

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE POPULAIRE



MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA



Faculté Hydrocarbures, des Sciences appliquées
Département de génie des procédés

MEMOIRE

Pour obtenir le Diplôme de Master
Domaine : Sciences et Technologies

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie des Procédés de l'Environnement

Présenté Par :

KORICHI Khadidja Chahrazed

MAHCEN RANIA

Thème :

Mise en valeur de la plante *Géranium rosa* de la région d'Ouargla

Soutenue le :

Mr. Chawki Morad	MCA	Président	UKM Ouargla
Mr. LADJEL Segni	Pr	Encadreur	UKM Ouargla
Mr. Temajhridine mbarka	MCB	Examineur	UKM Ouargla

Année Universitaire : 2023/2024



Remerciement

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

Je souhaite avant tout remercier mon directeur de mémoire, Pr. SEGNI Ladjel pour le temps qu'il a consacré à nous apporter les outils méthodologiques indispensables à la conduite de cette recherche. Son exigence m'a grandement stimulé.

Nos remerciements s'adressent au Mr. GOUDJIL M. Bilal pour ces conseils et aides dans notre travail

Nos sentiments de reconnaissance et nos remerciements vont aussi à Mlle Sihem meflah. Membre de laboratoire génies des procédés au centre de recherche scientifique- Université Kasdi Merbah à Ouargla- pour son soutien lors de la pratique au laboratoire.

J'aimerais exprimer ma gratitude à tous les chercheurs et spécialistes, trop nombreux pour les citer, qu'ont pris le temps de discuter de mon sujet. Chacun de ces échanges m'a aidé à faire avancer mon analyse.





Dédicace

À mes chers parents, qui ont toujours été mes premiers supporters et ma source inépuisable de soutien. À mes amis, qui étaient à mes côtés à chaque instant, partageant avec moi joies et peines. À mes chers professeurs, qui m'ont fourni le savoir et la connaissance et m'ont guidé tout au long de ce parcours. À tous ceux qui ont contribué par un mot gentil ou un conseil sincère et qui ont joué un rôle dans la réalisation de cet accomplissement.

C'est avec grand plaisir et fierté que je présente cette thèse en tant que partie des exigences pour l'obtention du diplôme de master. Cette étude a été une aventure agréable et remplie de défis, nécessitant beaucoup d'efforts, de patience et de dévouement. J'espère que les résultats de cette recherche contribueront à enrichir la connaissance dans le domaine de (mentionner le domaine), et qu'ils serviront de référence utile pour les chercheurs et les spécialistes dans ce domaine.

Cette thèse incarne le fruit de plusieurs années de travail assidu et de recherche continue, reflétant mon souci de présenter un travail scientifique digne de ce que j'ai appris et des compétences et connaissances acquises durant ma période d'études. Je tiens à exprimer ma gratitude sincère à tous ceux qui m'ont soutenu et encouragé, car sans eux, cet accomplissement n'aurait pas été possible.



Rania



Dédicace

À mes chers parents, pour votre amour incommensurable, votre soutien indéfectible et votre foi en moi. Vous êtes la source de ma force et de ma détermination.

À ma famille, qui a toujours été à mes côtés, m'encourageant et me poussant en avant à chaque étape de ce parcours.

À mes amis, pour votre compréhension, votre patience et votre encouragement constant. Votre amitié a été un pilier essentiel tout au long de ce voyage.

À mes professeurs et superviseurs, qui m'ont guidé par leurs conseils avisés et leur bienveillance, et m'ont conduit avec leur expertise et leur savoir. Votre soutien a été inestimable.

À tous ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail, j'exprime ma gratitude sincère et ma profonde reconnaissance à vous tous.

Khadidja chahrazed



Résumé :

Notre travail de *mémoire* de fin d'études porte sur l'extraction et la caractérisation des huiles essentielles de *Géranium Rosa*, une plante de la région d'Ouargla. Notre objectif est de faire une étude comparative dans différentes saisons pour déterminer leur impact sur le rendement. La technique utilisée est l'hydro distillation. Les résultats obtenus dans la saison de l'hiver est 0.05 alors que celle de printemps est de 0.40. On a remarqué la composition des huiles essentielles varie selon ces périodes.

L'analyse par GC/MS a révélé que le composé majoritaire dans l'huile essentielle est le Citronellol 25%

Ces huiles jouent un rôle crucial dans de nombreux domaines, notamment pharmaceutique, médical et cosmétique.

Mots clés : Huile essentielle, *Géranium rosa*, rendement, hydro distillation, Composition chimique, GC / MS.

الملخص :

يركز عملنا في رسالة التخرج على استخلاص وتوصيف الزيوت الأساسية من نبات الجيرانيوم الوردى، وهو نبات من منطقة ورقلة. هدفنا هو إجراء دراسة مقارنة في فصول مختلفة لتأثيرها على الإنتاجية. التقنية المستخدمة هي التقطير المائي. النتائج التي تم الحصول عليها في فصل الشتاء هي 0.05 بينما في فصل الربيع هي 0.40. لقد لاحظنا أن تركيبة الزيوت الأساسية تختلف حسب هذه الفترات.

ان المركب الرئيسي في الزيت الأساسي هو السيترونيلول بنسبة 25 بالمئة كشف التحليل بواسطة جهاز GC/MS، تلعب هذه الزيوت دورا حيويا في العديد من المجالات بما في ذلك المجالات الصيدلانية و الطبية و التجميلية .

الكلمات المفتاحية: زيت عطري، جيرانيوم وردى، إنتاجية، تقطير مائي، تركيب كيميائي GC/MS

Abstract

Our final year thesis focuses on the extraction and characterization of essential oils from *Géranium Rosa*, a plant from the Ouargla region. Our objective is to conduct a comparative study across different seasons to determine their impact on yield. The technique used is hydrodistillation. The results obtained in the winter season are 0.05, whereas those in the spring season are 0.40. We observed that the composition of essential oils varies according to these periods. Analysis by GC/MS revealed that the major compound in the essential oil is Citronellol at 25%. These oils play a crucial role in many fields, including pharmaceuticals, medicine, and cosmetics.

Keywords : Essential oil, *Géranium Rosa*, yield, hydrodistillation, chemical composition, GC/MS.

Table des matières

Remerciements	I
Dédicace	II
Résumé	IV
Table des matières	VII
Liste des figures	IX
Liste des tableaux	X
Liste des abréviations	XI
Introduction générale	1
Synthèse bibliographique	
Chapitre I : <i>Géranium rosa</i> systématique botanique	
I.1. Définition	3
I.2. Description botanique	3
I.3. Systématique botanique de la plante	4
I.4. Intérêt socioéconomique	4
I.5. Répartition géographique	5
I.5.1. Dans le monde	5
I.5.2. En Algérie	5
Chapitre II : Généralités sur les huiles essentielles	
II.1. Historique	7
II.2. Définition des huiles essentielles	7
II.3. Répartition et localisation des huiles essentielles dans la plante	7
II.4. Composition chimique	7
II.4.1. Les terpènes	8
II.4.2. Les mono terpènes C₁₀	8
II.4.3. Les sesquiterpène C₁₅	9
Chapitre III : technique extraction des huiles essentielles	
III .1. Extraction par entraînement à la vapeur d'eau	11
III .2. Expression à froid	11
III .3. Extraction assistée par micro-ondes	12
III.4. Hydro diffusion	12
III .5. Extraction par Hydro distillation	13
Partie pratique	
Chapitre IV : Matériels et Méthodes	
IV.1. Objectif	16
IV.2. Plan d'extraction	16
IV.3. Matériel végétale	17
IV.4. Matériel	17
IV.5. Extraction d'huiles essentielles	18
IV.6. Principe	18
IV.7. Extraction par hydro distillation	18
IV.8. Détermination de la Densité ρ	19

