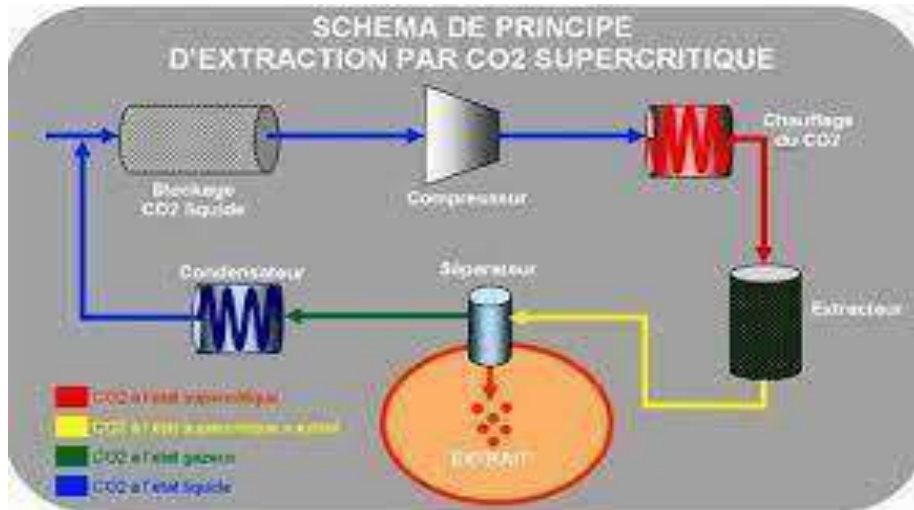


Fig I.09: Schéma de la technique d'extraction par le CO₂ supercritique

- Expression mécanique à froid des huiles essentielles :

Les huiles essentielles d'agrumes comme le citron, l'orange, la mandarine et la bergamote peuvent être obtenues par pressage mécanique. La technique consiste à gratter l'écorce des fruits frais. L'écorce obtenue est ensuite pressée pour recueillir l'huile essentielle. Dans les grandes industries ce processus manuel a été remplacé par une expression mécanique automatisée.

L'extraction d'arôme par pression à froid se fait principalement pour extraire l'essence de l'écorce ou du zeste des agrumes. Les huiles essentielles du matériau sont libérées par la force mécanique, qui brise les poches contenant de l'huile de la peau externe du fruit.

Chapitre II Matériels et méthodes

Dans cette partie on présente les différentes étapes de préparation du matériel végétal,

De la récolte de la plante à l'extraction et l'obtention de l'huile essentielle, les techniques choisies pour caractériser l'huile extraite, ainsi que la méthodologie a adopté des plans expérimentaux afin de rechercher les conditions optimales d'extraction avec un meilleur rendement

II.1. Matériel végétal :

La plante choisie est *Mentha péligum* plante herbacée annuelle de la famille des Labiacées, originaire de la région de Ouargla.

- Récolte de la plante (GPS)

Pour cette étude, la plante sélectionnées ont été récoltées au niveau de la wilaya

De Ouargla, exactement « Hassi Miloud » février 2023



Fig II.01. Photo par « GPS

II.2 Préparation de l'espèce végétal pour l'extraction :

Élimination : Pour débarrasser la matière première des parties inutiles afin de garder seulement les parties aériennes valable de la plante.



Fig II.02: photo originale la plante sèche de *Mentha pèligum*

II .2. Matériels de laboratoire et produits utilisés :

Verreries	Produits
_ Ballon 2000ml	_ Hydroxyde de potassium « KOH »
_ Eprouvette	Phénolphtaléine
_ Bécher	_ Ethanol
_ Des flacons	
_ Pro pipette	
_ Pipette	
_ Erlenmeyer	
_ Balance analytique précise à 0.0001g	
_ Papier pH	
_ Burette de 10ml	
_ Entonnoir _ Fiole	

Tableau II.01 : Matériels de laboratoire et produits utilisés

II.3 Extraction de l'huile essentielle :

Notre travail a été réalisé dans le centre de recherche scientifique, laboratoire de génie de procédés à l'université de KASDI MERBAH OUARGLA. Cette phase a pour but d'extraire l'HE à partir de la plante de menthe péligum. Le choix de la méthode utilisée définit la nature de l'huile ainsi que son éventuelle utilisation. L'entraînement par la vapeur ou l'hydrodistillation de la plante fraîche ou sèche est les techniques les plus utilisées. La méthode d'extraction d'huile essentielle choisie est l'hydrodistillation vu sa manipulation facile avec un simple montage qui fonctionne à une pression atmosphérique, et aussi sa capacité à extraire la quasi-totalité de l'huile essentielle contenue dans les plantes sans utilisation des solvants chers et néfastes pour la santé.

Principe et procédé d'hydrodistillation :

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.[36]

L'extraction de l'HE du MP est faite par un hydro distillateur de type CLEVINGER



FigII.03: Montage d'extraction par Hydrodistillation (photo originale)

Mode opératoire :

Une quantité de menthe sèche pesant 785 grammes a été apportée Cent vingt (120g) plantes (*Mentha péligum*) ont été placée dans un chauffe ballon en verre de 2000ml et 1500ml d'eau ont été ajoutés. Après l'apparition des premières gouttes de distillat, le tout est porté à ébullition pendant deux heures. A l'aide d'un chauffe ballon, les huiles essentielles sont ensuite entraînées par la vapeur d'eau et passent dans un tube vertical (colonne rectification) puis dans un réfrigérant où se produit la condensation et le distillat (huile +hydrolat) est recueilli dans une ampoule à décanter pour être séparé par différence de densité du mélange.

A - Calcul du rendement :

Selon la norme **d'AFNOR (1986)**, le rendement en HE est le rapport entre le poids l'HE extraite et le poids de la biomasse végétale utilisée .[14]

Le rendement est exprimé en pourcentage (%), calculé par la formule suivante :

$$\mathbf{RHE} = \frac{\mathbf{Mh}}{\mathbf{Ms}} \times 100$$

R : rendement en HE des feuilles du MP

Mh: masse de l'HE obtenue en gramme.

Ms: masse des feuilles du MP sèche utilisées en gramme.

