



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE
EPOPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR



ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ KASDI MERBAH OUARGLA

Faculté des sciences appliqués

Département de Génie des procédés

Mémoire

MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences et Techniques

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie chimique

Présenté Par :

Aoudjit Sophia
Benkadour Hind

Thème :

**Etude comparative entre deux huilles
essentielles du Faux Poivrier cas du Nord
et Sud Algerien**

Soutenu publiquement le : 14-06-2023

Devant le jury composé de :

Mme Zighmi Souad	MCB (UKM Ouargla)	Présidente
Mme Kandour Zaouia	MAA (UKM Ouargla)	Examineur
Mr Segni Ladjel	Pr (UKM Ouargla)	Encadrant

Année universitaire : 2022/2023

REMERCIEMENTS

TOUT D'ABORD, NOUS RENDONS GRÂCE À ALLAH TOUT-PUISSANT, CRÉATEUR DE TOUTE, QUI NOUS A DONNÉ LA VIE, LES BÉNÉDICTIONS ET LA FORCE DE FAIRE LE TRAVAIL.

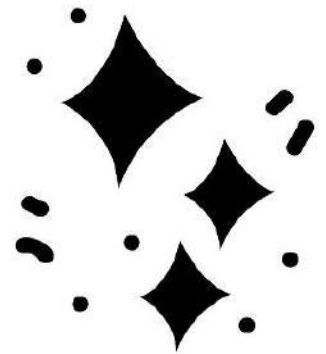
ET PARCE QU'IL NE REMERCIE PAS ALLAH QUI NE REMERCIE PAS LES GENS , NOUS VOUDRIONS À EXPRIMER NOTRE RECONNAISSANCE À MONSIEUR LE PROFESSEUR SEGNI LADJAL, NOTRE ENCADRANT, D'AVOIR ACCEPTÉ DE NOUS ENCADRER, NOUS LE REMERCIONS POUR LA CONFIANCE QU'IL NOUS ACCORDÉE, SA DISPONIBILITÉ ET SON SOUTIEN NOUS ONT D'UNE GRANDE AIDE POUR L'ABOUTISSEMENT DE CE TRAVAIL NOUS TENONS ÉGALEMENT À EXPRIMÉ NOS SINCÈRES REMERCIEMENTS AUX MEMBRES DE JURY, DR ZIGHMI SOUAD ET DR KENDDOUR ZAOUIA D'AVOIR ACCEPTÉ DE JUGER CE TRAVAIL.

SANS OUBLIER TOUS LES ENSEIGNANTS QUI ONT CONTRIBUÉ À NOTRE FORMATION DURANT NOTRE CYCLE D'ÉTUDES.

Dédicaces :

• Ce travail est spécialement dédié à mes très chers parents, qui m'ont apporté leur amour, leurs prières et leur soutien.

**A mes chers frères Rami et Abdelrahmane ,
A ma très chère sœur Nour elhouda,
A toute ma famille sans exception
A ma binôme « Aoudjit sophia » que j'ai partagée avec ce long parcours spécial.**



Dédicaces :

Ce travail est spécialement dédié
à mes chers parents, mes guides et mes piliers de force .

À mon cher frère Mustapha , mon compagnon de vie .

À mes chères sœurs Lina et Ritedj, mes étoiles guident dans les
moments sombres.

À mes amis ♥ qui m'ont soutenu tout au long de cette aventure
Rayenne , Raouf , Fatima , Sarah , Ali Votre soutien précieux et
vos conseils avisés ont été d'une valeur inestimable. Votre amitié
m'a donné la confiance nécessaire pour aller de l'avant .

Et bien sûr, un message spécial à mon binôme
"Benkaddour Hind Manel".

Notre collaboration a été plus qu'une simple association
académique. Tu es une amie précieuse et une partenaire de
confiance . Merci pour ton soutien constant et ta collaboration
exceptionnelle .

Que cette dédicace témoigne de mon admiration pour vous tous.
Votre présence dans ma vie a été essentielle pour ce succès, et je
suis reconnaissant de vous avoir à mes côtés. Votre amitié et
votre soutien sont des trésors que je chérirai toujours .

Sophia ♥

الملخص

تم اجراء هذا العمل بهدف المقارنة بين الزيوت العطرية لشجرة الفلفل الكاذب في جنوب و الجزائر و شمالها . تم استخلاص الزيوت باستخدام تقنية التقطير بالماء ، حيث تم الحصول على مردود بلغ 1.32 في حالة الجنوب و 0.32 في حالة الشمال و تم تنفيذ عملية الاستخلاص بنفس الطريقة و مع ذلك كانت العائدات المحصلة مختلفة .

تم تحليل هذه الزيوت باستخدام كروماتوغرافيا الغاز المرتبطة بمقياس الطيف الكتلي . اتاح الفحص بواسطة GC/MS تحديد 91 مكونا لزيت الفلفل الكاذب من تبسة و 34 مكونا لزيت الفلفل الكاذب من ورقلة . تتوافق

التحليل الفيزيوكيميائية لهذه الزيوت العطرية مع مواصفات

الكلمات المفتاحية الفلفل الكاذب , زيت عطري , الفلفل الكاذب , التقطير بالماء , الشمال , الجنوب , الخصائص .

Résumé :

Ce travail a été mené dans le but de faire une comparaison entre deux huiles essentielles du *Faux poivrier* cas de Sud et Nord Algérien. Les huiles essentielles ont été extraites par la technique de l'hydrodistillation qu'a donné un rendement de 1,32 cas de Sud et de 0.32 pour le cas du Nord , le procédés d'extraction est effectué de la même manière . Ce pendant les rendements obtenus sont différents.

Ces huiles ont été analysées par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse. Le criblage par la GC/MS a permis d'identifier 91 constituants pour l'huile essentielle de *Faux poivrier* de Tébessa et 34 constituants pour l'huile essentielle de *Faux poivrier* d'Ouargla.

Les analyses physico-chimiques de ces huiles essentielles sont conformes avec les normes AFNOR.

Mots-clés : *Faux poivrier* ; Huile essentielle ; Nord et Sud ; Hydrodistillation ; Caractérisation.

Abstract:

This work was carried out with the aim of making a comparison between two essential oils of the false pepper tree case of Southern and Northern Algeria. The essential oils were extracted by the technique of hydro-distillation which gave a yield of 1.32 case of South and 0.32 for the case of North, the extraction process was carried out in the same way. However, the yields obtained were different.

These oils were analyzed by gas chromatography coupled with mass spectrometry. Screening by GC/MS made it possible to identify 91 constituents for the essential oil of False pepper tree from Tébessa and 34 constituents for the essential oil of False pepper tree from Ouargla.

The physico-chemical analyzes of these essential oils comply with AFNOR standards.

Keywords: False pepper plant; Essential oil; North; South; Hydrodistillation; Characterization.

Liste d'abréviation :

AFNOR : Association française de normalisation

C °: Degré Celsius

GC-MS : Chromatographie phase Gazeuse couplé avec Spectroscopie de Masse

g: Gramme

HEs: Huiles essentielle

KOH : Hydroxyde de potassium

M: masse

ml : millilitre

Ms : masse de la plante utilisée

N : normalité

pourcentage : %

PH: Potentiel d'hydrogène

RHE: rendement en HE de la plante

T° : Température

V : volume

Listes des tableaux

Tableau	Titre	Page
I	Classification taxonomique de faux poivrier	5
II	Propriété du <i>faux poivrier</i> et de son huile essentielle	6
III	Matériel et produits utilisés au cours des expériences	27
IV	Caractéristiques Organoleptiques de les HEs des plantes étudiées	37
V	Les analyses physico-chimiques de l'HE étudiées.	39
VI	Les Composants majoritaire de l'huile essentielle de Faux poivrier de Tébessa	41
VII	Les Composants majoritaire de l'huile essentielle de Faux poivrier de Ouargla .	42

Listes des figures

Figure	Titre	Page
1	Plante fraîche de <i>Faux poivrier</i>	4
2	Structure de isoprène (C₅H₈)	10
3	Structure chimique de quelques composés terpéniques des huiles essentielles	11
4	Structure de quelques composés aromatiques	12
5	Schéma du montage de l'hydrodistillation	15
6	Entraînement à la vapeur d'eau ascendante et descendante.	17
7	Extraction par solvant	18
8	Diagramme de phase du dioxyde de carbone, pression=F (température)	19
9	Principe d'extraction par CO₂Supercritique.	19
10	schéma explique le processus de macération	21
11	Enfleurage à froid	22
12	Enfleurage à chaud.	23
13	Une pélatrice d'extraction à froid.	23
14	Extraction assistée par les micro-ondes	24
15	Feuilles sèches du Faux poivrier du nord et sud Algérien (photos originales)	27
16	Localisation par Google maps de point de récolte (Cas Sud Ouargla)	28
17	Localisation par Google maps de point de récolte (Cas du Nord Tébessa)	28
18	Montage d'Hydrodistillation Utilisé lors d'extraction	29
19	Décantation eau-huile essentielle	30
20	Protocole de la détermination d'indice d'acide	31
21	détermination de pH	33
22	Réfractomètre	34
23	Chromatographe	33
24	Rendement en HEs	38
25	Profil chromatographique de l'huile essentielle de faux poivrier de Tébessa	40
26	Profil chromatographique de l'huile essentielle de faux poivrier d'Ouargla	42

Sommaire :

Remerciement	
Dédicace	
Résumé	
Liste d'abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	

PARTIE THEORIQUE

Introduction générale	2
Chapitre I : Description botanique	
I. Description botanique	4
Définition	4
Description Botanique	4
Classification taxonomique.....	5
Période de floraison	5
Distribution et habitat.....	5
Propriété de la plante et de l'huile essentielle.....	6
I.7 Domaine d'utilisation.....	6
Chapitre II : Notions générale sur les huiles essentielles	
II.1 Historique.....	8
Définition des Huiles Essentielles.....	8
Répartition des huiles essentielles.....	9
Localisation d'HE	9
Composition chimique d'HE	9
Les terpènes	10
Les monoterpènes	10
Les sesquiterpènes	11
Composés aromatiques.....	12
Composés d'origine diverses	12
Toxicité des huiles essentielles	12
II.7-Propriétés physico-chimique d'HE	13
Chapitre III : Technique d'extraction des huiles essentielles	
III.1 Introduction.....	15
III.2-Les principales méthodes d'extraction	15
L'hydrodistillation	15
Extraction par entraînement à la vapeur.....	16
Extraction par solvant	17
Extraction au CO₂ super critique.....	18
III.2.4.1 Le processus d'extraction au CO₂.....	20
La macération	20

Processus de macération	20
Extraction par enfleurage	21
III.2.6.1-Enfleurage à froid.....	22
III.2.6.2-Enfleurage a chaud.....	22
III.2.6.3-Extraction par presse à froid	23
III.2.7- Extraction assisté par les micro-ondes (MAE).....	23
 PARTIE EXPERIMENTALE	
1. Matériel	27
Matériel biologique	27
<i>Matériel végétal</i>	27
Matériel et produits du laboratoire	27
I.3 Récoltes des plantes	28
Les coordonnées du site de récolte (Sud)	28
Les coordonnées du site de récolte (Nord)	28
2. Méthodes	28
Extraction des HEs	28
a. principe et procédé d'hydrodistillation	29
b .Calcul du rendement.....	30
Analyses physico-chimiques des huiles essentielles.....	31
 Propriétés physico-chimiques des HEs.....	
Mesure des indices chimiques.....	31
a. Indice d'acide	31
b. Mesure du pH	32
Mesure des grandeurs physiques.....	33
a. Indice de réfraction	33
Identification et analyses chromatographique.....	34
 Résultats et Discussion	
1- Caractéristiques Organoleptiques.....	37
2- Caractéristiques physico-chimiques.....	37
2.1- Rendement d'extraction.....	38
2.2- Analyses physico-chimiques.....	38
2.2.1 L'indice d'acide	39
L'indice de réfraction.....	39
La densité	39
3- Caractérisations des huiles essentielles par GC/MS	40
3.1- Cas de la plante <i>Faux poivrier de la ville de Tébessa</i>	40
3.2- Cas de la plante <i>Faux poivrier d'Ouargla</i>	42
Conclusion générale	45
Références bibliographique.....	