IV.9. Mode de fonctionnement	19
IV.10. Indice de réfraction	20
IV.11. Mode opératoire	20
IV.12. Mesure de pH	21
Chapitre V : Résultats et discussions	
V.1. Tableau de résultats	23
V.2. Analyses Physico-chimiques	23
V.2.1. Rendement d'extraction	23
V.2.2. Résultats	23
V.2.3. Discussions	23
V.3. Propriétés physico-chimiques des HE	24
V.3.1. Résultats	24
V.3.2. Discussions	24
V.4. L'analyse chromatographique par GC/MS	24
Conclusion générale	28
Référence bibliographiques	30

Liste des figures

Figure 01 : <i>Géranium rosa</i>	3
Figure 02 : Feuilles de <i>Géranium rosa</i>	3
Figure 03 : Fleurs de <i>Géranium rosa</i>	3
Figure 04 : Photo originale : 18/02/2024	4
Figure 05 : Exemples de structures de mono terpènes	8
Figure 06 : Schéma de cyclisation des sesquiterpènes	9
Figure 07 : Montage d'extraction par Entraînement à la vapeur d'eau	11
Figure 08 : Schéma du montage de l'expression à froid	11
Figure 09 : Entraînement à l'air assisté par micro-ondes	12
Figure 10 : Montage d'hydro diffusion	13
Figure 11 : Montage d'extraction par Hydro distillation	13
Figure 12 : Plan d'extraction	16
Figure 13 : Dispositif expérimental d'hydro distillation	18
Figure 14 : Pesage de 300 g de <i>Géranium rosa</i>	19
Figure 15 : Détermination expérimentale de la masse spécifique de l'huile	20
Figure 16 : Configuration expérimentale du réfractomètre	21
Figure 17 : Détermination de Ph	21
Figure 18 : Huiles essentielles de <i>Géranium rosa</i> obtenues par hydro distillation	23
Figure 19 : Le profil chromatographique de l'huile essentielle de géranium rosa (Février)	24
Figure 20 : Le profil chromatographique de l'huile essentielle de <i>Géranium rosa</i> (Avril)	25

Liste des tableaux

Tableau 01 : Caractéristiques organoleptique de l'huile essentielle de <i>Géranium rosa</i>	23
Tableau 02 : Rendement des huiles essentielles.	23
Tableau 03 : Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles	24
Tableau 04 : Composition chimique du <i>Géranium rosa</i> (Février)	25
Tableau 05 : Composition chimique du <i>Géranium rosa</i> (Avril)	26

Liste des abréviations

AFNOR : Association Française De Normalisation

GC/MS : Chromatographie en phase Gazeuse couplée un Spectromètre de Masse

HE : Huile Essentielles

SP : Pélargonium Sidoides

CPG : Chromatographe en Phase Gazeuse

SM : Spectromètre de Masse

GPP : Gèranyl-Pyrophosphate

HA : Hydrolat

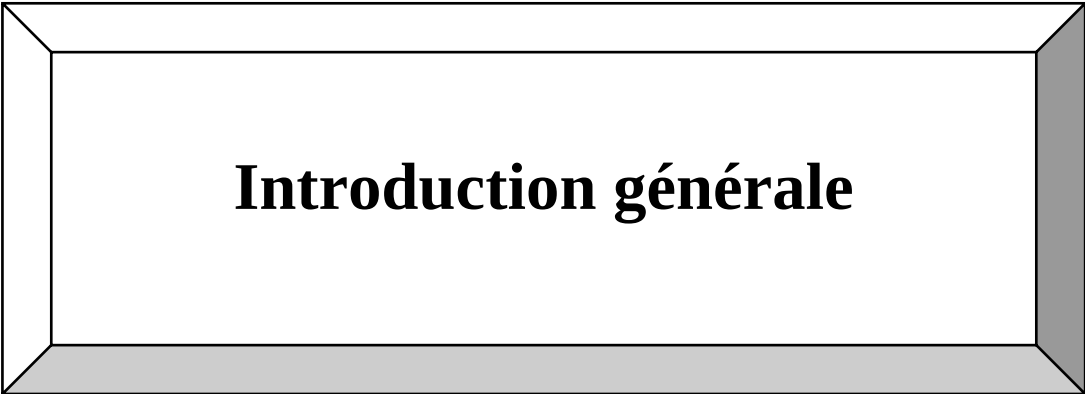
H⁺ : Hydrogène

W₀ : Poids de l'aiguille vide de masse spécifique

W₁ : Poids de l'eau + masse spécifique de l'aiguille

VMHD : Vacuum Microwave Hydro distillation

ρ : Densité



Introduction générale

Introduction générale

L'objectif de cette recherche est d'évaluer les huiles essentielles de *Géranium rosa* dans deux saisons différentes et d'étudier leur utilisation par les industries cosmétiques et de la parfumerie.

Encore aujourd'hui, la science confirme les multiples bienfaits des plantes aromatiques, de leurs huiles essentielles et de leurs extraits[1] . Les plantes dites aromatiques lorsqu'elles renferment des composés odorants volatils, connus sous le nom d'huiles essentielles, que l'on peut extraire à l'aide de techniques bien établies. Ces plantes aromatiques trouvent leur utilité dans divers domaines tels que la cuisine, l'industrie alimentaire, la cosmétique et la parfumerie, où leur saveur et leur parfum sont appréciés[2] . Lorsque ces plantes sont utilisées à des fins thérapeutiques, en exploitant les propriétés curatives de leurs huiles essentielles en tant que principe actif médicamenteux, elles sont désignées comme plantes aromatiques et médicinales, ce qui signifie qu'elles possèdent des vertus thérapeutiques. [29]

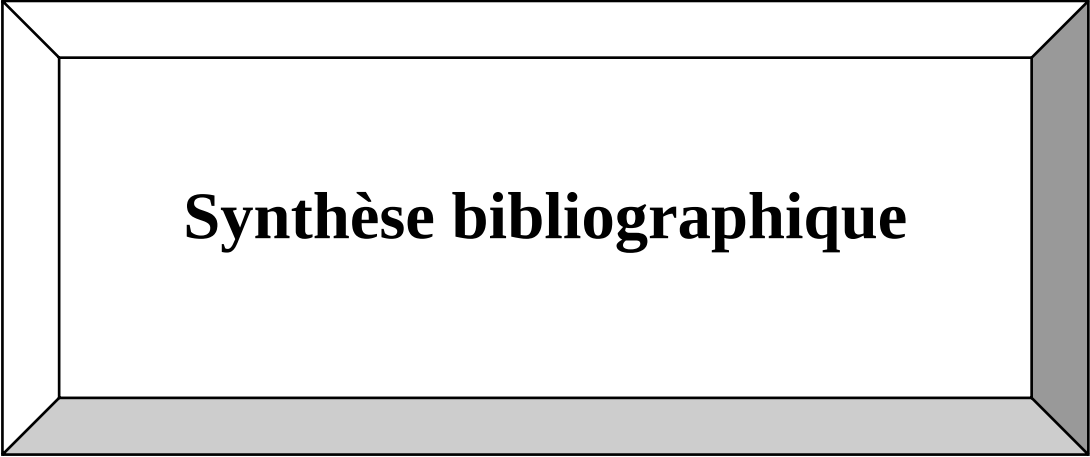
Les huiles essentielles sont des extraits hautement concentrés et volatils issus de diverses parties de certaines plantes, chacun offrant des effets thérapeutiques et énergétiques spécifiques[4] . Ces liquides volatils, d'une complexité moléculaire élevée, agissent avec une grande puissance et précision. Contrairement à ce que leur nom indique, les huiles essentielles ne contiennent aucune substance grasse[5] . Elles sont obtenues à partir de l'essence riche en arômes naturels et en composés actifs, sécrétée par les cellules de certaines parties de la plante. Les précieux liquides sont extraits par hydro distillation ou pressage des organes sécréteurs[6] . Par exemple, l'écorce des agrumes est pressée à froid, tandis que les autres parties de la plante (tiges, feuilles, fleurs, racines, bois) sont distillées[7] . Ces processus donnent un concentré aromatique et une source authentique de principes actifs. Les huiles essentielles sont également désignées sous les termes d'huiles volatiles[30]

Notre travail est articulé en deux parties distinctes : une partie théorique et une partie pratique.