B - Conservation de l'HE obtenue :

La conservation de l'HE exige certaines précautions indispensables. Une fois l'HE est obtenu, elle est conservée dans un flacon en verre enveloppé de papier aluminium fermé hermétiquement, à une température comprise entre 4 et 6 ° C pour la préserver de l'air et de la lumière et éviter toute dégradation d'HE

[37].

II.4 Etude qualitative et quantitative des HEs étudiées:

II.4.1 Caractéristiques physicochimiques de l'HE:

Les propriétés physico - chimique tels que : l'indice de réfraction, l'indice d'acide etc , constituent un moyen de vérification et de contrôle de la qualité de l'HE . Ces caractéristiques ont été déterminées selon les normes de l'association française de normalisation [38].

- Mesure de indice chimique:

• Détermination de l'indice d'acide :

C'est le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire à la neutralisation des acides libres contenus dans Ig d'HE . Les acides libres sont neutralisés par une solution Ethanol titrée d'hydroxyde de potassium, c'est - à - dire la mesure de l'indice acide réalisée par titrage.[39]

Mode opératoire:

A l'aide d'une balance 4,75 g de Koh ont été pesés, puis les mettre dans 100 ml de bioéthanol, puis agiter vigoureusement pour bien homogénéiser. 1,16 ml d'HE de MP ont été introduits dans le bécher.on été Ajouter 5 ml de bioéthanol neutralisé et jusqu'à 3 gouttes d'indicateur, solution de phénolphtaléine. on été Titrager de liquide avec une solution de KOH Burette quelques secondes. Le titrage a été arrêté après que la couleur soit passée au .rose. Noter le volume de solution de KOH utilisé

Méthode de calcul:

L'indice d'acide (IA) est donné par l'équation suivante :

$$IA = V \cdot 5.61/m$$

Où:

V : est le volume, en millilitres, de solution d'hydroxyde de potassium utilisé pour le titrage

m: est la masse, en gramme , de la prise d'essai .exprimer le résultat à une décimale prés



Fig II.04: Montage de mesure des indices chimiques (photo originale)

- Mesure du pH

La mesure du pH est une méthode utilisée pour déterminer l'acidité ou l'alcalinité d'une solution. Le pH est une échelle logarithmique allant de 0 à 14. Un pH inférieur à 7 indique une solution acide, tandis qu'un pH supérieur à 7 indique une solution alcaline

Mode opératoire:

Le pH est mesuré en plaçant quelques gouttes de pH sur un morceau de papier pH, et une fois que le papier a changé de couleur, comparez-le à une gamme de couleurs qui varient avec le pH. Nous avons mis quelques gouttes de MP's HE sur un morceau de papier pH, et après avoir changé la couleur du papier, nous l'avons comparé à un ensemble de couleurs qui changent avec le pH

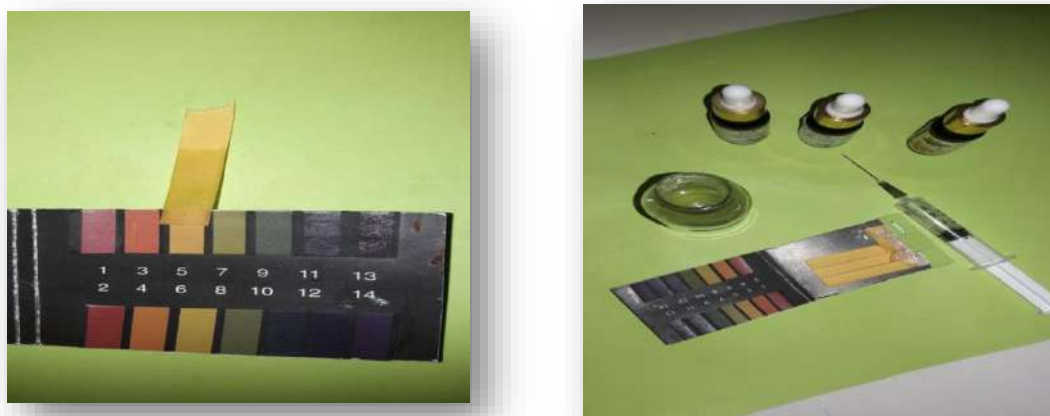


Fig II.05: Montage de mesure de pH (photo originale)

B - Mesure des grandeurs physiques :

- Ia Mesure de densité relative à(T exp =15 ° C)

La densité relative de l'HE est définie comme étant le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20 ° C et la masse égale du volume d'eau distillée à 15 ° C . Cette grandeur est sans dimension et son symbole est d_{20}^{20} . [39]

Méthode du calcul :

On calcul la densité relative à 15 ° C d'une HE par division de l'HE à n'importe quelle température en (g / mL) sur la masse volumique d'eau distillée ajoutant le facteur de correction 0,00073 par degré . La formule générale de calcul de la densité relative à 20° C est la suivante :

$$d_{20}^{20} = (\rho_{HE} / \rho_{eau \text{ à } 20^{\circ}C}) + (0.00073(t_{ech} - 20))$$

ρ_{HE} : masse volumique

ρ_{eau} : masse volumique à 20°C

t_{ech} : température de l'échantillon lors de mesure

- Mesure de l'indice de réfraction :

C'est le rapport entre le sinus des angles d'incidence et de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'HE maintenue à une température est de nécessite l'utilisation constante. La mesure de l'indice de réfraction dont le symbole d'un réfractomètre d'ABBE à l'angle limité de réfraction. [40]

Mode opératoire :

Le prisme secondaire est ouvert, puis 2 ou 3 gouttes de l'échantillon liquide sont déposées au centre du prisme primaire. Fermez ensuite soigneusement le prisme secondaire. L'échantillon s'étale sous la forme d'un film mince entre le prisme primaire et le prisme secondaire. Attendez que la température se stabilise avant de prendre une mesure. La lecture de l'échantillon liquide a changé avec le changement de température, lisez l'indice de température pour connaître degrés de la mesure réelle et correspondez parfaitement à la valeur mesure