Introduction

Générale

Les humains et les plantes ont une relation complexe qui remonte loin dans notre vie ; Cet héritage peut être vu aujourd'hui alors que les plantes fournissent de la nutrition, des fibres, des produits pharmaceutiques et de l'énergie aux personnes et aux animaux à travers le monde [1]

Les plantes aromatiques possèdent des composés aromatiques, dont la plupart sont des huiles essentielles volatiles à température ambiante. Ils sont traditionnellement utilisés comme matières premières pour l'extraction des huiles essentielles (qui à leur tour sont utilisées dans la saveur et l'industries des parfums), ainsi que les sources d'épices, d'herbes et d'autres produits naturels produits tels que les médicaments traditionnels, les produits pharmaceutiques, les cosmétiques, les pesticides botaniques, insectifuges, tisanes/boissons.

En Afrique du Sud, la naturalisation de *S. molle* dans la savane se fait généralement à partir d'arbres. A planter à l'ombre des bords de route ou des jardins. *S. molle* a déjà formé quelques colonies les zones dégradées dans les régions semi-arides et arides d'Afrique du Sud, par ex. décharges minières et L'espèce montre maintenant des signes clairs de comportement envahissant sur les lits des rivières zone.

Dans ce travail on a fait une étude comparative entre deux huiles essentielles d'une plante aromatique et médicinale le *Faux poivrier*, récolté de deux régions du Nord et Sud Algérien.

Le plan adopté dans cette étude est articulé en deux parties, dont La première partie théorique est composée de trois chapitres :

Le premier chapitre consiste à la présentation des plantes étudiées .

Le deuxième chapitre aborde des généralités sur les huiles essentielles .

Le troisième chapitre aborde des généralités sur les Techniques d'extraction des huiles essentielles

La deuxième partie est réservée à la partie expérimentale illustre le matériel et les méthodes mis en œuvre pour l'extraction du *Faux poivrier*, l'étude des propriétés physico-chimiques des huiles essentielles et en fin résultats, discussions et interprétations scientifiques des travaux obtenus. la conclusion générale résume l'ensemble des travaux réalisés.

Chapitre I :

Description botanique

I. Description botanique :

: Définition :

Le *Faux poivrier* (*Schinus molle*) est une plante appartenant à la famille des *Anacardiaceae*. C'est une espèce pionnière à croissance rapide, on la trouve typiquement dans les zones montagneuses, aux bordures des routes et sur les terres agricoles. Il pousse bien sur les sites et les pentes caillouteuses, il préfère les sols sableux et bien drainés mais il est tolérant à la plupart des types de sol et aussi à la salinité et l'alcalinité. Il tolère les hautes températures et une fois établie, il est extrêmement résistant à la sécheresse, ainsi au gel, mais pas pour de longues périodes [4]

: Description Botanique :

Arbre à feuilles persistantes au feuillage pleurant, 6- 8 m, sur de bons points jusqu'à 15 m ; tronc court d'écorce brun foncé, profondément fissuré et écaillé, dégageant un latex collant lorsqu'il est endommagé. Feuilles composées, 15- 30 cm de long, avec 15- 41 folioles ; folioles vert jaunâtre, de 2 à 5 cm de long, lancéolées, à marges entières ou dentelées. Les feuilles ont une odeur de poivre lorsqu'elles sont broyées. Les fleurs sont unisexuées, petites et jaune pâle, en panicules de 10- 15 cm de long. Les fleurs femelles et les fleurs mâles se trouvant normalement sur différents arbres, dans la zone de répartition naturelle, la floraison a lieu de septembre à décembre et les fruits sont mûrs de décembre à janvier. En Afrique de l'Est, les fruits sont récoltés en mars. Tous les fruits ne mûrissent pas en même temps et au sein d'une grappe, ils sont souvent à différents stades de maturité. Les fruits sont de petites drupes rondes, de 5 à 9 mm de diamètre, cream vif à maturité et noirâtres. La pulpe est fine et coriace ; Il a un goût sucré et contient des huiles aromatiques. Il y a une ou deux graines par fruit. Les graines ont un diamètre de 2 à 4 mm, rondes, brun- noir, sillonné une fois sec. Il y a 30 000 à 40 000 graines par kg.[5]



Figure1 : Plante fraîche de *Faux poivrier*

I.3. Classification taxonomique

Tableau I. Classification taxonomique de *Faux poivrier*

La classification selon Madhu et Bikshal (2010) est donnée comme suit

Règne	<i>Plantae</i>
Sous-Règne	<i>Tracheobionta</i>
Division	<i>Magnoliophyta</i>
Classe	<i>Magnoliopsida</i>
Sous-Classe	<i>Rosidae</i>
Ordre	<i>Sapindales</i>
Famille	<i>Anacardiaceae</i>
Genre	<i>Schinus</i>

I.4 Période de floraison :

Dans les régions chaudes et humides, comme les tropiques, *Faux poivrier* peut fleurir tout au long de l'année. Dans les régions plus tempérées, la floraison a lieu en été ou en début d'automne, généralement entre les mois de juin et de septembre.

I.5-Distribution et habitat

Le *Faux poivrier* est largement cultivé dans les régions tropicales et subtropicales [6]

. Il est largement répandu en dehors de leurs gammes géographiques originales, grandit au Nord et Amérique centrale, Afrique, Moyen-Orient et est cultivé autour de la Méditerranée dans Europe du Sud. En Argentine, il est largement utilisé comme un arbre urbain en raison de sa résistance à la pollution, diffusion facile et économique et peu besoin d'irrigation. La zone de distribution naturelle est les Andes région, principalement le Pérou. On le trouve à des altitudes à 3900 m d'altitude, dans les zones de 300-700 mm pluie / ans.

Il tolère les températures élevées et une fois établi, il est extrêmement sec résistant. Une espèce pionnière à croissance rapide qui est généralement trouvé en bordure de route et sur Les terres agricoles. Préfère les sols sableux et bien drainés mais ils tolèrent à la plupart des types de sol et aussi à salinité et alcalinité. Introduit à Central et Amérique du Nord, Europe et Afrique et dans certains endroits, il a été naturalisé. [7]

I.6-Propriété de la plante et de l'huile essentielle :

Tableau II : Propriété du *Faux poivrier* et de son huile essentielle

Propriétés de la plante	Propriétés de l'huile essentielle
Antibiotique. Anti inflammatoire. Antifongique. Apéritive. Laxative.	Antifongique. Anti-inflammatoire. Antimicrobienne. Diurétique. Expectorante. Tonique.

I.7-Domaine d'utilisation :

En effet le *Faux poivrier* est traditionnellement utilisé comme médicament par les populations indigènes partout dans les tropiques. Les études pharmacologiques menées à partir des extraits de *Schinus molle*, ont montré que cette plante a des propriétés hypotensives, anti tumorale, antifongique, antibactérienne, anti-inflammatoire, analgésique et antis dépresseurs] [8]. *Faux poivrier* est une plante dioïque à l'odeur poivrée de feuilles lancéolées, de branches pendantes à fleurs blanc jaunâtre disposées en grappes et de fruits rouge corail de la taille d'un poivre [9].

Chapitre II :

Notions générales sur

Les huiles essentielles

II.1-Historique :

Depuis les temps anciens, et aussi près que nous puissions le dire, depuis le début de l'histoire enregistrée, le règne végétal a fourni des extraits et des essences rares et puissants qui ont longtemps été prisés pour leur valeur médicinale, spirituelle, aromatique et thérapeutique améliorant la beauté. Il ne se limite pas seulement une zone géographique. Presque toutes les régions du monde utilisent des composés aromatiques dans leur système de santé.

Les huiles essentielles ont été utilisées tout au long de l'histoire pour une grande variété d'applications de bien-être. Il semble que les Egyptiens étaient quelques les premiers à utiliser les huiles essentielles aromatiques dans la pratique médicale, soins de beauté, la préparation des aliments, et les cérémonies religieuses. Encens, bois de santal, de la myrrhe et de la cannelle ont été considérés comme des marchandises très précieuses, parfois échangées contre de l'or. Par ailleurs, les Grecs utilisaient des huiles essentielles dans leurs pratiques de massage thérapeutique et de l'aromathérapie. Les Romains puis les chinois et les indiens ont également utilisé des huiles aromatiques pour promouvoir la santé et l'hygiène personnelle. Les Perses ont commencé à affiner les méthodes de distillation pour extraire les huiles essentielles de plantes aromatiques. Les extraits d'huiles essentielles ont été utilisés à travers les âges sombres en Europe pour leurs propriétés antibactériennes et odorantes [10]

Ce n'est qu'au début du 2^{ème} siècle que l'on a vu le renouveau et la popularité de l'aromathérapie, et c'est grâce au chimiste français René Maurice Gatefossi que l'aromathérapie moderne est née.

Aujourd'hui, des médecins (Valnet, Duraffourd, Lapraz, d'Hervincourt, Belaiche) et des chercheurs de haut niveau (P. Franchomme), des pharmaciens (D. Baudoux) ont définitivement assis la réputation, l'efficacité et l'extraordinaire richesse des huiles essentielles [11] .

II.2-Définition des Huiles Essentielles :

Connues des civilisations anciennes et aujourd'hui scientifiquement reconnues, les huiles essentielles sont des extraits naturels de plantes puissants et d'une extraordinaire efficacité, tant sur le plan de la santé que de la beauté et du bien-être. En les combinant, il est possible de mettre au point des synergies aromatiques inédites dont les vertus et propriétés répondent à

des besoins ciblés comme, par exemple, le renforcement des défenses immunitaires, la relaxation, la stimulation, le soulagement de douleurs articulaires et musculaires [12]

Selon la définition de la norme française¹ NF T 75-006 (AFNOR, 1980), l'huile essentielle est « un produit obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicerpe des Citrus, soit par distillation sèche ».