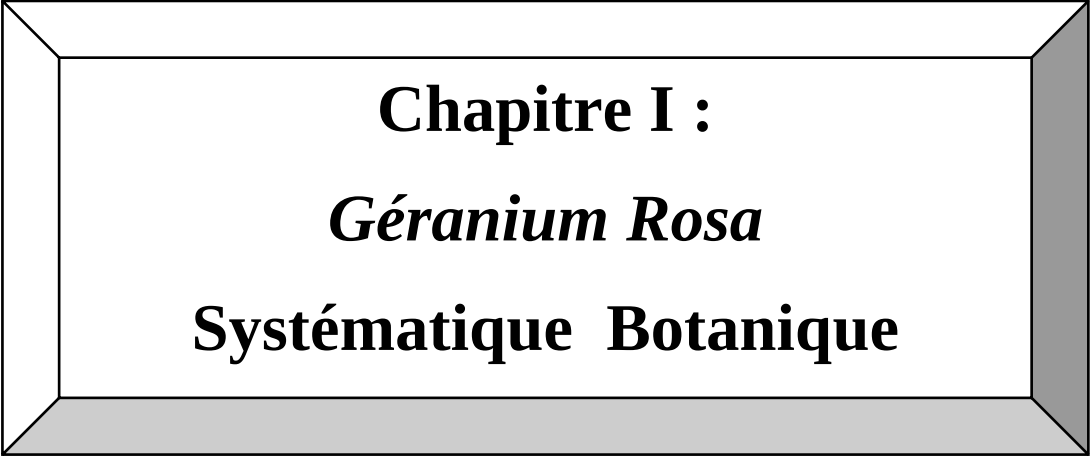
Partie théorique : Cette section comprend trois chapitres abordant les sujets suivants : la classification botanique du *Géranium rosa*, les concepts généraux sur les huiles essentielles, ainsi que les méthodes d'extraction de ces dernières.

Partie pratique : Le volet expérimental de notre mémoire de fin d'études se concentre sur l'extraction des huiles essentielles à partir de la plante *Géranium rosa* par hydro distillation à la vapeur.

En conclusion, notre travail se termine par une synthèse des résultats obtenus et quelques orientations pour des études futures.



Synthèse bibliographique



Chapitre I :

Géranium Rosa

Systematique Botanique

I.1. Définition

Pélargonium sp. Communément appelé « *Géranium* », est l'une des plantes aromatiques et médicinales les plus cultivées à l'échelle internationale, principalement en raison de son huile essentielle (HE) à l'odeur de rose, également connue sous le nom de « *Géranium rosa* ». Cette huile essentielle est largement utilisée par les industries cosmétiques et de la parfumerie[1].

I.2. Description botanique

Le *Géranium rosa* est un arbuste bien ramifié, se tenant généralement droit et pouvant atteindre jusqu'à 1,4 mètre de hauteur et 1 mètre de diamètre à sa partie la plus large. Ses racines se déploient largement en surface, s'enfonçant rarement à plus de 30 cm dans le sol. Sa tige est initialement tendre, de couleur gris-vert et recouverte de poils, mais elle devient progressivement plus sombre et ligneuse avec le temps. Les feuilles, parfumées, sont disposées de manière opposée ou alternée, et elles sont recouvertes de poils glandulaires et non glandulaires. Les fleurs, de couleur rose pâle, sont regroupées en une petite inflorescence compacte en tête, avec généralement de 5 à 10 fleurs présentant une symétrie radiée le long de 5 rayons distincts[2].



Figure 01 : *Géranium rosa* [3]



Figure 02 : Feuilles de *G. rosa* [4]



Figure 03 : Fleurs de *G. rosa* [3]

I.3. Systématique botanique de la plante

La systématique botanique de la plante de *G.rosa* est la suivante[5]:

- **Règne** : Planta
- **Embranchement** : Spermaphytes
- **Sous embranchement** : Angiospermes
- **Division** : Magnoliophyta
- **Classe** : Magnoliopsida
- **Ordre** : Géraniales
- **Famille** : Géraniacée
- **Genre** : *Pélargonium*
- **Espèce** : *Pélargonium graveolens*



Figure 04 : Photo originale : 18/02/2024[6]

I.4. Intérêt socioéconomique

Le *Géranium* présente un intérêt socioéconomique significatif en raison de ses multiples applications médicinales. Il est efficace dans le traitement des inflammations buccales telles que la stomatite, la mucite et la glossite, ainsi que dans la gestion des affections uro-génitales telles que la vaginite, la prostatite et la candidose vaginale chronique. De plus, il est bénéfique pour traiter l'atrophie uro-génitale, les dermatites bactériennes, les mycoses et l'acné. Son utilisation est également recommandée pour soulager la fatigue nerveuse, le stress, l'irritabilité et la dépression, ainsi que pour atténuer les symptômes de la ménopause, les douleurs prémenstruelles et la congestion mammaire. Ces diverses propriétés en font un élément précieux dans le domaine de la santé, contribuant ainsi à son importance socioéconomique[7].

I.5. Répartition géographique

I.5.1 Dans le monde

Le *Géranium rosa* est originaire d'Afrique du Sud, mais il est désormais cultivé dans de nombreuses régions du monde, principalement pour son utilisation ornementale et ses propriétés aromatiques[8].

I.5.2 En Algérie

En raison de sa position géographique et de ses variations climatiques importantes, l'Algérie bénéficie de nombreux facteurs favorables à la formation des sols et à l'existence de ressources hydriques, ce qui crée des conditions propices au développement des cultures intensives de plantes aromatiques .Malgré cela, les cultures de plantes à parfum ont été largement négligées en termes d'études scientifiques approfondies, le *Géranium rosa* étant un exemple typique. Introduite en Algérie au 19ème siècle, cette plante a connu une expansion considérable pendant la période coloniale .Aujourd'hui, sa culture se pratique sur de petites parcelles dans des conditions de production difficiles, et elle est menacée d'abandon, même si elle offre d'énormes avantages. La distillerie locale "Extra Bio" de Blida n'exploite qu'une poignée d'hectares de *Géranium* destiné à l'extraction des huiles essentielles [9].

**Chapitre II :
Généralités
sur les huiles essentielles**

II.1. Historique

Les êtres humains ont toujours utilisé des plantes à des fins médicinales ; les premières preuves de fabrication et d'utilisation des huiles essentielles remontent à environ 3000 avant J.C environ [10], D'autres traces attestent de l'évolution de ces pratiques, suggérant que les huiles essentielles ont accompagné l'humanité depuis ses débuts. Les Égyptiens, puis les Grecs et les Romains, ont utilisé diverses matières végétales pour répondre à leurs besoins quotidiens. En 1866, Kekulé a introduit pour la première fois le terme "terpènes" pour désigner la classe de composés la plus répandue dans les huiles essentielles. À la fin du XIXe siècle, les secrets des essences ont commencé à être dévoilés avec l'avènement de la chimie organique. En 1928 René-Maurice Gattefossé a créé le terme "aromathérapie", En 1937 il leur a consacré un ouvrage intitulé "Aromathérapie - Les huiles essentielles, hormones végétales"[11].

II.2. Définition des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes de substances issues de la matière végétale, dont la définition est basée sur leur méthode d'extraction. Elles se caractérisent par leur ambivalence, leur ambiguïté et leur disparité : les familles de plantes à partir desquelles les huiles essentielles sont extraites sont nombreuses ; la composition de chaque huile essentielle dépend non seulement de la famille mais aussi de la partie de la plante à partir de laquelle elle est extraite, parfois du sol où la plante pousse, voire de la période de la récolte. La chromatographie en phase gazeuse est donc nécessaire pour caractériser une huile essentielle. Les huiles essentielles peuvent être trouvées dans les cosmétiques, les médicaments et les aliments. Ce sont des substances naturelles[12].