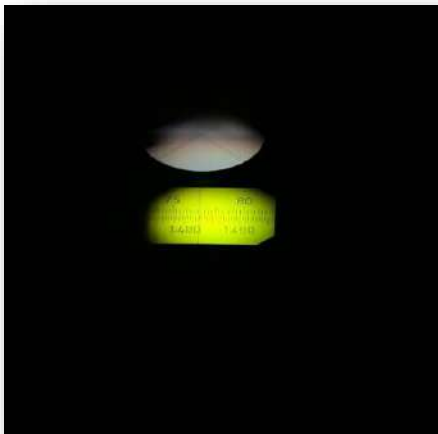


Fig II.06: Montage de mesure de l'indice de réfraction (photo originale)

Méthode de calcul :

L'indice de réfraction, à la température de référence 20 ° C, est donné par l'équation suivante :

$$I_R = I + 0.00035(t' - 20^\circ C)$$

Où :

I_R : Est la valeur de lecture , obtenue à la température t' à laquelle a été effectuée la détermination . Exprimer le résultat avec quatre décimales

II .5. Détermination les conditions optimales de séchage naturel :

- Mode opératoire :

Nous avons divisé la plante de menthe fraîche en dix paquets. Le poids de chacun est de 500 g . Ensuite, nous le laissons sécher, de sorte que chaque jour nous évaluons la perte de poids de la plante, avec agitation continue à intervalles appropriés pendant le séchage , puis par la méthode d'hydrodistillation , nous extrayons de l'eau chaque jour pour la quantité qui a séché et calculons le rendement de l'huile, et ce dans les dix jours consécutifs

.Nous avons effectué ce processus à différentes saisons pour déterminer l'effet de séchage tout au long de l'année



Fig II.07 :Plante de *Mentha pèligum* Fraîchie

- Séchage :

Le séchage consiste à éliminer progressivement l'humidité des plantes. Une plante humide devient une proie facile des bactéries et des champignons, qui l'attaquent et provoquent une altération de ses principes actifs. Une plante bien sèche ne contient pas plus de 10% d'humidité, ce qui empêche la reproduction de tels micro-organismes. La plante fraîchement récoltées, a été séché à l'ombre en l'épinglant en place dans un endroit sec ,. Après séchage, a été récupéré dans des sacs propres pour servir ultérieurement à l'extraction de l'huile essentielle. [40]

Chapitre II Matériels et Méthodes

Le séchage à l'ombre est également fait pour préserver la substance active et ne pas lui nuire dans le cas des plantes qui sont affectées par l'exposition directe au soleil, c'est-à-dire toutes les plantes contenant des huiles essentielles



Fig II.08 : Séchage de la plante Mentha pèligum

Chapitre III Résultats et Discussions

III.1 Introduction :

L'objectif principal du présent travail est la détermination des conditions optimales de séchage naturel pour obtenir un rendement élevé. Ainsi que la caractérisation de l'huile extraite au cours de cette étude.

Dans ce chapitre on a présenté tous les résultats obtenus avec leurs discussions.

III.2.Rendement d'extraction :

Les huiles essentielles ont été extraites des matériaux végétaux séchés, le rendement en huile essentielle est variable en fonction de la plante utilisée et la méthode d'extraction, aussi bien l'origine de la plante. Le rendement obtenu à partir de la quantité de **785g** est **2,93**.

Combien savons-nous que le rendement des huiles extraites est très faible, la plante de *Mentha péligum* de région d'Ouargla a donné un rendement satisfaisant.



Fig III.01 : L'huile essentielle extrait de la plante sèche (photo original)

III.3. Caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles extraites :

Les propriétés physicochimiques offrent des indications importantes de la pureté et de la qualité des HE. Ces caractéristiques physico-chimiques de l'HE analysée sont déterminées selon un protocole précis et obéissent à des normes édictées par l'association française de normalisation (A.F.N.O.R). Sont portés dans le tableau suivant :

Propriétés	Huile essentielle de M.P	Les normes AFNOR NFT 75-210
Couleur	Jaune clair	Incolor à jaune verdâtre
pH	6	5-6.5
Densité (T = 20°C)	0 ,8569	< 0 ,9180
Indice de réfraction à 20°C	1 ,4790	> 1,459
Indice d'acide	2,3750	≤ 2

Tableau III.01. Caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles

Notre huile essentielle a une densité relative de 0,8569 à 20°C. Cette propriété physique est souvent utilisée dans la classification des huiles essentielles. Ces données sont encore insuffisantes pour identifier les huiles. Les résultats obtenus sont conformes aux normes AFNOR.

L'indice d'acide donne une idée du niveau d'acide libre. Indice d'acide autorisé, vérifier la qualité de l'HE, notamment en ce qui concerne sa dégradation dans le temps pendant le stockage. Notre indice d'acide est de 2,375, ce qui indique que notre huile essentielle est de haute qualité. Un faible indice d'acide indique qu'il ne contient pas beaucoup d'acides libres et qu'il n'a pas changé pendant l'extraction et le stockage.

L'indice de réfraction est un paramètre d'identification qualitatif et un moyen de vérifier la pureté des huiles essentielles. Chaque substance a ses indicateurs. Notre huile essentielle a un indice de réfraction de 1,4790.

La détermination des propriétés physico-chimiques (densité, indice d'acide, indice de réfraction, etc.) est une étape essentielle mais pas suffisante pour caractériser les huiles essentielles. Il est donc nécessaire de la compléter par une analyse chromatographique

III.4 Analyses chromatographiques « GC/MS » :

Les résultats des analyses par et CG/SM de l'huile essentielle extraite des feuilles de *Mentha pèligum* sont présentés dans le graphe suivant :