L'huile essentielle est ensuite séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques pour les deux premiers modes d'obtention ; elle peut subir des traitements physiques n'entraînant pas de changement significatif de sa composition (par exemple ; redistillation, aération,) [13]. Bruneton J. Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales 3e édition ; 1999 Parmi les espèces végétales (800 000 à 1 500 000 selon les botanistes) 10 % seulement sont dites « aromatiques », c'est-à-dire qu'elles synthétisent et sécrètent des infimes quantités d'essence aromatique par l'intermédiaire de poils, poches ou canaux sécréteurs [14]

II.3-Répartition des huiles essentielles :

Les huiles essentielles n'existent que chez les végétaux supérieurs. Elles sont produites dans le cytoplasme des cellules sécrétrices et s'accumulent en général dans des cellules glandulaires spécialisées, souvent situées sur ou à proximité de la surface des tissus de plantes et recouvertes d'une cuticule. Ensuite, elles sont stockées dans des cellules dites cellules à huiles essentielles (*Lauraceae* ou *Zingiberaceae*), dans des poils sécréteurs (*Lamiaceae*), dans des poches sécrétrices (*Myrtaceae* ou *Rutaceae*) ou dans des canaux sécréteurs (*Apiaceae* ou *Asteraceae*) [13].

II.4-Localisation de HE :

Les huiles essentielles se trouvent dans tous les organes de la plante : feuilles, fleurs, racines, graines, écorces, bois. La composition de l'HE (qualitative et quantitative) peut varier selon sa localisation dans la plante [15]

II.5-Composition chimique de HE :

Les huiles essentielles sont des substances complexes qui contiennent plusieurs centaines de composants, cependant on peut les regrouper en familles de substances chimiques. Ce sont

ces molécules connues et chimiquement définies qui confèrent aux huiles essentielles leurs propriétés thérapeutiques.[16]

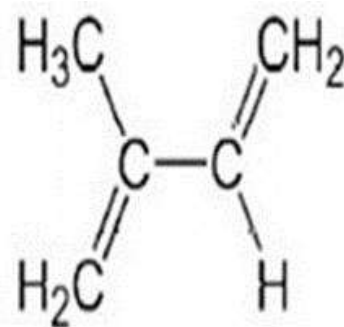
Les dérivés terpénoïdes et phénylpropanoïdes sont les principaux composants des huiles essentielles. Dans la plupart des plantes, leurs huiles essentielles contiennent des terpénoïdes à environ 80 %. Mais la présence de dérivés phénylpropanoïdes confère aux huiles essentielles une saveur, une odeur et un piquant importants. Ces deux groupes de composés sont dérivés de deux voies différentes à partir de différents métabolites primaires [17]. Autres composés (acides, alcools, aldéhydes, phénols, etc.) peuvent être présents, mais à des proportions plus petites[18] .

II.5.1-Les terpènes :

Les terpènes sont des composés produits par le couplage de plusieurs unités « isoprène » (C_5H_8) Figure II. ; deux unités pour les monoterpènes($C_{10}H_{16}$) et trois pour les Sesquiterpènes($C_{15}H_{24}$)

Les terpénoïdes sont responsables de la couleur et de l'odeur des plantes et des épices et possèdent une variété de propriétés biologiques et pharmacologiques telles que : antivirales, anti-inflammatoires, anti-œdémateuses, cytoprotectives, immunomodulatrices, analgésiques, antibactériennes et antifongiques [19].

Figure 2 : Structure de l'isoprène (C_5H_8)



II.5.1.1-Les monoterpènes :

Les monoterpènes sont les plus simples constituants des terpènes dont la majorité (90%) est rencontrée dans les huiles essentielles. Ils comportent deux unités isoprène (C_5H_8), selon le mode de couplage « tête-queue ». Ils peuvent être acycliques, monocycliques ou bicycliques. A ces terpènes se rattachent un certain nombre de produits naturels à fonctions chimiques spéciales.[20]

II.5.1.2-Les sesquiterpènes :

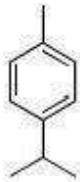
IL s'agit de la classe la plus diversifiée des terpènes. Elles contiennent plus de 3000 molécules comme par exemple : B-caryophyllène, B-bisabolène, α -humilène, α -bisabolol, farnesol [21] Hernandez Ochoa L. R. (2005) – Substitution de solvants et matières actives de synthèse par une combine « solvant/actif » d'origine végétale. Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse.

I. Terpenes

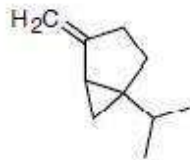
-Monoterpenes

Carbure monocyclic

Cymene ("y") or p.cymene



Sabinene

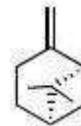


Carbure bicyclic

Alpha-pinene

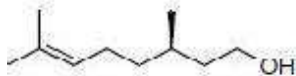


Betapinene

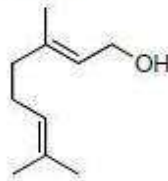


Alcohol acyclic

Citronellol

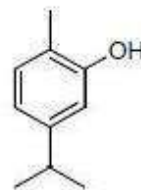


Geraniol

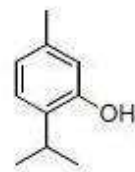


Phenol

Carvacrol



Thymol



-Sesquiterpenes

Carbure

Farnesol



Alcohol

Caryophyllene

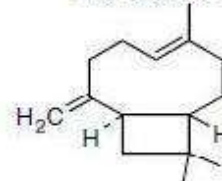


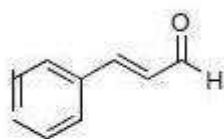
Figure 3 : Structure chimique de quelques composés terpéniques des huiles essentielles [22]

II.5.2-Composés aromatiques

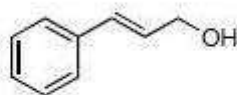
Les dérivés du phénylpropane(C6-C3) sont beaucoup moins fréquents que les précédents .Ce sont souvent des allyl-et propénylphénols parfois des aldéhydes caractéristiques de certaines huiles essentielles(anis, fenouil, persil..). On peut également rencontrer dans les HE des composés en C6-C1 comme la vanilline ou l'antranilate de méthyle [23]

Aromatic compounds

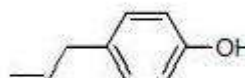
Aldehyde
Cinnamaldehyde



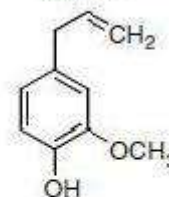
Alcohol
Cinnamyl alcohol



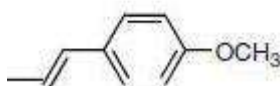
Phenol
Chavicol



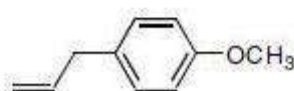
Phenol
Eugenol



Methoxy derivative
Anethole



Methoxy derivative
Estragole



Methylene dioxy compound
Safrole

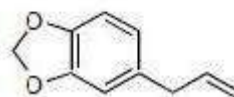


Figure 4.: Structure de quelques composés aromatiques[13]

II.5.3-Composés d'origine diverses :

Il s'agit des produits résultant de la transformation de molécules non volatiles, d'origine lipidiques, terpéniques, azotés soufrés ou hétérosidiques. Ces composés contribuent aux arômes de fruits [14]

II.6-Toxicité des huiles essentielles :

Les HE sont de plus en plus reconnus pour leurs bienfaits sur le bien-être et la santé, néanmoins il faut les utiliser avec prudence pour éviter tout effet indésirable. En effet à dose trop faible, leur activité thérapeutique est insuffisante, à dose plus élevée, leur activité est optimale, et au-delà, elles deviennent toxiques. La prudence est donc indispensable quant aux

choix des HE, de leur voie d'administration, de leur posologie et de la durée de traitement [24]

L'accumulation des essences dans l'organisme par des prises répétées peut conduire à des nausées, des céphalées, L'ingestion de plus de 10 ml d'huile essentielle est neurotoxique et épileptogène par inhibition de l'apport d'oxygène au niveau des tissus encéphaliques [14].

II.7-Propriétés physico-chimique de HE :

De manière générale, les propriétés physico-chimiques des huiles essentielles sont en fonction de méthode d'extraction et plusieurs facteurs (lieu d'origine, climat, période et méthode de récolte, nature du sol). Les huiles essentielles sont incolores ou jaune pâle à l'état liquide et à température ordinaire. Toutes les huiles essentielles sont volatiles et odorantes. Elles sont peu solubles dans l'eau, solubles dans les huiles végétales, dans les alcools et dans la plupart des solvants organiques [25].

Chapitre III :
Technique d'extraction
des huiles essentielles

III.1 Introduction :

Quelle que soit la méthode d'extraction utilisée, les étapes d'extraction des huiles essentielles sont les mêmes. Les molécules aromatiques qui composent les huiles essentielles doivent d'abord être extraites, puis ces molécules sont séparées du milieu par distillation.

La méthode d'extraction des huiles essentielles choisie doit être la plus performante, capable de fournir des huiles essentielles de très bonne qualité un rendement élevé avec un faible coût économique, les huiles essentielles obtenues doivent être limpides, concentrées, avec une odeur subtile caractéristique. , il ne doit y avoir aucune trace de solvants, l'obtention d'huiles essentielles nécessite de multiples méthodes.

III.2-Les principales méthodes d'extraction :

III.2.1-L'hydrodistillation :

L'hydrodistillation proprement dite, est la méthode normée pour l'extraction d'une huile essentielle, ainsi que pour le contrôle de qualité [26] c'est la technique la plus simple et la plus courante. Il est constitué de substances immergées D'abord directement dans l'eau, puis porter le tout à ébullition.

L'opération est Généralement effectuée à la pression atmosphérique. La vapeur formée est condensée Système de refroidissement par eau. Lors de la distillation des huiles essentielles, il se produit plusieurs phénomènes, c'est la base de l'échange de matière entre la phase solide, la phase liquide et la phase gazeuse, il affecte donc de nombreux paramètres concernant la qualité et le rendement produit par ces espèces plantes Figure 5.



Figure 5: Schéma du montage de l'hydrodistillation

Les expériences menées jusqu'à l'épuisement du substrat montrent essentiellement que la durée des parties de plantes ligneuses prend plus de temps à distiller que les parties de plantes herbacées.

Cette différence est étroitement liée à la localisation du système de production ou de stockage. L'huile essentielle présente à la surface ou à l'intérieur des tissus végétaux.

Ce procédé présente des inconvénients dus principalement à l'action de la vapeur d'eau ou de l'eau à l'ébullition ; Certains organes végétaux, en particulier les fleurs, sont trop fragiles et ne supportent pas les traitements par entraînement à la vapeur d'eau et par hydrodistillation [27]

L'hydrodistillation a ses limites. Un chauffage prolongé et intense peut détériorer certaines plantes, dégradation de certaines molécules aromatiques. L'eau, l'acidité et la température peuvent provoquer une hydrolyse de l'ester, mais peuvent également provoquer un réarrangement, une isomérisation, une racémisation et/ou une oxydation.

III.2.2-Extraction par entraînement à la vapeur :

Datant de plus d'un millénaire, il s'agit de la méthode la plus ancienne et la plus utilisée pour obtenir une huile essentielle de qualité [28]. Cela se produit lorsque la vapeur vaporise les composés volatils de la matière végétale, qui finissent par passer par un processus de condensation et de collecte.