II.3. Répartition et localisation des huiles essentielles dans la plante

Répartition et emplacement des huiles essentielles dans la plante Les huiles essentielles sont présentes dans toutes les plantes aromatiques, se présentant sous forme de minuscules vésicules situées dans le cytosol des cellules. Elles peuvent se présenter soit sous forme de gouttelettes, comme la plupart des substances lipophiles, soit elles s'accumulent dans les vacuoles des cellules épidermiques ou des cellules du mésophylle de nombreux pétales. Dans une même plante, les essences peuvent être présentes à la fois dans différents organes végétaux, leur composition chimique pouvant varier en fonction de leur emplacement, par exemple, deux huiles essentielles différentes pour la feuille et la fleur du citronnier [13].

II.4. Composition chimique

La composition chimique des huiles essentielles (HE) varie en fonction de nombreux facteurs tels que l'environnement, le génotype, l'origine géographique, le lieu et la période de récolte, ainsi que la partie de la plante utilisée, l'âge de la plante, les conditions de séchage (lieu, température, durée), la présence de parasites, de virus et de mauvaises herbes[14]. Les huiles essentielles sont des mélanges complexes et variables de composants qui appartiennent principalement à deux groupes : les terpénoïdes et les composés aromatiques dérivés du phénylpropane. Elles peuvent contenir jusqu'à plusieurs centaines de substances chimiques différentes, parmi lesquelles on trouve fréquemment des alcools (phénols et sesquiterpénols), des hydrocarbures, des cétones, des aldéhydes terpéniques, des esters, des éthers, des terpènes

et des oxydes. Certains composés alcooliques et phénoliques peuvent être estérifiés avec des acides carboxyliques, en particulier l'acide acétique, ce sont souvent eux qui confèrent la finesse caractéristique de l'odeur des huiles essentielles, bien que généralement présents en faible quantité[15].

La composition des huiles essentielles peut être déterminée par chromatographie en phase gazeuse (CPG), une technique couramment utilisée permettant d'analyser plus d'une centaine de molécules chimiques présentes dans l'huile. Le spectromètre de masse (SM), souvent couplé à la chromatographie (CPG-SM), permet d'obtenir une composition précise de l'huile essentielle. Une autre méthode spectroscopique, la résonance magnétique nucléaire du Carbone-13, est également utilisée.

II.4.1. Les terpènes

Les terpénoïdes sont des composés hydrocarbonés dérivés des terpènes (C_5H_8). Seuls les terpènes les plus volatils, comme les mono terpènes et les sesquiterpènes ayant une masse moléculaire relativement basse, sont présents dans la composition des huiles essentielles[16] .

II.4.2. Les mono terpènes C_{10}

Le mono terpène ($C_{10}H_{16}$) est un terpène comme un dimère d'isoprène. Il peut être divisé en composés acycliques, monocycliques, bi cycliques et tricycliques. Les mono terpènes (et monoterpénoïdes) sont une classe d'isoprénoïdes produits à partir de géranyl-pyrophosphate (GPP) par diverses synthèsesmonoterpéniques.

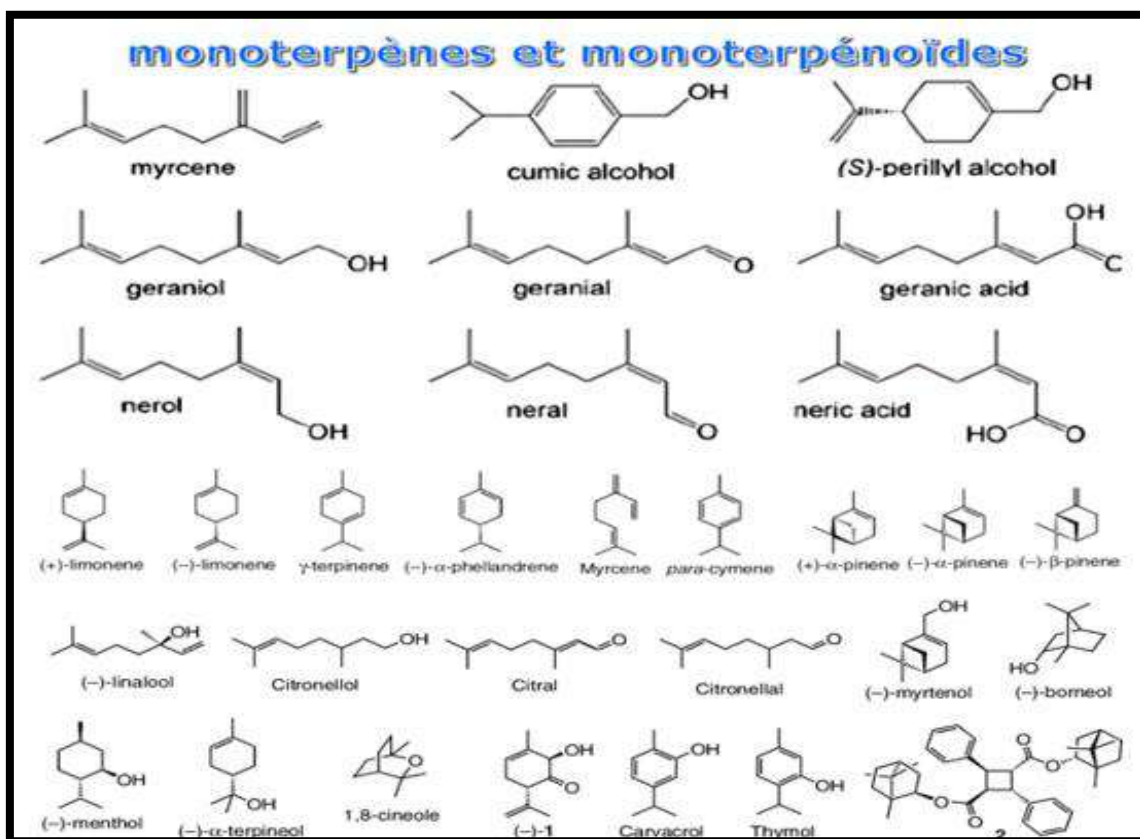


Figure 05 : Exemples de structures de mono terpènes

II.4.3. Les sesquiterpène C₁₅

Un sesquiterpène est constitué de trois unités isoprène, de formule C₁₅H₂₄. Les sesquiterpènes constituent le deuxième groupe important de composés actifs dans les huiles essentielles de plantes.

Les sesquiterpènes sont une sous-classe de terpènes qui ont été décrits pour afficher une large gamme d'activités biologiques et pharmaceutiques qui incluent des effets sur le système nerveux central, des actions antimicrobiennes et anti tumorales.