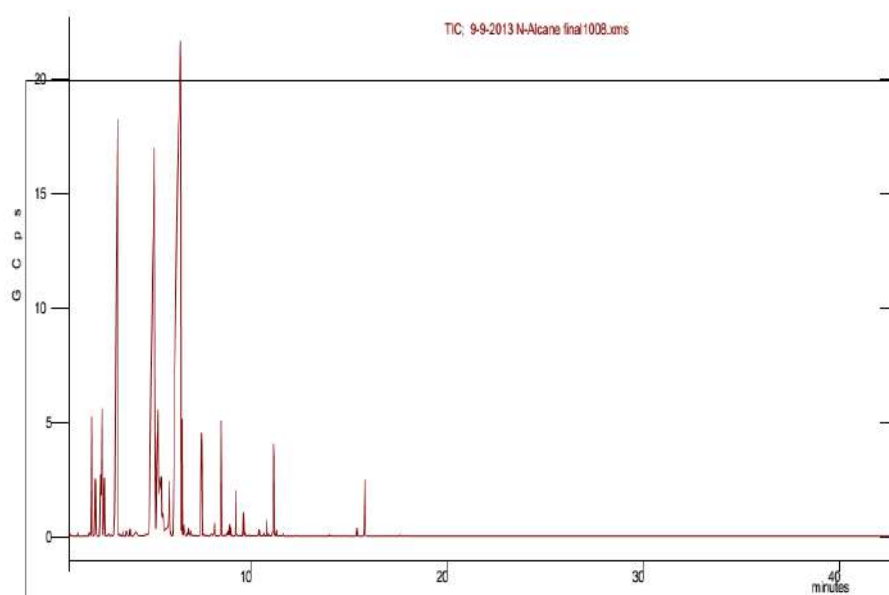


Fig III.02: Chromatogramme en GC/MS de HE des feuilles de *Mentha pèligum*

III.4.1- Conditions de séparations chromatographiques des huiles essentielles

Conditions de séparation chromatographique des huiles essentielles

Appareil : Bruker GC/MS modèle 436 ; tension d'ionisation quadripolaire du spectromètre de 70 eV

Gaz vecteur : He (99%)

Débit : 1,2 ml/min

Pression : 5 bar

Colonne : C18 en phase inversée HP-5MS ; 5% Phenyl Methyl Siloxan ; longueur : 30 m et diamètre interne 0.25 mm. Epaisseur de la phase stationnaire $e = 0,25$ mm

Mode d'élution : Gradient

Les conditions de fonctionnement sont les suivantes

La température de l'injecteur (mode split 1:50) : 250 °C -

.Programmation de la température : de 50 °C à 280 °C à une vitesse de 5 °C/min -

.Le gaz vecteur utilisé est l'hélium avec un débit de 1,2 ml/min -

Les températures de la source quadripolaire sont fixées respectivement à 250 °C et 280 °C.

Les indices de rétention linéaire (IR) de tous les composés ont été déterminés en utilisant des n-alcane comme étalons

L'identification des composés individuels a été réalisée en faisant correspondre les) schémas de fragmentation de leur spectre de masse avec les données correspondantes disponibles (bibliothèque Wiley 275 (6e édition), NIST 2015).

II-4.2 Les compositions majoritaires :

Les résultats identifiant Les compositions majoritaires et actives sont présentés dans le tableau suivant :

R_t : temps de rétention

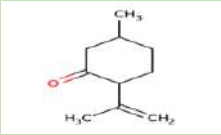
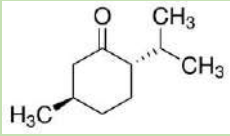
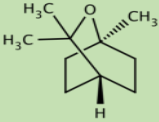
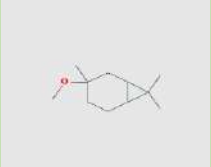
Nom du Composé	Rt (min)	Surface (%)	CAS#	Structure
Cyclohexanone, 5-methyl-2-(1-methyleth	6.358	41.15	529-00-0	
L -Menthone	5.025	21.65	14073-97-3	
Eucalyptol	3.139	12.74	470-82-6	
Bicyclo[4.1.0]heptane, 3,7,7-trimethyl-,	5.195	3.22	-2778-9-68	

Tableau III.02 : Les compositions majoritaires de l'huile essentielle

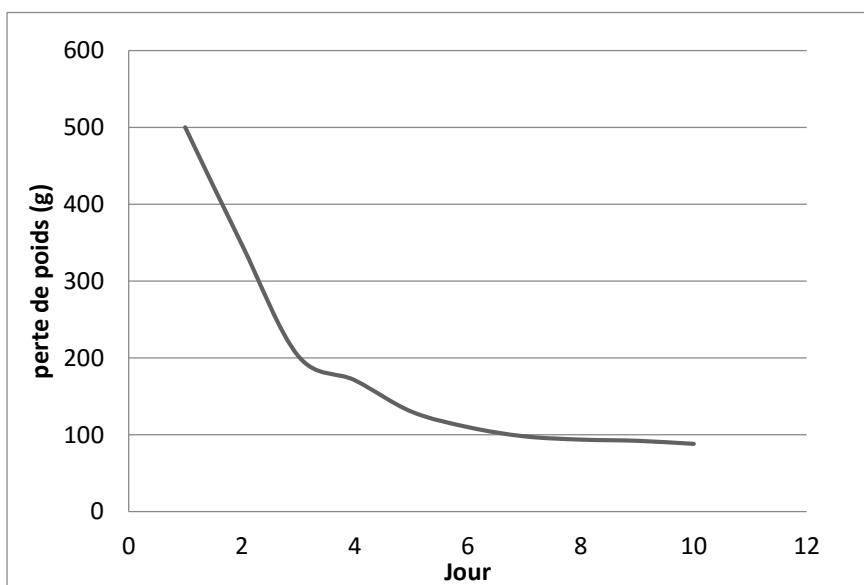
III.5. Détermination des conditions optimales de séchage naturel :

Cette étude nous a permis de suivre et d'évaluer l'effet de séchage naturel sur le rendement de l'huile essentielle de la plante *Mentha pèligum* au fil des saisons

III.5.1 Pendant l'hiver : Ils sont résumés dans ces courbes :

a- Évaluation de la perte de poids

Le développement de la perte de poids des feuilles de la plante de *Menthe pèligum* pendant le séchage est illustré, L'analyse des résultats de cette figure montre que lors du séchage, la perte de poids diminue progressivement pendant les 5 premiers jours et cela s'explique par une diminution de l'humidité, c'est-à-dire l'évaporation de l'eau, puis il devient pratiquement constant que le contenu végétal reste fixe .