Un grand récipient appelé alambic, qui est généralement en acier inoxydable, contenant le matériel végétal est additionné de vapeur, par une entrée, de la vapeur est injectée à travers la matière végétale contenant les huiles souhaitées, libérant les molécules aromatiques de la plante et les transformant en vapeur, les composés végétaux vaporisés voyagent vers le ballon de condensation ou le condenseur. Ici, deux tuyaux séparés permettent à l'eau chaude de sortir et à l'eau froide d'entrer dans le condenseur. Cela rend la vapeur refroidie sous forme liquide.

Le sous-produit liquide aromatique tombe du condenseur et s'accumule dans un récipient situé en dessous, appelé séparateur. Parce que l'eau et l'huile ne se mélangent pas, l'huile essentielle flotte au-dessus de l'eau. De là, il est siphonné. (Certaines huiles essentielles sont plus lourdes que l'eau, elles se trouvent donc au fond du séparateur.)

L'hydro-diffusion est une variante de l'entraînement à la vapeur (Figure III.2). Dans le cas de l'hydro-diffusion, le flux de vapeur n'est pas ascendant mais descendant. Cette technique exploite ainsi l'action osmotique de la vapeur d'eau [26]

Le principe de cette méthode réside dans l'utilisation de la pesanteur pour dégager et condenser le mélange « vapeur d'eau – huile essentielle » dispersé dans la matière végétale [29].

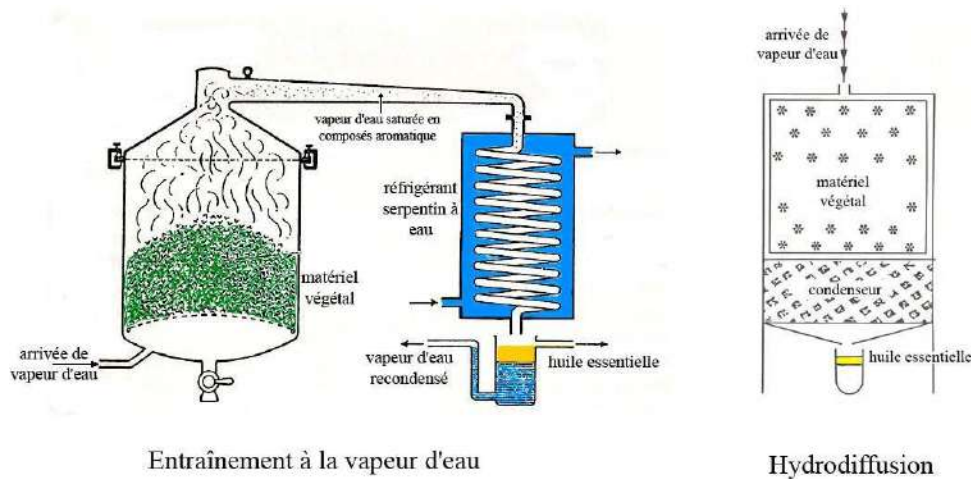


Figure 6 : Entraînement à la vapeur d'eau ascendante et descendante.

III.2.3- Extraction par solvant :

Cette méthode est utilisée pour obtenir des huiles florales extrêmement parfumées [28]. Il convient mieux aux matières végétales qui produisent de faibles quantités d'huile essentielle, sont en grande partie résineuses ou sont des aromatiques délicates incapables de résister à la pression et à la détresse de la distillation à la vapeur. Cette méthode produit également un parfum plus fin que n'importe quel type de méthode de distillation, grâce à ce processus, les matières végétales non volatiles telles que les cires et les pigments sont également extraits et parfois éliminées par d'autres processus cette technique consiste à dissoudre la matière végétale aromatique dans un solvant qui est ensuite évaporé

Une fois que la matière végétale a été traitée avec le solvant, elle produit un composé aromatique cireux appelé "concret". Lorsque cette substance concrète est mélangée à de l'alcool, les particules d'huile sont libérées. Les produits chimiques susmentionnés utilisés dans le processus restent ensuite dans l'huile et l'huile est utilisée dans les parfums par l'industrie du parfum ou à des fins d'aromathérapie. Figure III.3

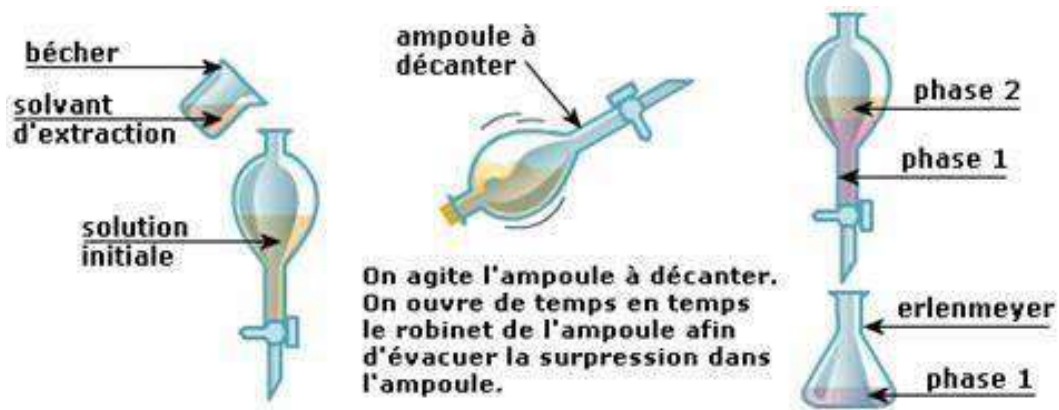


Figure 7 : Extraction par solvant

L'extraction par solvant comprend les méthodes suivantes : CO₂ hypercritique (dioxyde de carbone), , enflourage.

III.2.4-Extraction au CO₂ super critique :

Les huiles essentielles issues de l'extraction au CO₂ supercritique des herbes sont similaires aux huiles produites par distillation en ce sens qu'elles peuvent être utilisées en aromathérapie et en parfumerie naturelle.

Les huiles issues de la distillation à la vapeur varient dans leurs qualités en fonction des températures, des pressions et du temps appliqués au processus, le dioxyde de carbone (CO₂) devient un fluide supercritique lorsque sa température dépasse les 31°C (87,8°F) et sa pression dépasse les 74 bars (ce qui est équivalent à la pression à 750m de profondeur sous-marine) [30].

Figure 8

Le processus d'extraction au CO₂ pourrait ainsi produire des huiles de meilleure qualité qui n'étaient pas altérées par l'application d'une chaleur élevée. Dans l'extraction au CO₂, aucun des constituants de l'huile n'est endommagé par la chaleur, ainsi, la différence entre la distillation traditionnelle et l'extraction supercritique est qu'au lieu de l'eau chauffée ou de la vapeur, le CO₂ est utilisé comme solvant dans cette dernière méthode. Figure 9

Un extrait au CO₂ est plus proche en composition chimique de la plante d'origine dont il est issu, car il contient une plus large gamme de constituants végétaux. Les extraits de CO₂ sont généralement plus épais que leurs homologues d'huiles essentielles et ont souvent plus d'arômes d'herbes, d'épices ou de plantes naturelles qu'une huile essentielle distillée. On dit que les extraits

au CO₂ contiennent plus de constituants végétaux que la quantité extraite de la même plante par distillation à la vapeur, cette technique est aujourd'hui considérée comme la plus prometteuse car elle fournit des extraits volatils de très haute qualité et qui respecterait intégralement l'essence originelle de la plante [31] .

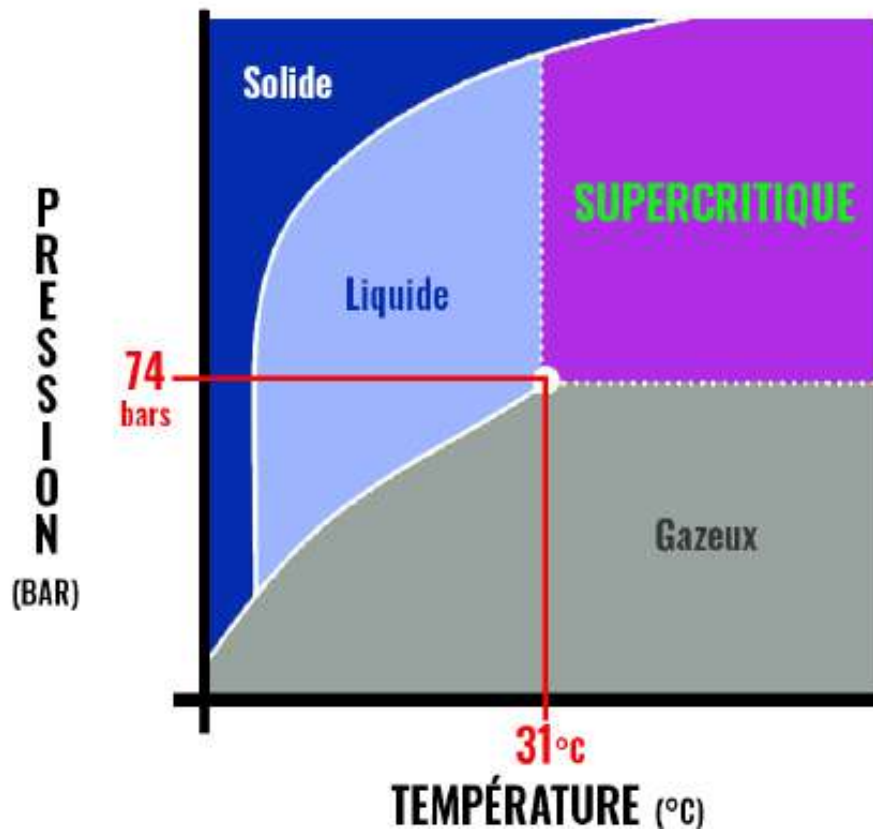


Figure 8 : Diagramme de phase du dioxyde de carbone, pression= F (température)

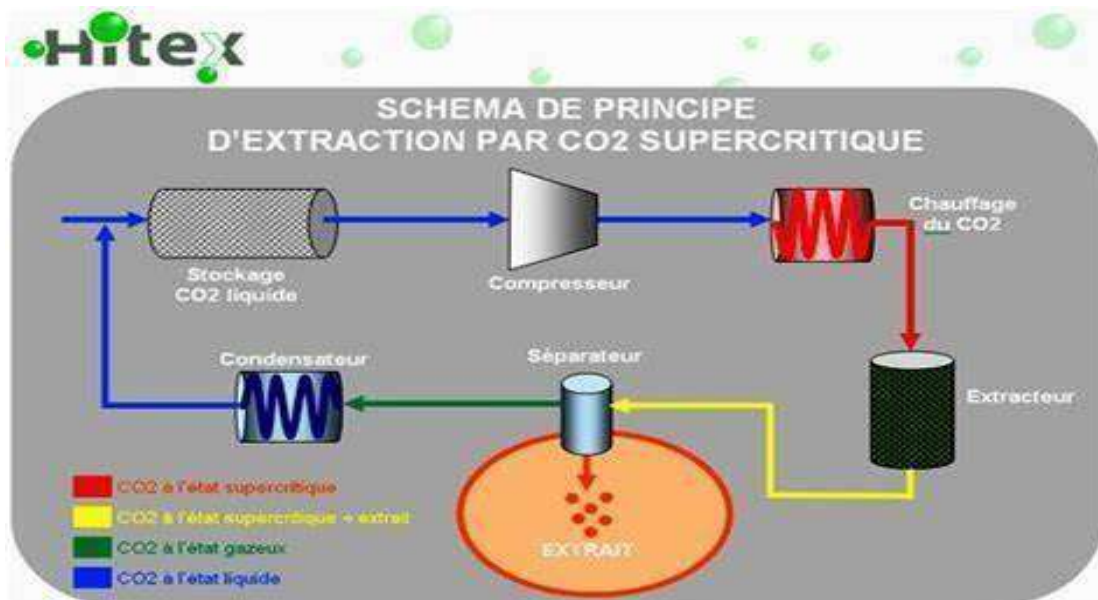


Figure 9 : principe d'extraction par CO₂ supercritique.