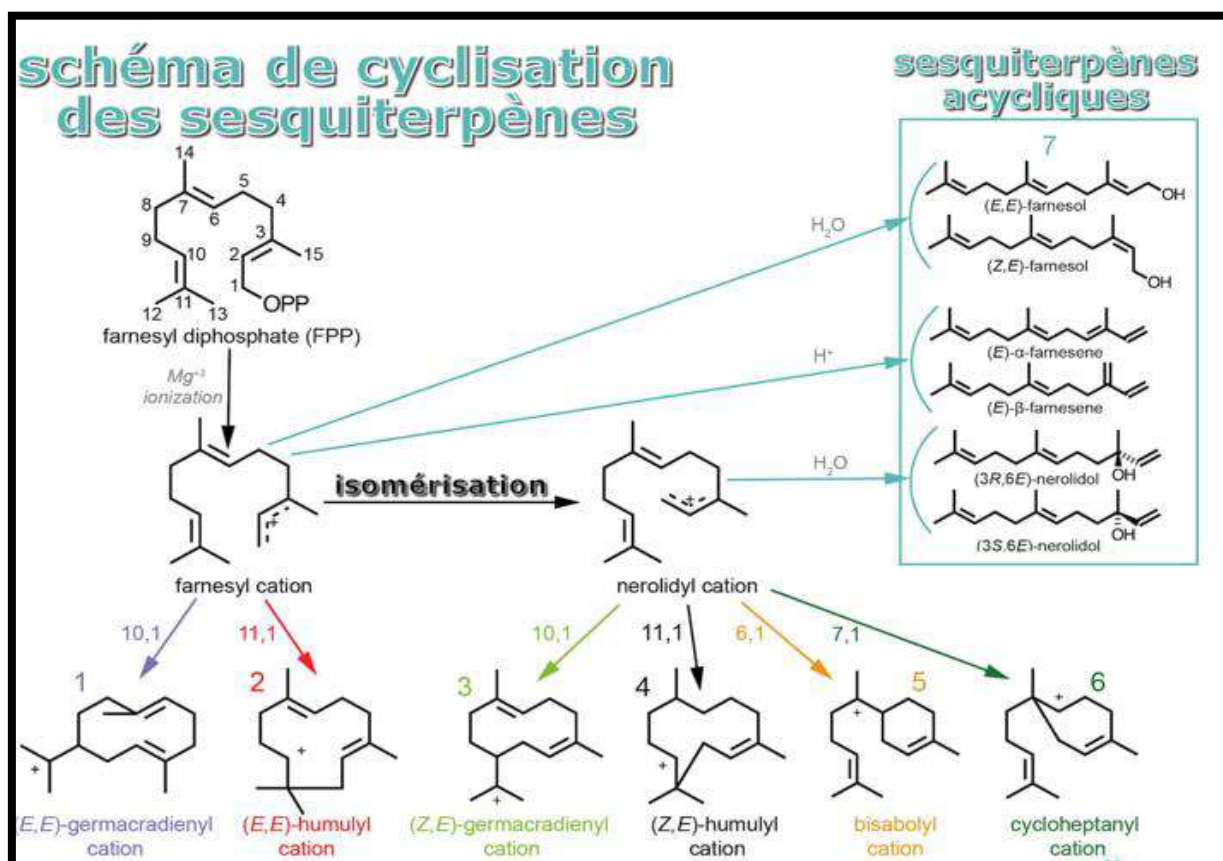


Figure 06 : schéma de cyclisation des sesquiterpènes

Chapitre III :
Les techniques d'extraction
des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont extraites à partir de plantes aromatiques par diverses techniques. Quelques-uns sont résumés :

III.1. Extraction par entraînement à la vapeur d'eau

Cette méthode, reconnue comme l'une des approches officielles pour extraire les huiles essentielles (HE), utilise un courant de vapeur pour libérer les composés aromatiques des matières végétales, sans nécessiter de macération préalable. Les vapeurs ainsi saturées en composés volatils sont ensuite condensées et séparées dans un dispositif appelé essencier, donnant ainsi naissance à une phase aqueuse (HA) et une phase organique (HE). Cette méthode présente des avantages considérables : elle évite tout contact direct entre l'eau et les matières végétales ainsi qu'entre l'eau et les molécules aromatiques, ce qui limite les risques de détérioration de la qualité de l'huile par hydrolyse ou dégradation. En outre, cette technique permet d'obtenir une huile essentielle au parfum plus délicat, tandis que la distillation, régulière et rapide, enrichit les notes de tête en esters[17].

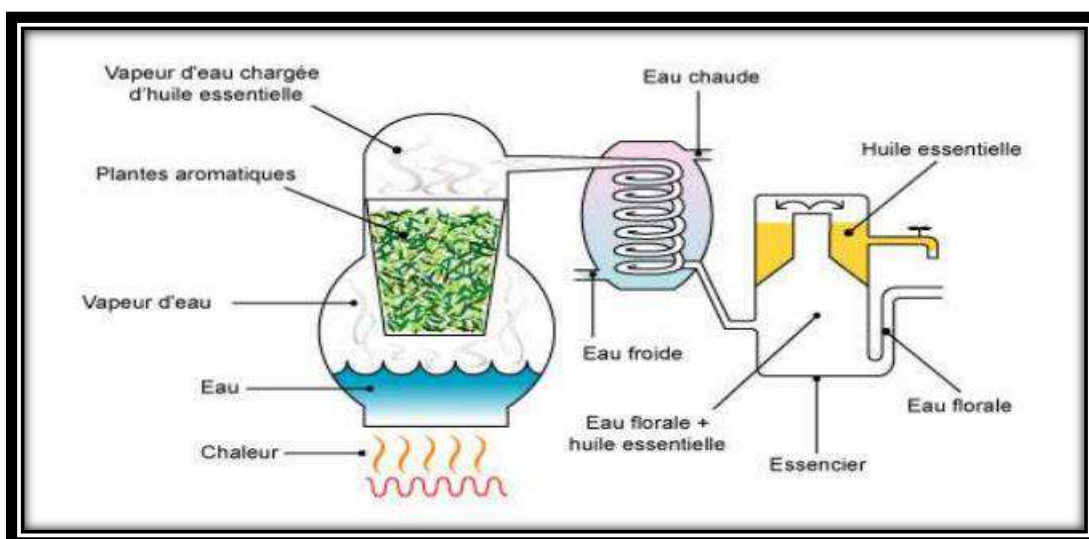


Figure 07 : Montage d'extraction par Entraînement à la vapeur d'eau[18]

III.2. Expression à froid

Est une méthode implique la rupture mécanique des poches renfermant les essences. Ensuite, l'huile essentielle est séparée par décantation ou centrifugation. D'autres dispositifs utilisent une dépression pour ouvrir les poches et récupérer directement l'huile essentielle, évitant ainsi toute altération due à l'eau. Cette méthode est principalement utilisée pour extraire les huiles essentielles des agrumes, tels que les oranges, les citrons et les bergamotes[19].

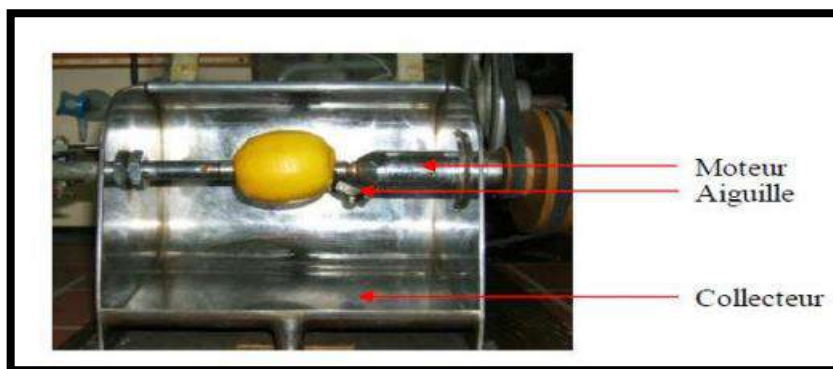


Figure 08 : Schéma du montage de l'expression à froid [20]

III.3. Extraction assistée par micro-ondes

Ce procédé, connu sous le nom de Vacuum Microwave Hydro distillation (VMHD), consiste à extraire l'huile essentielle en utilisant un rayonnement micro-ondes d'énergie constante et une séquence de mise sous vide. Seule l'eau constitutive de la matière végétale traitée participe au processus d'extraction des essences. Sous l'effet combiné du chauffage sélectif des micro-ondes et de la réduction de pression séquentielle dans la chambre d'extraction, l'eau constitutive de la matière végétale entre rapidement en ébullition. Cela permet un transfert plus efficace du contenu des cellules vers l'extérieur du tissu biologique, tandis que les essences sont ensuite collectées par condensation, refroidissement des vapeurs, et décantation des condensats] 21].

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 [22].

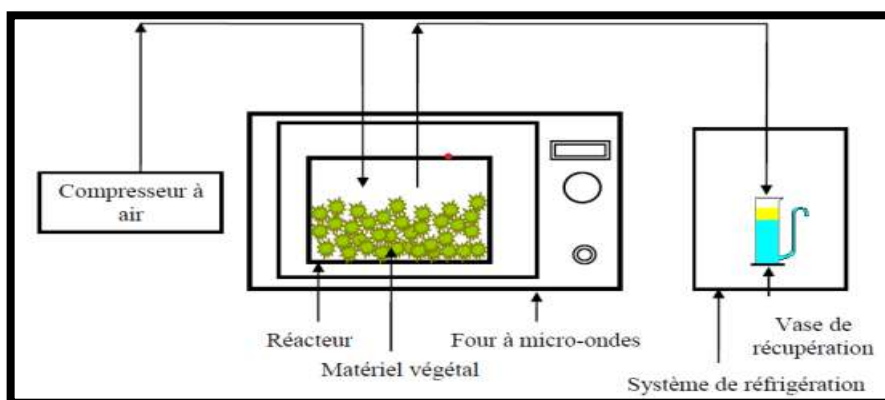


Figure 09 : Entrainement à l'air assisté par micro-ondes [23]

III.4. Hydro diffusion

L'hydro diffusion des huiles essentielles est une méthode d'extraction qui utilise la vapeur d'eau pour libérer les composés aromatiques des plantes. Contrairement à la distillation à la vapeur d'eau classique, où la vapeur d'eau est directement en contact avec les matières végétales, l'hydro diffusion implique l'injection de vapeur d'eau à haute pression dans un réservoir contenant les matières végétales.