.Fig III.03: Evaluation de la perte de poids de la plante *Mentha pèligum* en fonction de séchage

b -Évaluation du Rendement :

La Figure représente la variation du rendement en huile essentielle en fonction du temps de séchage, où elle indique qu'il y a une augmentation du rendement en fonction du temps expliquée par la diminution de la teneur en eau des feuilles de la plante, qui s'accompagne d'une augmentation de l'huile extraite, cette augmentation atteint une valeur maximale de l'ordre de 1,75 au 7^{ème} jours.

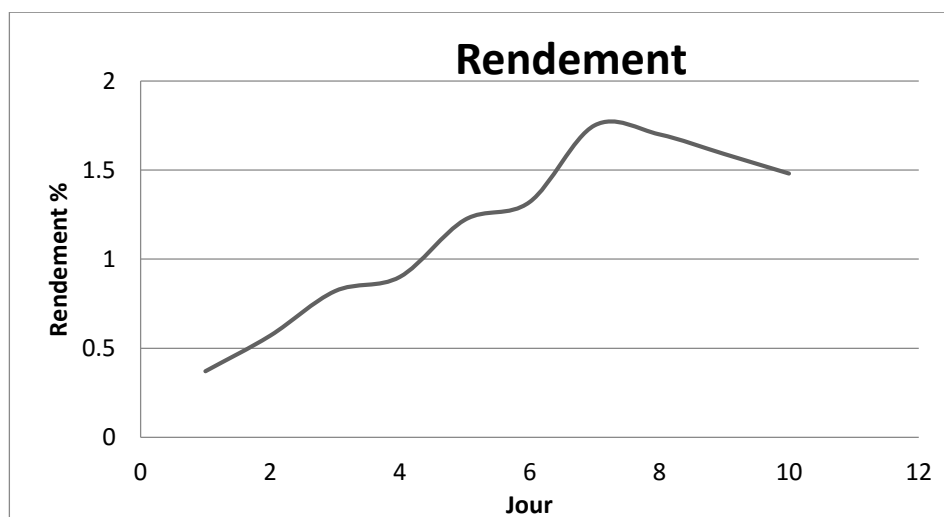


Fig III.04: Evaluation du rendement de l'huile essentielle des feuilles de la plante *Mentha pèligum* en fonction de séchage

c-Variation du Rendement en fonction de perte de poids :

La figure montre que le rendement d'huile essentielle des feuilles de *Mentha péligum* augmente avec l'augmentation de la durée de séchage cependant cette augmentation enregistre son maximum au 7^{ème} jour, puis commence à diminuer avec l'augmentation de la durée de séchage.

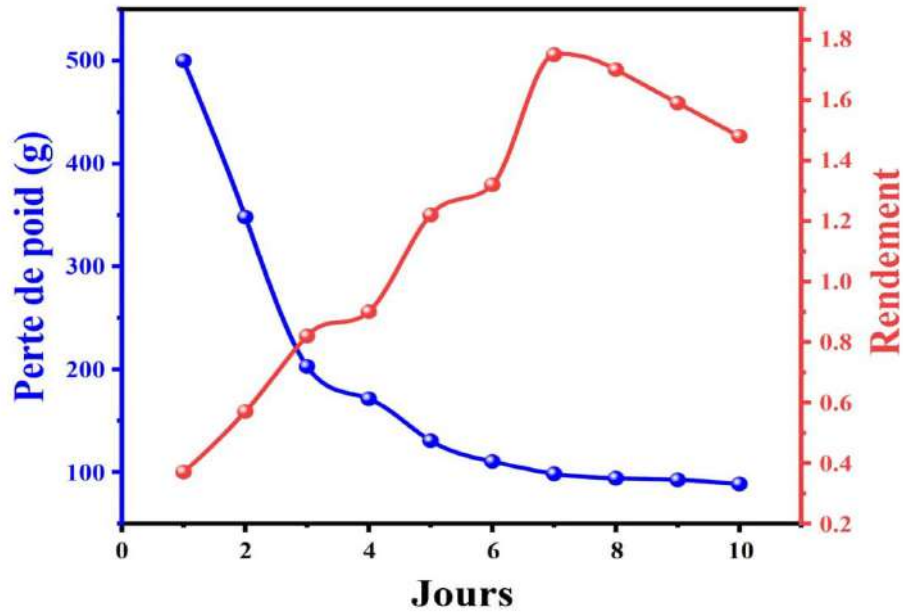


Fig III.05: Variation du rendement de l'huile essentielle de *Mentha péligum* en fonction de perte de poids

III.5.2 Pendant le printemps : Ils sont résumés dans ces courbes :

a- Perte de poids :

Le développement de la perte de poids des feuilles de la plante de *Menthe pèligum* pendant le séchage est illustré, L'analyse des résultats de cette figure montre que lors du séchage, la perte de poids diminue progressivement pendant les 3 premiers jours et cela s'explique par une diminution de l'humidité, c'est-à-dire l'évaporation de l'eau, puis il devient pratiquement constant

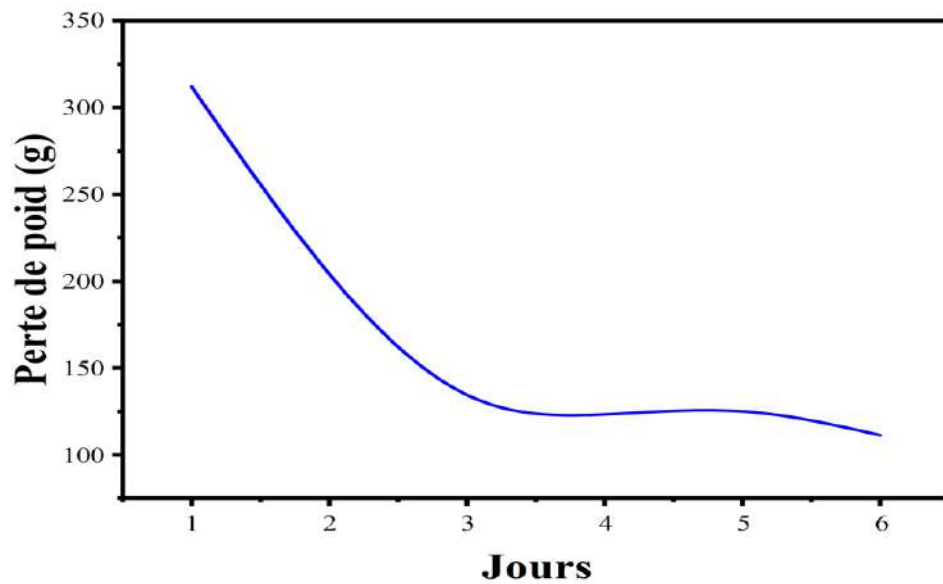


Fig III.06 : Évolution Perte de poids des feuilles de la plante *Mentha pèligum* en fonction de séchage pendant le printemps

b- Évolution du rendement :