III.2.4.1-Le processus d'extraction au CO₂ :

Le dioxyde de carbone sous pression devient liquide tout en restant à l'état gazeux, ce qui signifie qu'il est désormais "supercritique". Dans cet état, il est pompé dans une chambre remplie de matière végétale.

En raison des propriétés liquides du gaz, le CO₂ agit comme un solvant sur la matière végétale naturelle, extrayant les huiles et autres substances telles que les pigments et la résine de la matière végétale. L'huile essentielle contenue se dissout alors dans le CO₂ liquide, le CO₂ est ramené à la pression naturelle et s'évapore à nouveau dans son état gazeux, tandis que ce qui reste est l'huile résultante. Le CO₂ est incolore, inodore et peut être facilement et complètement éliminé en relâchant la pression dans la chambre d'extraction. C'est ce que nous respirons et dont les plantes ont besoin pour se développer, ce qui illustre son innocuité lorsqu'elles sont utilisées dans le processus d'extraction. Cette absence de solvants potentiellement nocifs dans l'extraction du CO₂ signifie que ni le corps humain ni l'environnement ne sont pollués.

III.2.5.1 Processus de macération :

La matière végétale est finement coupé, broyé ou broyé en poudre modérément grossière ensuite le matériel végétal est placé dans un récipient fermé. Après cela, le solvant est ajouté, le mélange est laissé au repos pendant une semaine et il est secoué de temps en temps, après quoi le liquide est filtré et le résidu solide est pressé pour recueillir tout liquide restant. Les liquides filtrés et exprimés sont mélangés et purifiés par filtration ou affaissement. Figure 10

III.2.6-Extraction par enfleurage :

L'enfleurage n'est pas couramment utilisé aujourd'hui, mais c'est l'une des plus anciennes méthodes d'extraction d'huile essentielle qui met en œuvre l'utilisation de la graisse, c'est une méthode surtout utilisée pour la parfumerie. À la fin de ce processus, la graisse végétale ou la graisse animale devient infusée des composés de parfum de la fleur. Les graisses utilisées sont sans odora et solides à température ambiante, l'enfleurage constitue en quelque sorte la part royale dans le domaine de la confection de parfums, car il permet également de préserver des senteurs particulièrement délicates dans leur haute qualité et leur pureté [32].

Le processus d'enfleurage peut être fait soit « chaud » ou « froid ». Dans les deux cas, la graisse saturée de parfum est appelée « pommade enfleurage ».

III.2.6.1-Enfleurage à froid :

Ce processus d'extraction, n'est plus trop utilisé, est réservé aux huiles florales de très grande qualité. Les senteurs particulièrement délicates peuvent également être capturées par enfleurage dans de la graisse froide [32], la graisse végétale ou animale hautement purifiée et inodore, généralement du saindoux ou du suif, est étalée sur des plaques de verre dans un cadre appelé châssis et est autorisée à durcir.

Des pétales de fleurs fraîches ou des fleurs entières fraîches sont ensuite placées sur la couche de graisse et pressées. On les laisse durcir pendant 1 à 3 jours ou pendant quelques semaines selon les fleurs utilisées. Pendant ce temps, leur parfum s'infiltré dans la graisse Figure III.7, les pétales épuisés sont remplacés et le processus est répété jusqu'à ce que la graisse atteigne la saturation souhaitée.

Le produit final est la pommade d'enfleurage : la graisse et l'huile parfumée. Ceci est lavé avec de l'alcool pour séparer l'extrait botanique de la graisse restante, qui est utilisée pour fabriquer du savon. Lorsque l'alcool s'évapore de ce mélange, « l'absolu » est ce qui reste.



Figure 11 : Enfleurage à froid

III.2.6.2-Enfleurage a chaud :

La seule différence dans ce processus est que les graisses sont chauffées, elle consiste à faire fondre dans de grandes marmites au bain-marie de la graisse à laquelle on ajoute les fleurs Figure III.8 . On renouvelle les fleurs tous les deux jours environ. Puis on filtre le tout à travers plusieurs couches de tissus (lin et coton) afin de séparer la graisse inutile de la pommade. On peut utiliser cette pommade telle quelle ou la traiter par la même méthode que pour l'enfleurage à froid afin d'obtenir une absolue [33], Bouderdara N. Séparation et détermination de structures des métabolites secondaires de *Cachrys libanotis* L. Thèse : chimie organique. Université Mentouri de Constantine. Ce processus est répété autant de fois que nécessaire pour assurer le passage d'un maximum d'arômes dans la graisse [32]

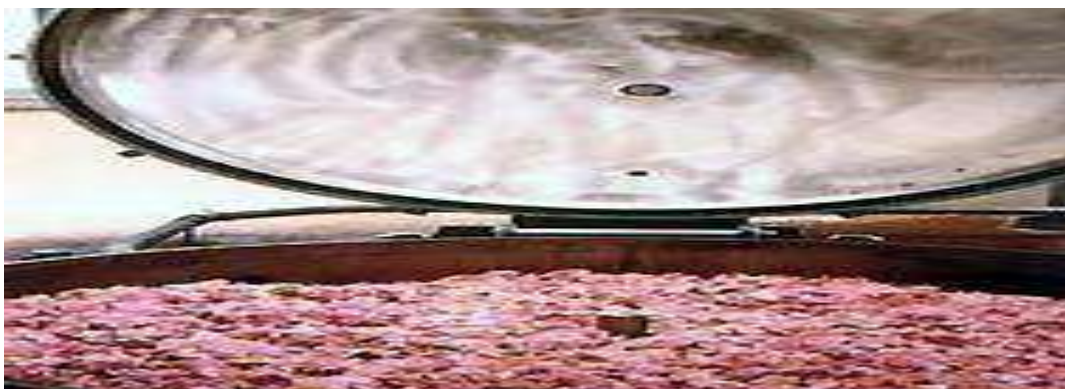


Figure 12 : Enfleurage à chaud.

III.2.6.3-Extraction par presse à froid :

Cette méthode est aussi appelée Expression ou Scarification et est utilisée notamment pour les écorces d'agrumes, le fruit entier est placé dans un dispositif qui le perce mécaniquement pour rompre les sacs d'huiles essentielles, situés sur la face inférieure de l'écorce. L'huile essentielle et les pigments s'écoulent dans la zone de collecte de l'appareil, le fruit entier est pressé pour en extraire le jus et l'huile. Figure 13

L'huile et le jus produits contiennent encore des solides des fruits, tels que la peau, et doivent être centrifugés pour filtrer les solides des liquides. Cette huile se sépare de la couche de jus et est siphonnée dans un autre récipient.

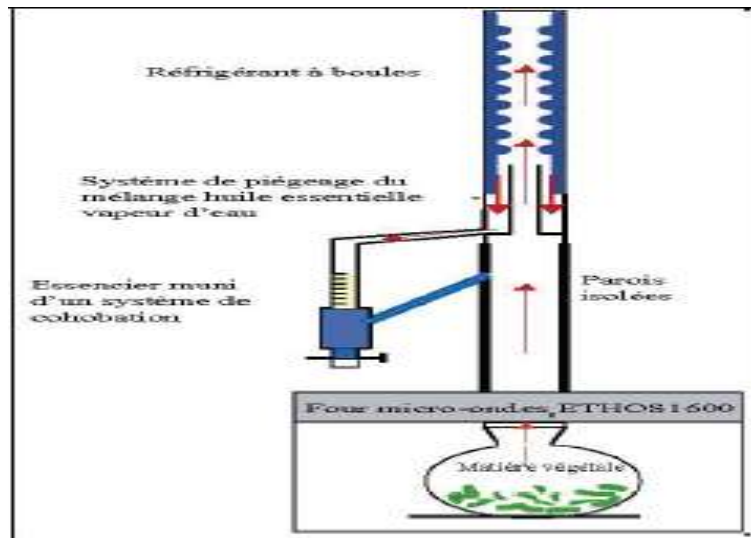


Figure 13 : Une pétratrice d'extraction à froid.

III.2.7- Extraction assisté par les micro-ondes (MAE) :

C'est une technique récente développée dans le but d'extraire des produits naturels comparables aux huiles essentielles et aux extraits aromatiques. Les micro-ondes sont capables de pénétrer dans les biomatériaux et de générer de la chaleur en interagissant avec les molécules polaires comme l'eau. L'interaction entre les micro-ondes et les molécules

polaires conduit à un sur chauffage interne et une perturbation de la structure cellulaire facilitant la diffusion du composé bioactif à partir de la matrice végétale [34] Figure14. Des études en démontrent que cette technique possède plusieurs avantages tel que le gain de temps d'extraction, l'utilisation de petites quantités de solvant, et un rendement d'extraction élevé



[35]

Figure 14 Extraction assisté par les micro-ondes.

Partie Expérimentale

Matériels et Méthodes

1. Matériel :

Matériel biologique :

Matériel végétal :

Il est constitué de la plante *Faux poivré* qui sont collectées au niveau de la wilaya d'Ouargla (Sud d'Algérie) et Tébessa (Est d'Algérie) en Mars.

Le séchage des deux plantes est effectué pendant quatre jours à l'air ambiante avant l'extraction. **Fig15**



Fig. 15 : Feuilles sèches du *Faux poivré* du Nord et Sud Algérien (photos originales).

Matériel et produits du laboratoire :

Matériels et produits utilisés au cours des expériences :

Tableau III : Matériels et produits utilisés au cours des expériences

Verreries	Matériels	Réactifs chimiques
-Bain marie -Ballons ,2000 ml -Becher -Burette, de 25 ml de capacité, graduée en 0.1 ml. -Entonnoir - Pipettes pasteurs -Eprouvette graduée -Erlenmeyer - Poire - Flacons - Ampoule à décanter - Réfrigérant	-Chauffe ballon -Balance analytique -Pompe à eau -Support élévateur - Refractomètre - Papier pH	- Eau distillée - KOH - Ethanol - Phénol phtaléine - Acétone

I. 3-Récoltes des plantes :

Les coordonnées du site de récolte (Sud) :

L'échantillon a été collecté au niveau de l'université Kasdi Merbah Ouargla Pole 03.