L'eau chauffée sous pression pénètre dans le réservoir, où elle entraîne les composés aromatiques des plantes. Ce mélange de vapeur d'eau et de composés aromatiques est ensuite refroidi et condensé, permettant ainsi de récupérer les huiles essentielles extraites. L'avantage de l'hydro diffusion est qu'elle permet une extraction plus rapide et plus complète des huiles essentielles, tout en préservant leurs propriétés aromatiques et thérapeutiques. Cette méthode est particulièrement adaptée à certaines plantes fragiles ou sensibles à la chaleur, car elle minimise l'exposition à des températures élevées[24] .

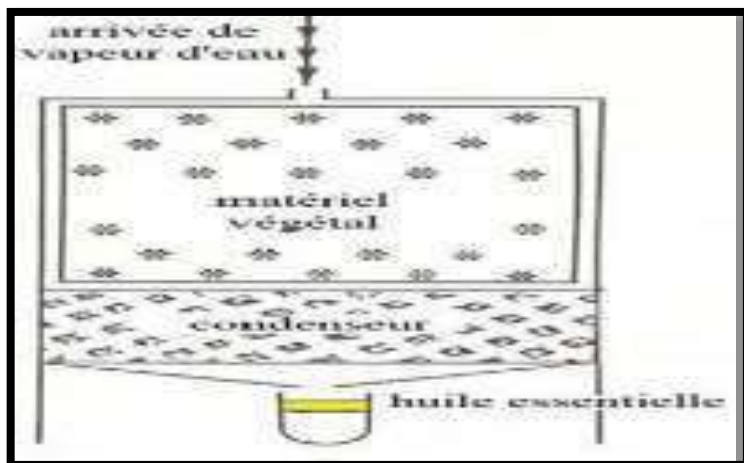


Figure 10 : Montage d'hydro diffusion[24]

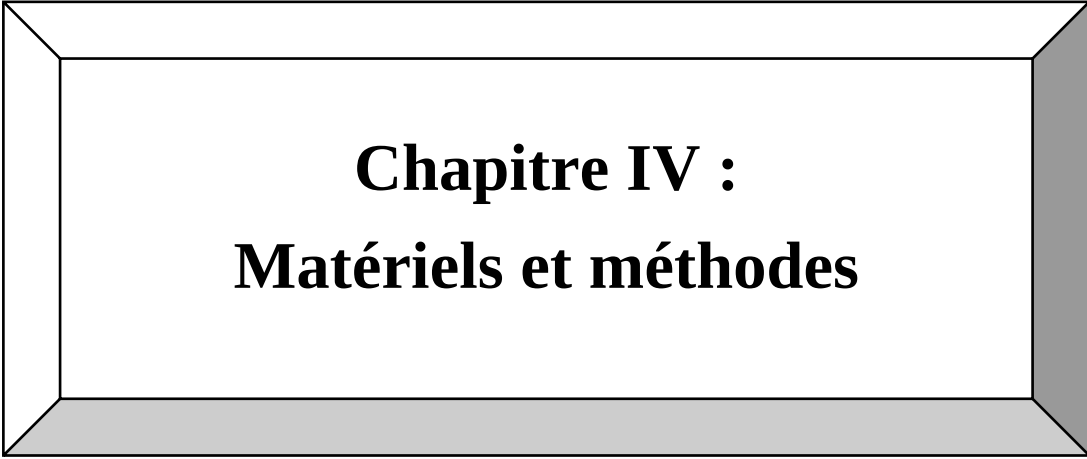
III.5. Extraction par Hydro distillation

La méthode de l'hydro distillation est traditionnellement la plus couramment utilisée, représentant environ 80% des cas, en raison de son économie .Elle est particulièrement adaptée à l'extraction des huiles essentielles légères. Dans ce processus, la matière végétale est dispersée dans de l'eau et placée dans un ballon chauffé à ébullition, ce qui provoque la formation de vapeurs contenant les composants volatils. Ces vapeurs montent et passent à travers un réfrigérant qui est maintenu constamment refroidi à une température comprise entre 15°C et 18°C[25].



Figure 11 : Montage d'extraction par Hydro distillation[26]

Partie pratique



Chapitre IV :

Matériels et méthodes

IV.1. Objectif

L'objectif de cette recherche est d'évaluer les huiles essentielles de *Géranium rosa* dans deux saisons différentes et d'étudier leur utilisation par les industries cosmétiques et de la parfumerie.

IV.2. Plan d'extraction

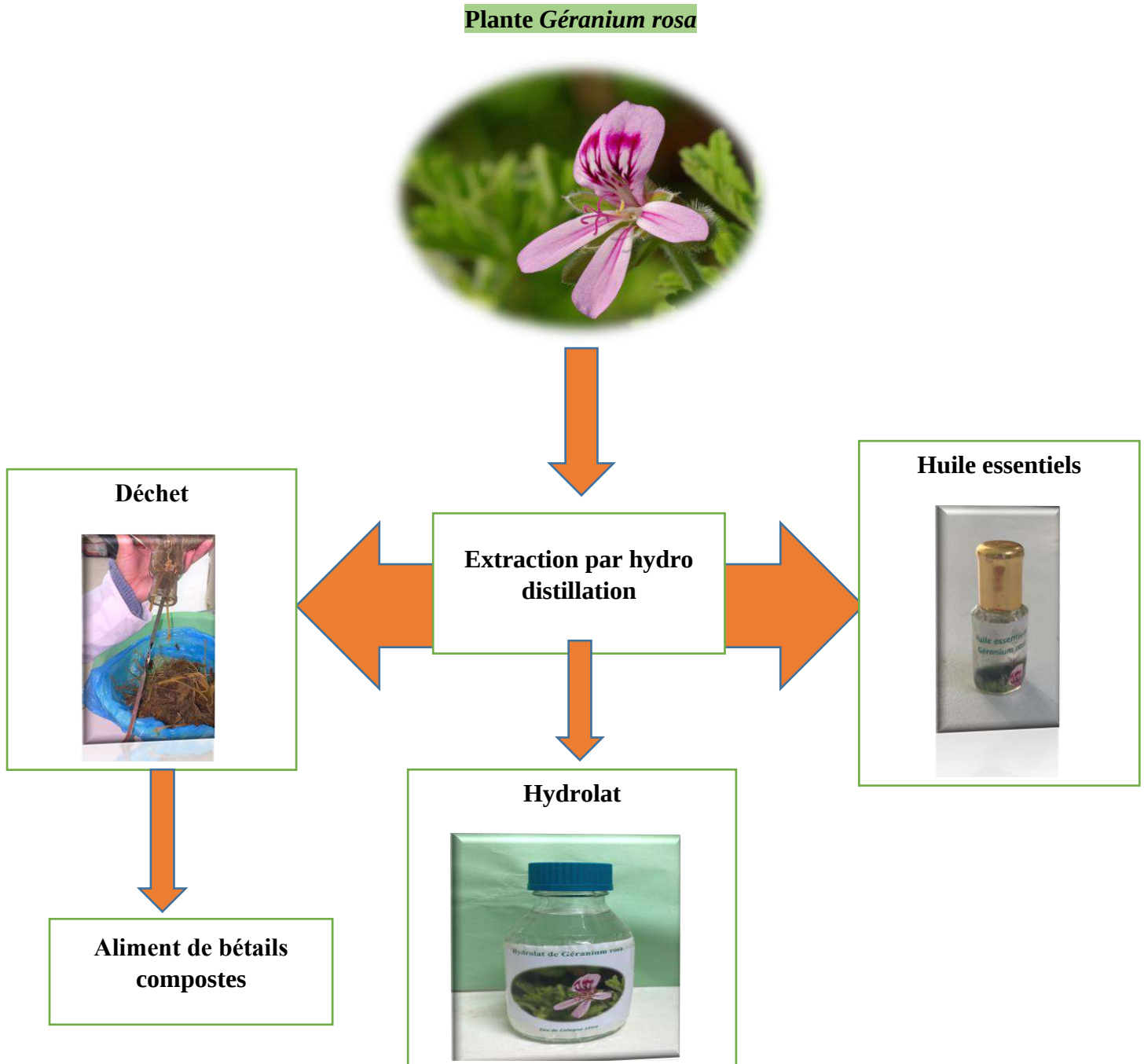


Figure 12 : Plan d'extraction

IV.3. Matériel Végétal

Les matériaux végétaux utilisés dans la réalisation de ce travail comprennent des feuilles de *Géranium* récoltées en Avril et février 2024, ainsi que des feuilles de *Géranium* rose récoltées en avril 2024 dans la région d'Aouinat Moussa (sud-est de l'Algérie).