La Figure représente la variation du rendement en huile essentielle en fonction du temps de séchage, où elle indique qu'il y a une augmentation du rendement en fonction du temps expliquée par la diminution de la teneur en eau des feuilles de la plante, qui s'accompagne d'une augmentation de l'huile extraite, cette augmentation atteint une valeur maximale de l'ordre de 3.14 au 4^{ème} jour

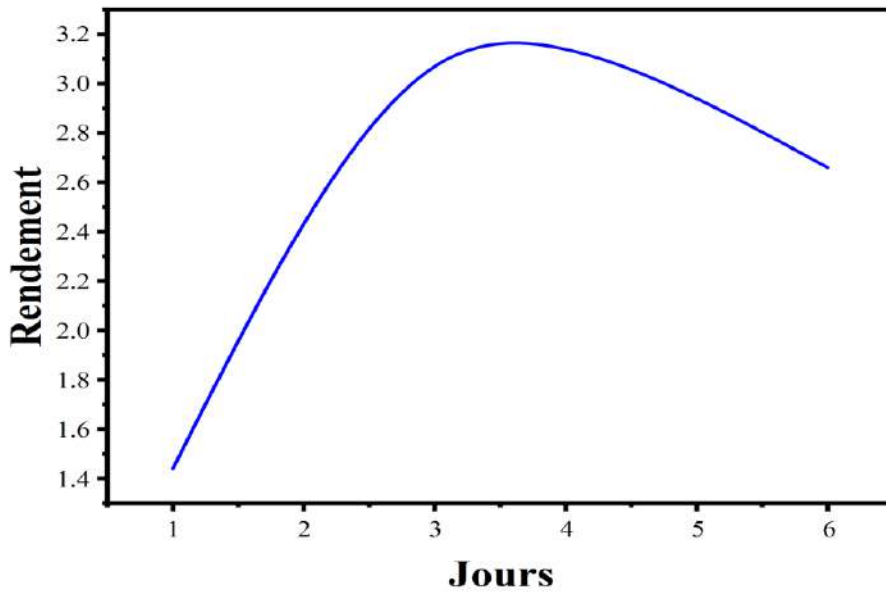


Fig III.07 Évolution du rendement de l'huile essentielle des feuilles de la plante *Mentha pèligum* en fonction de séchage Pendant Printemps

c- Variation du rendement en fonction de perte de poids:

La figure montre que le rendement d'huile essentielle des feuilles de *Mentha pèligum* augmente avec l'augmentation de la durée de séchage cependant cette augmentation enregistre leur maximum aux 4^{ème} jours, puis commence à diminuer avec l'augmentation de la durée de séchage

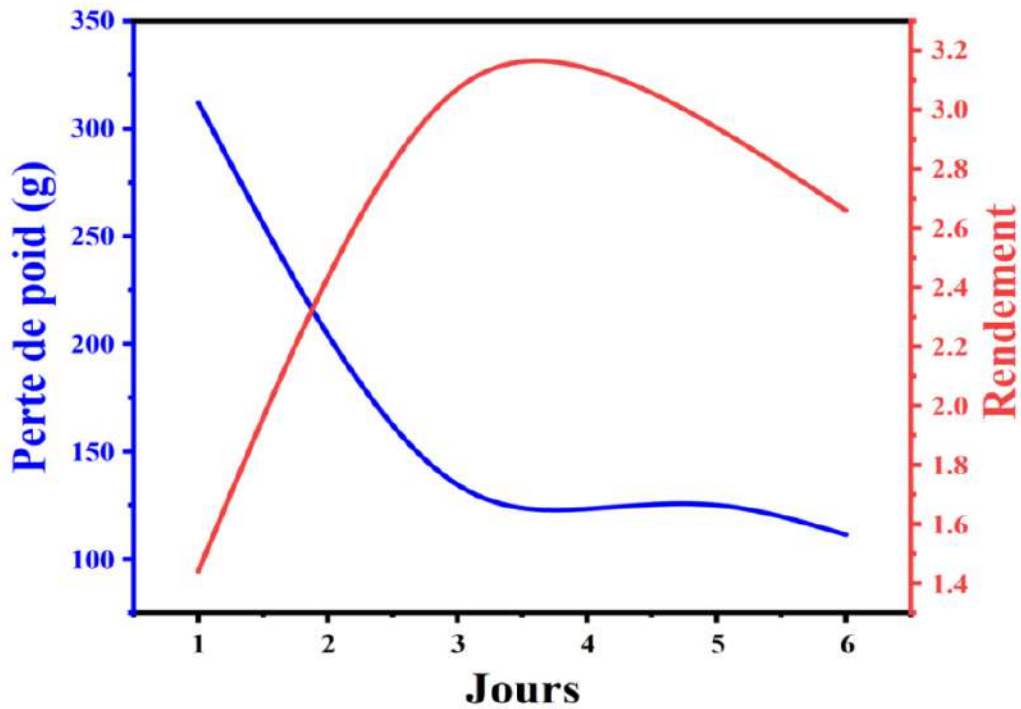


Fig III.08: Variation du rendement de l'huile essentielle de *Mentha pèligum* en fonction de perte de poids pendant le printemps

Conclusion

L'Algérie est un pays riche en végétation. Pour renforcer notre patrimoine botanique et créer une base de données, nous nous sommes intéressés à l'extraction de l'huile essentielle de *Menthe pèligum*, On utilisant la technique « Hydrodistillation ».

L'objectif de notre travail est d'étudier et de déterminer les conditions optimales de séchage et de déterminer les propriétés physiques chimiques de l'huile essentielle de *Menthe pèligum*.