Localisation par Google maps :

31,93805° N, 5,28808° E



Fig.16 : Localisation par Google maps de point du récolte (Cas Sud Ouargla)

Les coordonnées du site de récolte (Nord) :

L'échantillon a été collecté au niveau de la cité saint barbe , Ouenza , Tébessa

Localisation par google maps :

35,94287° N, 8,13592° E



Fig.17 : localisation par google maps de point du Récolte (Cas Nord Tébessa)

2. Méthodes :

Extraction des HEs :

L'extraction d'huiles de faux poivrier a été réalisé au niveau du Centre de Recherche Scientifique, Laboratoire de Génie de Procédé à l'université de Kasdi Merbah Ouargla par la méthode d'hydrodistillation.

a. principe et procédé d'hydrodistillation :

L'hydrodistillation a été faite par un appareil de type **CLEVENGER (1928)** **fig .** 100g de la matière végétale est introduite dans un ballon de 2 litres contenant un volume suffisant d'eau, la préparation est portée à ébullition pendant deux heures dès l'apparition de la première goutte du distillat. La vapeur d'eau enrichie de constituants volatils est condensée dans le réfrigérant puis décantée dans une ampoule destinée pour cette fin. L'eau et l'HE se séparent par différence de densité. **Fig. 18.** Les HEs extraites sont conservées dans des flacons en verre à l'abri de la lumière à 4°C. pour éviter tout type de dégradation.



Fig.18 : Montage d'Hydrodistillation Utilisé lors de l'extraction



Fig.19 : Décantation eau-huile essentielle

b . Calcul du rendement :

Selon la norme AFNOR (1986), le rendement en huile essentielle (RHE), est défini comme étant le rapport entre la masse de l'huile essentielle obtenue après extraction (M') et la masse de la matière végétale utilisée (Ms). Il est donné par la formule suivante : [36]

Méthode de calcul :

$$R_{HE} = (M'/M_s) * 100$$

R_{HE} : rendement en HE de la plante.

M' : masse d'HE obtenue en gramme.

M_s : masse de la plante utilisée en gramme.

Analyses physico-chimiques des huiles essentielles :

Propriétés physico-chimiques des HEs :

Les propriétés physico-chimiques 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 (AFNOR, 2000).

Mesure des indices chimiques :

a. Indice d'acide :

C'est le nombre de milligrammes de potasse (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres dans un gramme de corps gras. L'indice d'acide permet donc de juger de leur état de détérioration. [37]

Mode opératoire :

Pour mesurer cet indice on prépare une solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 N en mettant 56 mg du KOH dans 100 ml d'éthanol. A l'aide d'une balance, on a pesé 1g d'HE introduite dans un erlenmeyer de 25ml ; on ajoute 5ml d'éthanol absolue à 99,8% et 3 gouttes d'indicateur coloré phénophtaléine à 0,2%. Puis on titre le mélange préparé avec la solution d'hydroxyde de potassium. Dès le virage de couleur vers le rose, on arrête le titrage. Le volume de la solution du KOH utilisé est noté pour calculer d'indice d'acide.



Fig. 20 : Protocol de la détermination d'indice d'acide

Méthode de calcul :

La formule suivante sert à calculer cette mesure chimique :

$$LA = \frac{V*N*M}{m}$$

V : le volume, en millilitres, de solution du KOH a utilisé pour le titrage.

M : masse molaire du KOH (56.1 mol/l).

N : normalité de la solution de KOH.

m : la masse, en grammes, de la prise d'essai.

b. Mesure du pH :

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

(AFNOR, 2000)

Mode opératoire :

On prend un morceau de papier test pH et le plaçons sur une moitié du papier. A l'aide d'une tige de verre, on plonge la tige dans la solution, on ajoute quelques gouttes d'HE et on la place sur le papier pH. Ensuite, il prend une couleur spécifique, qui est comparée à la couleur de contrôle de la boîte contenant les bandelettes pH. On note la valeur de pH correspondante et sélectionnez le milieu.



Fig.21 : Détermination de pH

Mesure des grandeurs physiques :

a. Indice de réfraction :

L'indice de réfraction est le rapport entre les sinus de l'angle d'incidence de longueur d'onde déterminée. [38]

Mode opératoire :

Les indices de réfraction sont mesurés à l'aide d'un réfractomètre à la température de laboratoire **Fig. 38**

Pour mesurer l'indice, Nous avons opéré comme suit :

- Calibrer l'appareil avec de l'eau distillée.
- Nettoyer la lame du réfractomètre avec du papier.
- Mettre quelques gouttes d'HE dans la lame et ajustez le cercle de chambre ; sombre et clair dans la moitié.
- Effectuer la lecture en prenant compte la température (20°C)



Fig. 21 : Réfractomètre

Vers la fin on calcul l'indice de réfraction par la formule suivante :

$$I_D^{20} = I_{\text{exp}} + 0,0003 (t' - 20 \text{ } ^\circ\text{C})$$

Où :

I_{exp} : est la valeur de lecture, obtenue à la température T à laquelle a été effectuée la détermination. Exprimer le résultat avec quatre décimales.

T: Température de mesure.

Identification et analyses chromatographique :

GC/MS signifie chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse. C'est une technique analytique utilisée pour identifier et quantifier les composants d'un échantillon. GC sépare les différents composés d'un échantillon en fonction de leur volatilité, tandis que MS détecte et analyse la composition moléculaire de ces composés séparés. En combinant ces deux techniques, GC/MS fournit des informations détaillées sur la composition chimique des L'analyse des huiles essentielles a été réalisée au LGP (Laboratoire de .huiles essentielles Génie des procédés) de l'université Kasdi Merbah Ouargla. Le chromatographe en phase gazeuse adopté est un Bruker SCION 436 GC. Couplé à un spectromètre de masse à tension

d'ionisation quadripolaire de 70 eV. La colonne utilisée est une HP-5MS ; 5% de phényl méthyl siloxane d'une longueur de 30 m et d'un diamètre intérieur de 0.25 mm. L'épaisseur du film est de 0.25 µm.



Fig22 : Chromatographe

Les conditions de fonctionnement sont :

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

-Programmation de la température: de 50 °C à 280 °C à une cadence 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 (RI) pour tous les composés ont été déterminés en utilisant des n-alcanes comme étalons. (C10-C35).

L'identification des composés individuels a été réalisée en faisant correspondre leurs modèles de fragmentation spectrale de masse avec les données correspondantes disponibles (**bibliothèque Wiley 275 (6^{ème} édition)**).

Résultats et Discussions

1-Caractéristiques Organoleptiques :

Les huiles essentielles des plantes étudiées sont très aromatiques. Ce sont des liquides de couleur transparente. Les paramètres organoleptiques de notre huile essentielle de faux poivrier, la couleur et l'odeur sont résumés dans le tableau IV.

Plante	La couleur	Odeur
<i>Faux poivrier d'Ouargla</i>	Transparent	Fort
<i>Faux poivrier de Tebessa</i>	Transparent	Fort

Tableau IV : Caractéristiques Organoleptiques de les HEs des plantes étudiées

Les huiles essentielles sont généralement liquides et volatiles à température ambiante, Elles sont plus aux mois colorés et leur densité inférieure à celle de l'eau.

2- Caractéristiques physico-chimiques :

Les propriétés physico- chimiques des huiles essentielles du faux poivrier du nord et sud algérien sont déterminés selon un protocole précis et obéissent à des normes édictées par l'association française de normalisation (AFNOR).

2.1-Rendement d'extraction :

Les huiles essentielles sont extraites de matériel végétal frais, le rendement en huile essentielle varie selon la plante utilisée et la méthode d'extraction, ainsi que l'origine de la plante. Après l'opération d'extraction, nous avons obtenu un rendement en huile essentielle de 1,32 pour le faux poivrier d'Ouargla et de 0.32 pour le *Faux poivrier* de Tébessa, les résultats sont présentés dans le graph suivant:

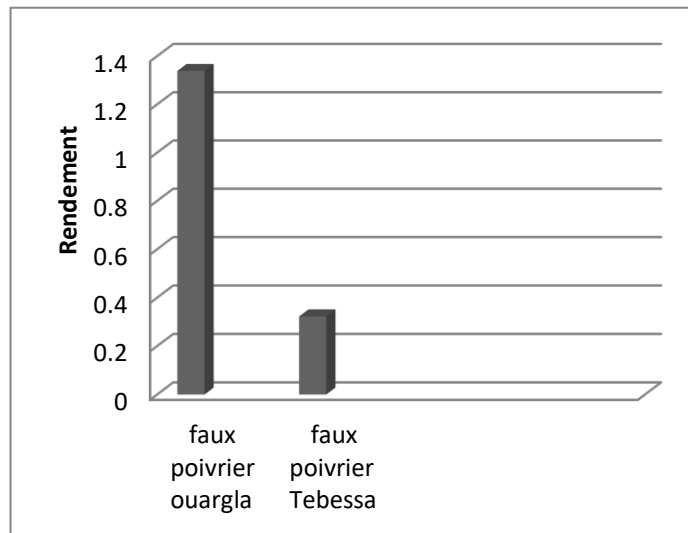


Fig. 23 : Rendement en HEs

Il convient de noter que le rendement des huiles essentielles est susceptible d'être influencé par les mêmes facteurs à savoir l'espèce, le milieu de récolte, la période de récolte, les pratiques culturales et la technique d'extraction.

Donc : on peut dire que le faux poivrier d'Ouargla est plus rentable que le faux poivrier de Tébessa.

2.2-Analyses physico-chimiques :

Les analyses physico-chimiques de l'HE sont déterminées selon un protocole précis et Les résultats obtenus sont portés dans le tableau suivant :

Tableau V : Les analyses physico-chimiques de l'HE étudiées.

Paramètres	<i>Faux poivrier de Tébessa</i>	<i>Faux poivrier de Ouragla</i>	Normes AFNOR
Indice d'acide	0.00676	0.0023	≤ 2
Indice de Réfraction	1.48078	1.48136	> 1.3356
pH	5.5	5	5 - 6.5
Densité	0.9165	0.8891	< 0.9900

2.2.1 L'indice d'acide :

- A la base des résultats obtenus, nous remarquons que les indices d'acide répondent aux normes AFNOR qui a fixé cet indice à une valeur inférieure ou égale à 2.

L'indice d'acide de notre HE est faible, qui prouve que notre huile essentielle est stable et ne provoque pas d'oxydation préoccupante. Car L'acidité des huiles essentielles est un critère de qualité. Alors un faible indice d'acide indique que l'huile essentielle est stable. L'oxydation de l'huile provoque l'augmentation de l'indice d'acidité. [39]

L'indice de réfraction :

- Les indices de réfraction mesurés pour ces huiles montrent une grande similitude (1.48078 cas du Nord et 1.48136 cas du Sud), Ce rapport est généralement élevé, il est supérieur au rapport de l'eau 20 °C = 1,3356.

L'indice de réfraction est une grandeur qui nous permet d'identifier l'HE, ainsi que de contrôler sa pureté.

Un indice de réfraction variant essentiellement avec la teneur en monoterpènes et en dérivés oxygénés. Une forte teneur en monoterpènes donnera un indice élevé. [40]

La densité :

Il s'agit d'un critère de pureté indiquant la présence de corps étrangers. La densité fournit des informations sur le groupe auquel appartient l'huile.