IV.4. Matériels



Ampoule à décanter 60 ml



Ballons de 2000 ml



Chauffe ballon



Balance

IV.5. Extraction d'huiles essentielles

Les huiles essentielles de la plante examinée ont été obtenues par hydro distillation (figure 13). Ce procédé implique l'immersion directe du matériel végétal dans de l'eau distillée portée à ébullition. Les composants volatils sont ensuite transportés par la vapeur d'eau et, une fois condensés, sont séparés par décantation.



Figure 13 : Dispositif expérimental d'hydro distillation.

IV.6. Principe

La méthode d'hydro distillation est largement préférée dans environ 80% des cas, principalement en raison de son coût économique [27]. Elle est particulièrement recommandée pour l'extraction des huiles essentielles légères. Dans cette méthode, la matière végétale est mélangée à de l'eau et chauffée jusqu'à ébullition dans un ballon, ce qui entraîne la formation de vapeurs contenant les composés volatils. Ces vapeurs montent ensuite et traversent un réfrigérant maintenu à une température constante entre 15°C et 18°C [28], où elles se condensent pour récupérer les huiles essentielles et l'hydrolats.

IV.7. Extraction par hydro distillation

Nous avons utilisé 300 grammes de matière végétale de *Géranium rosa*, placés dans un Ballon de 2000 ml, complétée par 1500 ml d'eau. Une fois porté à ébullition, dès l'apparition de la première goutte de distillat à la sortie du condenseur de vapeur, l'huile essentielle est entraînée par la vapeur d'eau. Cette vapeur est ensuite condensée à travers un condenseur, fixé verticalement pour faciliter l'écoulement du distillat. L'extraction a duré environ trois heures. Après repos du distillat pendant quelques minutes, deux phases distinctes se forment : une phase organique, contenant l'huile essentielle chargée en composés volatils de la plante, et une phase aqueuse, ou hydrolat, de densité supérieure. Le volume d'huile essentielle obtenu est collecté dans un tube à essai, et sa masse est enregistrée pour le calcul de rendement et autres propriétés physico-chimiques.



Figure 14 : Pesage de 300 g de *Géranium rosa*

IV.8. Détermination de la Densité ρ

La densité diffère entre différentes huiles, étant généralement plus faible que celle de l'eau, ce qui fait que l'huile flotte à la surface de l'eau.

IV.9. Mode de fonctionnement

La Détermination de la densité des huiles : réalisé par méthode gravimétriques. Une seringue propre de volume de 50 ml a été pesée (W_0). Ensuite, la seringue a été remplie jusqu'au bord avec de l'eau et un bouchon a été inséré. L'eau supplémentaire a débordé. L'eau sur le bouchon et l'aiguille a été soigneusement essuyée et repesée (W_1). Le même processus a été répété, mais en utilisant des échantillons d'huile au lieu d'eau, puis repesés (W_2). La masse volumique de tous les échantillons d'huile a été calculée en utilisant la formule suivante :

$$\text{Masse spécifique de l'échantillon de test } \rho = (w_1 - w_0)/v$$

W_0 : Poids de l'aiguille vide de masse spécifique

W_1 : Poids de l'eau + masse spécifique de l'aiguille

V : volume 50 ml



Figure 15 : Détermination expérimentale de la densité de l'huile

Pour déterminer la densité de l'huile essentielle on a appliqué la formule suivants :

$$D_{20} = (D_{T_{exp}}) + (0.00073)(T_{exp} - 20) - \text{calcul} ; D_{20} = 0.8911$$

IV.10. Indice de réfraction

L'indice de réfraction d'une huile essentielle, qui décrit le changement de direction de la lumière lorsqu'elle traverse un milieu à un autre, est défini comme le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction du rayon lumineux à une longueur d'onde spécifique, passant de l'air à l'huile essentielle maintenue à une température constante.

IV.11. Mode opératoire

Commencez par ouvrir le prisme secondaire, puis déposez 2 ou 3 gouttes de l'échantillon liquide au centre du prisme principal. Refermez délicatement le prisme secondaire. L'échantillon se répandra entre les deux prismes sous forme d'un film mince. Laissez la température se stabiliser avant de procéder à la mesure. On a mesuré l'indice de réfraction par un appareil type Abbet la formule utilisé pour le calcul est la suivants :

$$I_{20} = I_{exp} + 0.0003 (t_{exp} - 20) - \text{calcul} ; I_{20} = 1.4770$$



Figure 16 : Détermination expérimentale de l'indice réfraction.

IV.12. Mesure de pH :

Le pH, abréviation de "potentiel hydrogène ", évalue l'activité chimique des ions hydrogène (H^+) en solution.

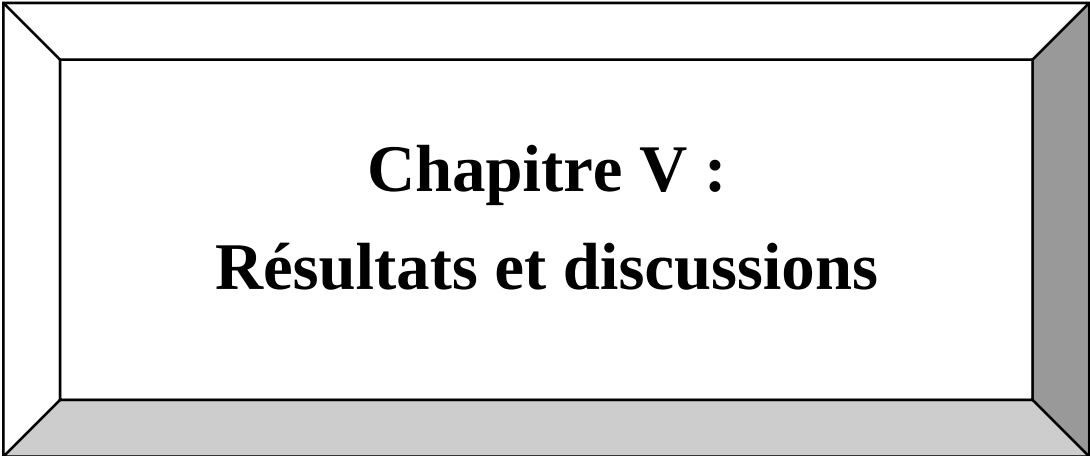
- Mesuré à l'aide d'un pH-mètre.

✓ Sur papier pH

Quelques gouttes de la solution sont déposées sur une bandelette de papier pH. Après changement de couleur de la bandelette, nous la comparons à une gamme de couleur variant en fonction pH.



Figure 17 : Détermination expérimentale du pH.