Après nos recherches sur la plante *Menthe pléguim* récoltée dans la région d'Ouargla, il a été constaté que la plante a un rendement satisfaisant en huile essentielle et de meilleure qualité. Cela est confirmée par l'analyse chromatographique GC/MS.

Le rendement varie d'une saison à l'autre car il est influencé par les facteurs environnementaux, les meilleures valeurs ont été enregistrées pendant la saison hivernale **1,75**, pendant la saison printanière **3,14**.

Les paramètres physicochimiques étudiés ont été déterminés par la densité relative, qui était de **0,8569**, et la valeur du pH était de 6. Concernant l'indice d'acide, on note une valeur de **2,375**. Et l'indice de réfraction est égal à **1,4792**.

L'huile essentielle est composée de 28 produits dont le : Cyclohexanone, 5-methyl-2-(1-methyleth qui représente 41.15% de l'HE et comme **Chemotype** (produit majoritaire).

Comme recommandations et pour concrétiser notre projet on doit faire

- ♦ **Une étude techno-économique détaillée sur le projet**
- ♦ **Trouver des sites de commercialisation nationale et internationale à notre produit.**

Référence :

- [1].Bouhdid S., Idomar M., Zhiri A., Baudoux D., Skali N.S.&Abrini J. Thymus essential oils : chemical composition and in vitro antioxidant and antibacterial activities. Congrès international de biochimie, Agadir, Maroc, 09-12 Mai 2006.
- [2]. PIERRON Charles. Les huiles essentielles et leurs expérimentations dans les services hospitaliers de France : exemples d'applications en gériatrie gérontologie et soins palliatifs Thèse de doctorat université de LORRAINE.2014. p 16.
- [3]. MAIHEBIAU P., La nouvelle aromathérapie : biochimie aromatique et influence psychosensorielle des odeurs. Lausanne.1994- pp 635.
- [4]. GUEMIDI CH et DJEROUROUN, Effets antimicrobiens de l'extrait au éthanol de Thymus vulgaris (Thym) récolté dans la région de Naama sur la croissance des germes spécifiques du yaourt : Streptococcus thermophilus et Lactobacillus bulgaricus. Univ Abdelhamid Ibn BadisMostaganem.2017- P68.
- [5]. GUERFA Tarek , MERAH Mohamed elHadi, extraction de l'huile essentielle de l'espece vegetale hertia cheirifolla l. par hydrodistillation :caracterisation physico-chimique et modelisation paramtriques, universite larbi ben m'hidi oum el bouaghi , 2018, pp1
- [6] Gérard PIERI, « je choisis mon huile essentielle mon pharmacien m'aide », Pp 10.
- [7].le coordinateur, Prof. Dr. Halimi Abdelkader, « Plantes médicinales en Algérie», pp 186.
- [8] Guignard JL et Dupont F . Botanique : Systématique moléculaire, 13^{ème} éd. Ed. Masson, Paris , 2004 , pp 237 .
- [9].Gamisans J. et Jeanmonod D, « Catalogue des plantes vasculaires de la Corse », secondes édition, Edition des conservatoires et jardins botaniques de la ville de Genève, Chambésy, 1993.
- [10]..Agnihotri V.K., Agarwal S.G., Dhar P.L et al, « Essential oil composition of Mentha pulegium L » growing wild inthe north-western Himalayas India , Flavour Frag, 2005 .
- [11]...Zargari A . Herbal Medicines, Publication of Tehran University, Iran.1990 , pp: 14-18.
- [12]Danièle festy , « Ma BIBLE DES HUILES ESSENTIELLES »,QUOTIDIEN MALIN, 2014,p : 15 .

Références bibliographiques

- [13].H. O. L.Raul, Substitution de solvants et matières actives de synthèse par un combine « solvant/actif » D'origine végétale. Toulouse: Thèse De L'institut National Polytechnique De Toulouse., 2005.
- [14].Association Française de Normalisation, Recueil de normes Françaises “Huiles essentielles”, AFNOR, 1986 Paris. AFNOR NF T 75-006.
- [15].ISO/DIS 9235.2. Aromatic and Natural Raw Materials—Vocabulary. Geneva. International Standard Organisation. 1997.
- [16]. RAFI A., TASNEEM U. S. et ASHFAQ A , « The essential oils. Hamdard Medicus » ,Hamdard Medicus ed .1995 .
- [17].LAKHDAR L., « Evaluation de l'activité antibactérienne ;huiles essentielles Marocaines sur aggrégat bacter actinomycetem comitans étude in vitro » , Faculté de médecine dentaire de Rabat, centre ;études doctorales des sciences de la vie et de la santé ,2015.
- [18]. Melle OUIDIR Soraya , Evaluation de ;activité antibactérienne de l'huile essentielle de Syzygium aromaticum vis-à-vis des bactéries responsable d'infections urinaires , Thèse, 2018 .pp 5.
- [19].Abadliamaroua, Chebbour aicha hana , «Etude des huiles essentielles de la plante menthapipirita et tester leurs effets sur un modèle biologique des infussoires » ,mémoire de master ,2014 .
- [20]. BOTTIN, « Déterminants de la variation moléculaire et phénotypique d'une espèce forestière en milieu insulaire : cas de Santalum austrocaledonicum en Nouvelle-Calédonie», Montpellier: Thèse, 2006.
- [21]. B. Harkati, «valorisation et identification structurale des principes actifs de la plante de la famille asteraceae : Scorzonera Undulata», constantine: Mentouri, these,2011.
- [22].H. Samir, Mise en évidence des huiles essentielles contenues dans les plantes Pituranthos scoparius et Rhantherium adpressum de la région de Ghardaïa, Ouargla: mémoire de magister, 2009.
- [23].D. M. saadiamir, extraction de ;huile essentielle ;inulaviscosa (l.ait) par CO2 supercritique, oum el bouaghi: universite larbi ben mhidi , 2015.
- [24].FROUHAT.F « caractérisation chimique, activités biologique de substances naturelles edophytes», Thèse doctorat université Mohamed v Rabet, Maroc, 2015.
- [25]. Bruneton J, Pharmacognosie. Phytochimie des plantes médicinales , 2ème édition ,Technique et Documentation, , Lavoisier, Paris , 1999 .