- Les valeurs de densité trouvée dans cette étude est de l'ordre de 0.9165 (cas de Nord) et de 0.8891 (cas Sud). Les valeurs de nos échantillons sont conformes aux normes d'AFNOR.

Enfin, la détermination des propriétés physico-chimiques est nécessaire mais pas suffisante pour la caractérisation des huiles essentielles. Il est donc nécessaire de le compléter par des analyses chromatographiques.

3- Caractérisations des huiles essentielles par GC/MS :

Les résultats de la chromatographie des huiles essentielles sont illustrés sur les figures N°12 et 13. Le profil chromatographique d'une huile essentielle, obtenu avec une grande précision

expérimentale, offre une estimation reproductible des quantités des différents composés caractéristiques présents dans l'échantillon grâce à la méthode de normalisation. Cependant, cette estimation repose sur les pourcentages relatifs des aires des pics des constituants.

3.1- Cas de la plante *Faux poivrier de la ville de Tébessa* :

Sample Name: Faux poivrer Tebess

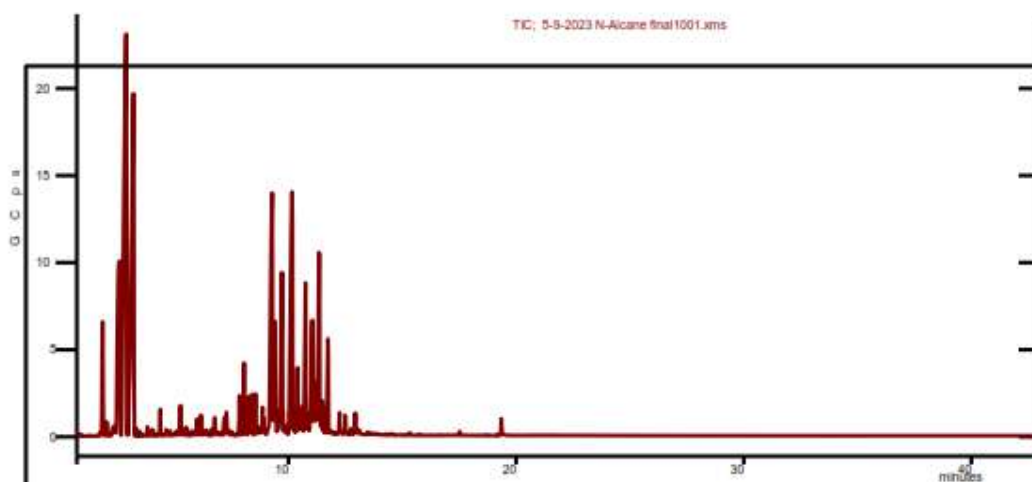
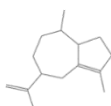

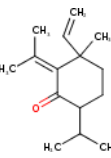
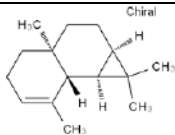
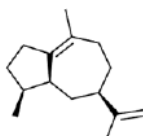
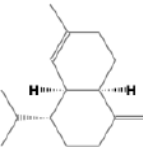
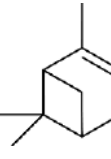


Fig.25 : Profil chromatographique de l'huile essentielle de faux poivrier de Tébessa.

Tableau VI : Les Composants majoritaire de l'huile essentielle de *Faux poivrier* de Tébessa.

Produits majoritaires : Composition 91 produits dont 11 majoritaires

Produits	% PM	N° CAS	Structure chimique
Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene, 2-methyl-5-(1-m 2)	19.32	2867-05-2	
Bicyclo[2.2.1]heptane, 2,2-dimethyl-3-me	16.22	845 5794-03	
Beta.-copaene	8.39	934	
Beta. – Pinene	8.26	127-91-3	

Aciphyllene	5.35	87745-31-1	
1-Isopropyl-4,7-dimethyl-1,2,3,5,6,8a-he 9.	3.95	16729-01-4	
Isoshyobunone	3.38	826	
1H-Cyclopropa[a]naphthalene, 1a,2,3,3a.	2.70	489-29-2	
Guaia-1(10),11-diene	2.26	884	
Gamma .-Muurolene	2.10	30021-74-0	
Alpha.-Pinene	2.00	80-56-8	

Commentaire :

- Après une analyse chimique détaillée, il a été constaté que l'échantillon d'huile essentielle de *Faux poivrier* de Tébessa contient 91 composés. Parmi ces composés, 11 ont été identifiés comme des produits majoritaires et ensemble ils représentent 73,93 % de l'huile.

- L'huile essentielle de *Faux poivrier* de Tébessa est composée principalement par Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene, 2-méthyl-5-(1-m 2) (19.32%) , Bicyclo[2.2.1]heptane, 2,2-diméthyl-3-me (16.22%) , Beta.-copaene (8.39%) , Beta. – Pinene (8.26%) qui présentent 52.19% de la composition totale de notre huile.

3.2-Cas de la plante *Faux poivrier d'Ouargla*

Sample Name: Faux poivrer Ouargl

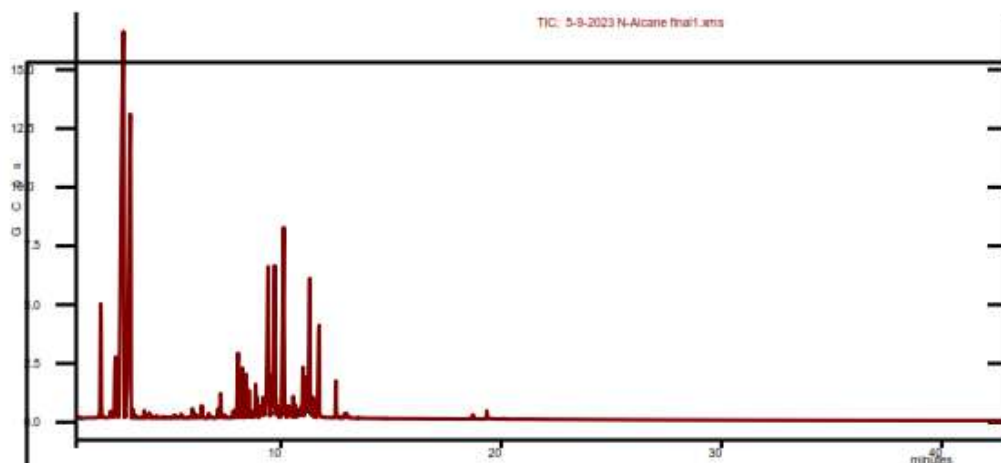
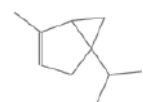
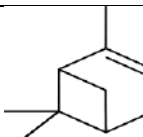
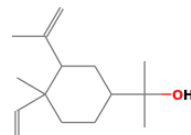
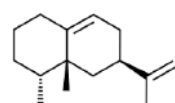
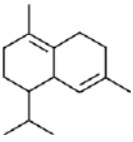
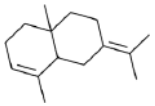
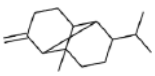


Fig.26: Profil chromatographique de l'huile essentielle de *Faux poivrier* d'Ouargla.

Produits majoritaires : 34 produits dont 07 majoritaires

Tableau VII : Les Composants majoritaire de l'huile essentielle de Faux poivrier de Ouargla.

Produits	% PM	N CAS	Structure chimique
Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene, 2-methyl-5-(1-m	29.13	2867-05-2	
Alpha. -Pinene	18.64	80-56-8	
Cyclohexanemethanol, 4-ethenyl-. alpha.,	8.22	60031-93-8	
4,5-di-epi-aristolochene	5.97	877	

1-Isopropyl-4,7-dimethyl-1,2,3,5,6,8a-he	5.99	16729-01-4	
(4aR,8aS)-4a-Methyl-1-methylene-7-(pro 11)	4.29	58893-88-2	
. beta. –copaene	3.09	872	

Commentaires :

- L'analyse chimique approfondie a révélé la présence de trente-quatre composés différents dans l'échantillon étudié de l'huile essentielle de poivrier de Ouargla. Parmi ceux-ci, sept ont été identifiés comme composants majoritaires qui représentent 75,33% de notre l'huile.

- L'huile essentielle de Faux poivrier d'Ouargla est composée principalement par Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene, 2-methyl-5-(1-m (29.13%) , Alpha.-Pinene (18.64%) , Cyclohexanemethanol, 4-ethenyl.-alpha (8.22%) qui présent 55.99% de la composition totale de notre huile.

En analysant les résultats obtenus grâce à la technique GC/MS, nous avons pu constater des différences significatives dans les composants présents dans les huiles de poivre de Ouargla et de Tébessa, comme en témoignent les résultats mentionnés ci-dessus. Il est intéressant de noter que malgré ces différences, nous avons identifié trois composants majoritaires communs entre l'huile essentielle de poivre de Ouargla et celle de Tébessa. Ces derniers sont :

- Le première composant c'est Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene,2- methyl-5-(1-m avec 19.32% pour HE de *Faux poivrier* de Tébessa est 29.13% pour HE de Faux poivrier de Ouargla. On note que son pourcentage est élevé dans le cas du sud, en raison du facteur de l'ensoleillement

-Le deuxième composant c'est : 1-Isopropyl-4,7-dimethyl-1,2,3,5,6,8a-he .avec 3.95% pour HE de Faux poivrier de Tébessa est 5.59% pour HE de Faux poivrier d' Ouargla.

- Le troisième composant c'est :Alpha.-Pinene avec 2.00% pour HE de *Faux poivrier* de Tébessa est 18.64% pour HE de Faux poivrier de Ouargla.

Conclusion :

La composition des huiles essentielles peut varier en fonction de différents paramètres. Ces paramètres sont influencés par les facteurs suivants :

- Génétique de la plante : Les différentes variétés et espèces de plantes peuvent produire des huiles essentielles avec des compositions chimiques distinctes. Les différences génétiques influencent la biosynthèse des composés aromatiques dans la plante.

- Climat : Les conditions climatiques telles que la température, l'humidité, l'ensoleillement et les précipitations peuvent affecter la croissance, le métabolisme secondaire et la composition chimique des plantes. Les variations saisonnières et géographiques du climat peuvent donc entraîner des différences dans les huiles essentielles produites.

- Sol et environnement : La composition minérale du sol, la disponibilité des nutriments, le pH du sol et d'autres facteurs environnementaux.

- La durée d'ensoleillement et le pic des radiations solaires

- Pratiques agricoles : Les pratiques agricoles telles que l'utilisation de pesticides, d'engrais et de techniques de culture spécifiques peuvent influencer la composition des huiles essentielles.

Conclusion Générale

Le principal objectif de cette étude est d'analyser le *Faux poivrier* dans deux régions du Sud et Nord de l'Algérie, Ouargla et Tébessa, et de réaliser une comparaison approfondie de composition des huiles essentielles extraites de ces régions.

Cette recherche vise à évaluer les éventuelles variations dans les profils chimiques des huiles essentielles obtenues à partir de ces deux zones géographiques distinctes. En examinant attentivement les composants présents dans chaque huile essentielle, nous pourrions mieux comprendre les différences et les similitudes entre les échantillons provenant des deux régions.