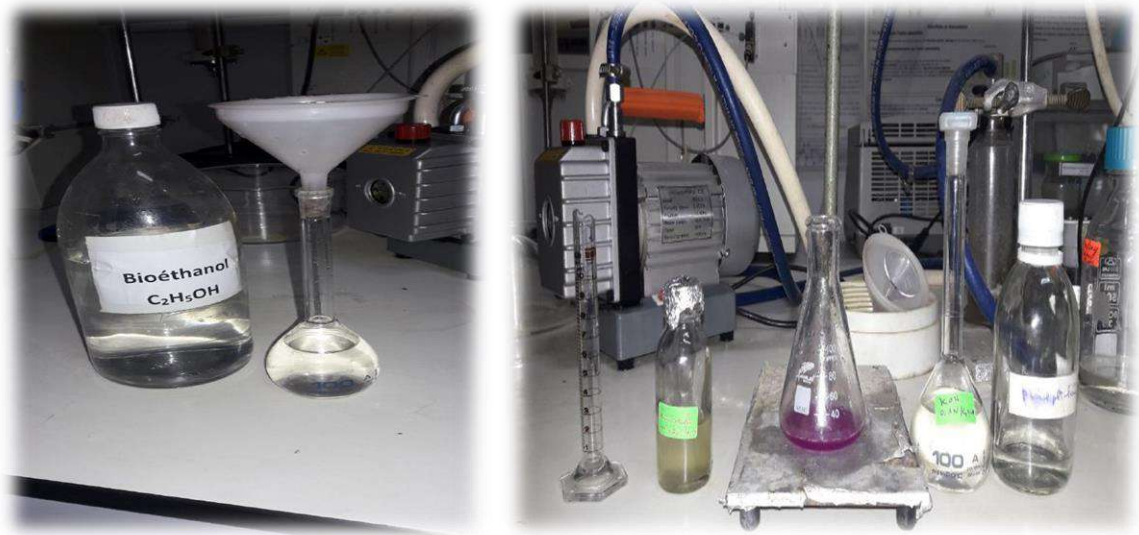
Références bibliographiques

- [26].Desmares C., Laurent A., Delerme C., « Recommandations relatives aux critères de qualité des huiles essentielles», AFSSAPS. Anatole, France, 18p,2008.
- [27]. RhayourK « Etude du mécanisme de l'action bactéricide des huiles essentielles sur Esherichia coli, Bacillus subtilis et sur Mycobacterium phlei et Mycobacterium fortuitum ». Thèse de doctorat. Université Sidi Mohamed Ben Abdellah. Fès, Maroc, 170p, 2002.
- [28] ELHADDAD Salah, « Les extrais des plantes médicinales », MEMOIRE de MASTER II EN CHIMIE, Université de Mostaganem ,2014 .
- [29] PIERRON Charles. « Les huiles essentielles et leurs expérimentations dans les services hospitaliers de France exemples applications en gériatriegérontologieet soins palliatifs » .Thèse de Doctorat UNIVERSITÉ DE LORRAINE.2014. p 28-34.
- [30] MEHANI.M, Activité antimicrobienne des huiles essentielles d'Eucalyptus camendulensis dans la région d'Ouargla, thèse doctorat. Université de KASDI Merbah,Ouargla, 2015.
- [31] lucchesi m. Extraction sans solvant assisté par micro-onde conception et application à l'extraction des huiles essentielles. thèse en doctorat en sciences, discipline : chimie. université de la réunion, faculté des sciences et technologies. 2005.
- [32] Melle OUIDIR Soraya , Evaluation de activité antibactérienne de l'huile essentielle de Syzygiumaromaticumvis-à-vis des bactériesresponsable d'infections urinaires ,Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou ,2018 , pp 8-9
- [33] BENOUALI Djillali , Extraction et identification des huiles essentielles , universite D'ORAN .2016 p. 8-9.
- [34].BOUKHATEM Mohamed Nadjib, FERHAT Amine et KAMELI Abdelkrim, méthodes d'extraction et de distillation des huilrs essentielles : revue de littérature, revue 2019 AGROBIOLOGIA, pp 1656 .
- [35]. GUERFA Tarek , MERAH Mohamed elHadi, extraction de l'huile essentielle de l'espece vegetale hertia cheirifolla l. par hydrodistillation :caracterisation physico-chimique et modelisation paramtiques, universite larbi ben m'hidi oum el bouaghi ,2018, pp15 .
- [36].luicita. lagunez rivera. 2006. Etude de l'extraction de métabolites secondaires de différentes matières végétales en réacteur chauffe par induction thermomagnétique directe. Thèse de l'institut national polytechnique de Toulouse, France.

Références bibliographiques

- [37].Laibiméne , etude des activités antioxydante et antifongique de l'huile essentielle des fleurs séche de Lavandula officinalis sur les moisissures des légumes secs . mémoire de magister d'université mentouriconstantine ,2011 , pp :122.
- [38].AFNOR, Huiles essentielles .Ed. PARA Graphic .Tomel – Echantillonnage et méthode d'analyse 471.Tome 2 –Volume 1 Monographie relative aux huiles essentielles 323 ,P.Tome 2 – Volume 2 Monographie relative aux huiles essentielles ,2000 .Pp:663.
- [39].Boukhatem Mohamed Nadjib , Hamaidi Mohamed Said , Saidi Fairouz , Hakim Yahia , Extraction , composition et propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle du Géranium Rosat (Pelargonium graveolens L.) cultivé dans la plaine de mitidja (Algérie) .Article d'unité de recherche en Biotechnologies végétales ,Département de biologie , Université Saad Dahleb de Blida, Algérie (3) 2015 : pp 37-45.
- [40]. GUERFA Tarek , MERAH Mohamed elHadi, extraction de l'huile essentielle de l'espece vegetale hertia cheirifolla l. par hydrodistillation :caracterisation physico-chimique et modelisation paramtriques, universite larbi ben mhidi oum el bouaghi , 2018, pp30 .

Annexes:



Montage des produits et outils utilisé



Huile essentielle des feuilles de *Mentha péligum*