Selon les résultats de notre étude, nous pouvons conclure que les deux plantes de Faux poivrier de Tébessa et Ouargla se sont révélées être riches en huiles essentielles. Les huiles essentielles ont été extraites à partir des feuilles et des grains par le biais de l'hydrodistillation. Ces huiles essentielles se caractérisent par un indice de réfraction supérieur à celui de l'eau, ce qui confirme leur richesse en composés organiques. De plus, elles présentent un indice d'acidité très faible, ce qui favorise leur conservation à long terme. Cette faible acidité contribue également à la puissance olfactive intense de ces huiles essentielles, expliquant ainsi leur forte odeur distinctive.

Nous avons montrés que le rendement en huile essentielle de *Faux poivrier* de Tébessa 0.32 et Ouargla 1.32 .

D'après les résultats de GC/MS on remarque que la composition de l'HE de *Faux poivrier* de la ville de Tébessa est différente que la ville d'Ouargla.

Les différences observées dans les teneurs en huile essentielle (HE) et dans la composition chimique des huiles essentielles peuvent être expliquées par divers facteurs. Parmi ceux-ci figurent la méthode d'extraction utilisée, les conditions géographiques, le climat, les variations saisonnières, le stade de croissance des plantes, le traitement des végétaux avant l'extraction de l'huile et l'époque de récolte. La méthode d'extraction peut influencer la composition chimique de l'huile essentielle obtenue.

Alors que, les conditions géographiques telles que le sol, l'altitude et l'environnement environnant peuvent également jouer un rôle dans les caractéristiques de l'huile essentielle.

Le climat, y compris les variations de température et d'humidité, peut affecter la croissance des plantes et influencer la composition de leurs huiles essentielles.

Les variations saisonnières, telles que les changements de lumière et de température, peuvent également avoir un impact sur la production d'huiles essentielles.

Le stade de croissance des plantes au moment de la récolte peut influencer la composition chimique de l'huile essentielle, car les constituants peuvent varier à mesure que la plante se développe.

De plus, le traitement des végétaux avant l'extraction de l'huile, tels que le séchage peut également affecter la composition finale de l'huile essentielle. Enfin, l'époque de récolte peut jouer un rôle crucial, car les plantes peuvent produire des huiles essentielles de composition différentes à différents moments de l'année. Tous ces facteurs combinés contribuent aux différences observées dans les teneurs en huile essentielle et dans la composition chimique des huiles essentielles. Encore, des recherches complémentaires sont requises.

D'après les résultats de GC/MS nous remarquons que les trois composants majoritaires communs dans différents pourcentages entre l'huile essentielle de *Faux poivrier* de Tébessa et l'huile essentielle de *Faux poivrier* d'Ouargla, il s'agit deux composants majoritaires communs sont :

- Le première composant c'est Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene,2- methyl-5-(1-m avec 19.32% pour HE de Faux poivrier de Tébessa est 29.13% pour HE de Faux poivrier de Ouargla. On note que son pourcentage est élevé dans le cas du Sud, en raison du facteur de l'ensoleillement

-Le deuxième composant c'est : 1-Isopropyl-4,7-dimethyl-1,2,3,5,6,8a-he . Avec 3.95% pour HE de *Faux poivrier* de Tébessa est 5.59% pour HE de *Faux poivrier* d'Ouargla.

- Le troisième composant c'est : Alpha.-Pinene avec 2.00% pour HE de *Faux poivrier* de Tébessa est 18.64% pour HE de *Faux poivrier* de Ouargla.

Ces huiles essentielles sont très demandées dans le marché mondial et surtout les secteurs suivants : pharmaceutiques, médicales, agroalimentaires et cosmétiques.

Références bibliographiques

- [1] Barbara Schaa, *Plants and people: Our shared history and future*, Plants, People, Planet, 2019;14–19.
- [2] Narong Chomchalow, *Production of Aromatic Plants in Asia*, 2002, P01
- [3] Donald Midoko Iponga, *Invasive potential of the Peruvian pepper tree (Schinus molle) in South Africa*. Doctoral Thesis. Stellenbosch University. 2009. Pp 6.
- [4] CHAOUI, R., *Valorisation thérapeutique des huiles essentielles du faux poivrier (schinus Molle L.)*, Université Blida1-Saad Dahlab.2015;p1
- [5] Madhu Babu et Bikshal Babu K (2012) .A review on Brazilian pepper plant : Schinus molle. *Journal of Atoms and Molecules*, 2 : 6–13.
- [6] Rocha P.M., Rodilla J.M., David D., Elder H., Guala M.S., Lúcia A.S and Pombo E.B. (2012). Synergistic Antibacterial Activity of the Essential Oil of Aguaribay (Schinus molle L.). *Molecules*, 17: 12023-12036
- [7] Madhu Babu et Bikshal Babu K (2012) .A review on Brazilian pepper plant : Schinus molle. *Journal of Atoms and Molecules*, 2 : 6–13.
- [8] CHAOUI, R., *Valorisation thérapeutique des huiles essentielles du faux poivrier (schinus Molle L.)*, Université Blida1-Saad Dahlab.2015;p4
- [9] M. Kasimala and B. B. Kasimala, “A review on Brazilian pepper plant: Schinus molle,” *Journal of Atoms and Molecules*, vol. 2, no. 2, pp. 6–13, 2012.
- [10] Buckle J., 1997. *Clinical aromatherapy. Essential oils in practice* 2nd ed. United States of America 424 p.
- [11] Zhiri A. et Baudoux D., 2005. *Huiles essentielles chémotypées et leurs synergies*. Inspir Development , Luxembourg, p6
- [12] https://www.huiles-et-sens.com/fr/guide-huiles-essentielles/7_Tout-savoir-sur-les-huiles-essentielles.html
- [13] Bruneton J. *Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales* 3e édition ; 1999
- [14] Marie.cécile.PIBRI, *assainissement microbiologique de l'air et des systèmes de ventilation au moyen d'huiles essentielles*. ÉCOLE POLYTECHNIQUE FÉDÉRALE DE LAUSANNE. thèse NO 3311 (2005). P 29
- [15] O. Chouitah .*Composition chimique et activité antibactérienne des huiles des feuilles de GLYCYRRHIZAGLABRA*. [Thèse] : Biochimie : Université essentielles, Oran. 2012.
- [16] Franchomme P, Jollois R, Pénéol D. *L’aromathérapie exactement : encyclopédie de l’utilisation thérapeutique des huiles essentielles : fondements, démonstration, illustration et applications d’une science médicale naturelle*. Rger Jollois. Limoges: R. Jollois; 2001.

- [17] Sangwan NS, Farooqi AHA, Shabih F, Sangwan RS. Regulation of essential oil production in plants. *Plant Growth Regulation*. 2001;34(1):3-21.
- [18]. Eder B, Walmir SG, Lidilhone H, Caroline T, Fernanda RG. Bioactive Pentacyclic Triterpenes from the Stems of *Combretum laxum*. *Molécules*;2008
- [19] Abderrahim EL HAIB. VALORISATION DE TERPENES NATURELS ISSUS DE PLANTES MAROCAINES PAR TRANSFORMATIONS CATALYTIQUES. l'Université Toulouse III - Paul Sabatier. THÈSE.2011. p6
- [20] **ZAIBET Wafaa** .Composition chimique et activité biologique des huiles essentielles de *Daucus aureus* (Desf) et de *Reutera lutea* (Desf.) Maire, et leur application comme agents antimicrobiens dans le polyéthylène basse densité (PEBD).thèse . p11
- [21] BAKKALI, Fadil, AVERBECK, Simone, AVERBECK, Dietrich, *et al.* Biological effects of essential oils—a review. *Food and chemical toxicology*, 2008, vol. 46, no 2, p. 446-475.
- [22] Bruneton J. Pharmacognosie ; phytochimie ; plante médicinale 4 ème édition. Paris Édition Tec & doc ; 2009 .
- [23] HACHEMI Hicham et MENACER Lina. Etude de l'extraction de l'huile essentielle de lavande stoechas L., de la région de Béni Maouche (Bejaia) et caractérisations physico-chimiques. Mémoire de master Université A. Mira de Bejaia .2020.p10
- [24] El-Azrak H. Extraction et distillation d'une plante aromatique et médicinale : *Rosmarinus officinalis*. Mémoire de Master. Université Sidi Mohamed Ben Abdellah, Fès.2017. p 33.
- [25] M. E. LUCCHESI, Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles, Université de La Réunion: thèse, 2005p17
- [26] Boukhatem et al. *Revue agrobiologia* .méthodes d'extraction et de distillation des huiles essentielles: *Revue de littérature*(2019) 9(2): 1653-1659
- [27]. <https://nidoessentialoil.com/extraction-des-huiles-essentielles/>
- [28] Normes AFNOR Recueil des normes françaises. Huiles essentielles. AFNOR, Paris, 1992.
- [29] <https://swissmedicalcannabis.ch/co2-supercritique-le-processus-optimal-pour-lextraction-des-composes-actifs-du-chanvre>

[30] Piochon Marianne.. *Étude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore laurentienne : composition chimique, activités pharmacologiques et hémi-synthèse*. Mémoire de maîtrise, Université du Québec à Chicoutimi(2008)p10

[31] Nabil bousbia. Extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydants a partir des produits naturels et de co-produits agroalimentaires. Thèse .2011.p12

[32]. Bouderdara N. Séparation et détermination de structures des métabolites secondaires de *Cachrys libanotis* L. thèse: chimie organique. Université Mentouri de Constantine. 2013 .p90

[33]. Naili Fatima Ben Selhoub Chahrazed. Optimisation de l'extraction assistée par micro-ondes par plan d'expérience de l'ail. Mémoire de master Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi B.B.A .2020.p3

[34]. Hemwimon S., Pavasant P., Shotiprux A. (2007)- Microwave assisted extraction of antioxidative anthraquinones from roots of *Morinda Citrifolia*. Separation and Purification Technology. 54: 44-50.

Partie Ex :

[35]. GARNIER F, DENIS F. (2007). Bactériologie médical : Techniques usuelles : Cocci à Gram positif. Masson. Chapitre 29 P :251- 254.

[36]. Z.Mohandi, « Etude du pouvoir antioxydant des huiles essentielles et flavonoïdes de quelques plantes de la région de Telemcen », Université de Aboubaker Belkaid Telemcen faculté des sciences, thèse 2005-2006, p89-92

[37]. AFNOR NFT75-112-2000, huiles essentielles'' échantillonnage et méthodes d'analyses monographiques relatives aux huiles essentielles (Tome 02).

[38]DE CLIFF S. et HARERIMANA P C. Extraction d 'huileessentielle complete des fleurs de *Canangaodorata* de la plaine de l'Imbo : vers la vulgarization d'une nouvelle filière de plantes industrielle au Burundi,revue de l'université de Brundi, series science exactes,2013, vol 28, 1-17.

[39].BOUKHATEM Mohamed Nadjib, HAMAIDI Mohand Said, SAIDI Fairouz et 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 de l'Unité de recherche en Biotechnologies Végétales, Département de Biologie, Université Saad Dahleb de Blida, Algérie.2010. P :37-41-45