Chapitre V :

Résultats et discussions

L'hydro distillation des feuilles et des fleurs de *Géranium rosa* a abouti à l'extraction d'une huile essentielle présentant une couleur jaune claire



Figure 18 : Huiles essentielles de *Géranium rosa* obtenues par hydro distillation

V.1. Tableau de résultats

Les informations sont résumées dans le tableau suivant :

<i>Géranium Rosa</i>	
Aspect	Liquide
Couleur	Jaune clair
Odeur	Fort
Gout	Amer

Tableau 01 : caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle de *Géranium rosa*

V.2. Analyses Physico-chimiques

V.2.1. Rendement d'extraction

V.2.2. Résultats

Les informations sont résumées dans le tableau suivant :

HE	Rendement Février %	Rendement Avril %	AFNOR [74].
<i>Géranium rosa</i>	0.05	0.40	0.1- 0.15

Tableau 02 : Rendements des huiles essentielles.

V.2.3. Discussion

- Le Rendement en huile essentielle du *Géranium rosa* en Février était de 0,05 et en Avril est de 0,40. Il est important de noter que le rendement et la composition chimique des huiles essentielles varient en fonction des saisons.
- Le Rendement obtenu durant la saison de floraison (Avril) est la plus importante

V.3. Propriétés physico-chimiques des HE

V.3.1. Résultat

Propriétés	Valeur pratique (février)	AFNOR [74].
pH	5	4 - 6
Densité	0.8911	0.9050- 0.9210
Indice de réfraction	1.4770	1.4610- 1.4700

Tableau 03 : Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles

V.3.2. Discussion

- Le résultat du pH indique que l'huile extraite présente une acidité et conforme.
- La densité de notre huile essentielle est de 0,8911. Bien qu'elle soit utilisée dans la classification des huiles essentielles, cette mesure seule n'est pas suffisante pour les classer. Elle est étroitement liée à la composition chimique de l'huile, laquelle est influencée par divers facteurs tels que le phénotype et le moment de la récolte
- Les deux huiles essentielles ont le même indice de réfraction, soit 1,4770 en conformité avec les normes françaises des huiles essentielles.
- La détermination des propriétés physico-chimiques est une étape nécessaire mais pas suffisante pour caractériser l'huile essentielle. Il sera donc essentiel de la compléter par des analyses chromatographiques (GC/MS).

V.4. L'analyse chromatographique :

La caractérisation des huiles essentielles a été réalisée par CG/SM un appareil Brucker mois de (Février) :

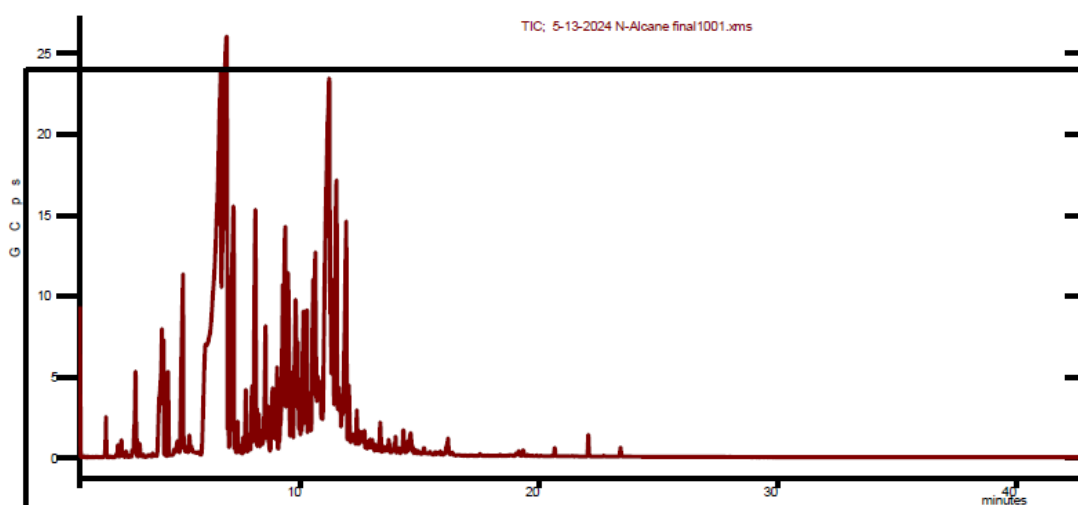


Figure 19 : Le profil chromatographique de l'huile essentielle de *Géranium rosa*

➤ Les résultats obtenus au cours du mois de Février :

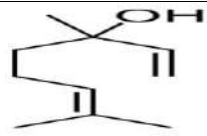
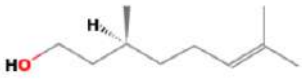
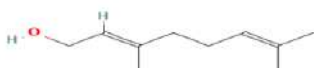
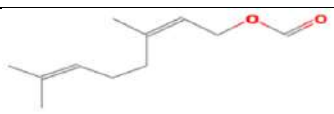
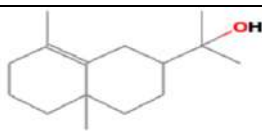
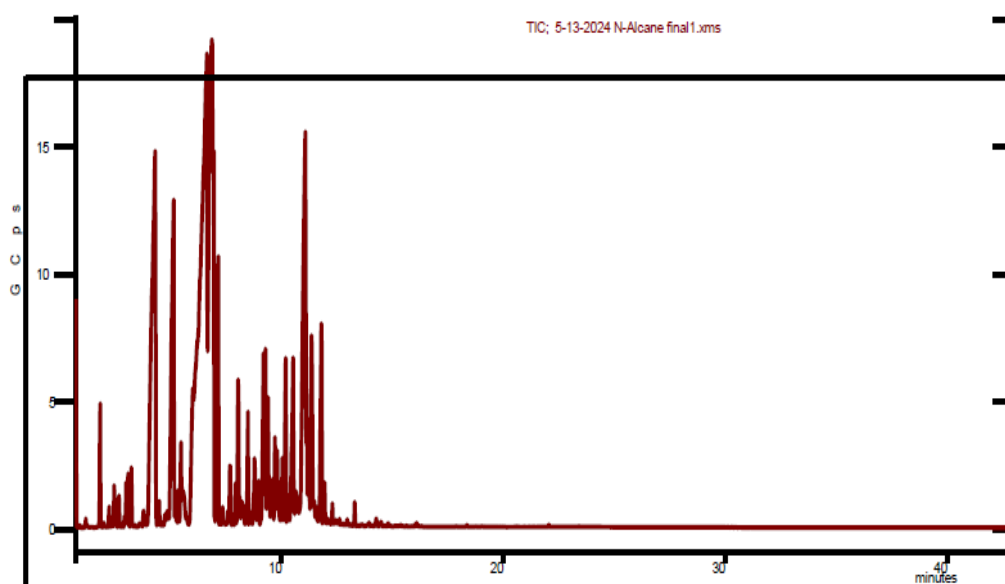
Nom	Pourcentage %	Structure chimique
Linalool	1.90	
6-Octen-1-ol, 3,7-dimethyl-, (R)-	19.98	
Geraniol	11.65	
2,6-Octadien-1-ol, 3,7-dimethyl-, format	4.16	
2-((2S, 4aR)-4a, 8-Dimethyl-1, 2, 3, 4,4a, 5,6	11.09	

Tableau 04 : Composition chimique du *Géranium rosa*

Caractérisation des huiles essentielles par GC/MS (Avril) :

Figure 20 : Le profil chromatographique de l'huile essentielle de *Géranium rosa*

➤ Résultats obtenus au cours du mois d'Avril :

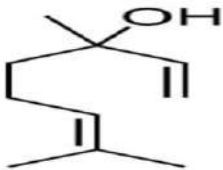
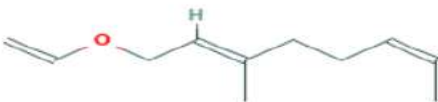
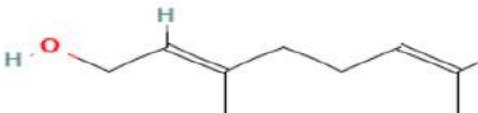
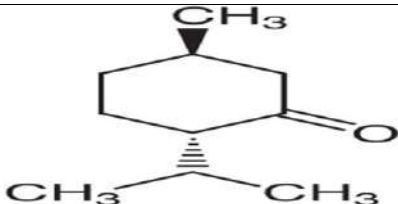
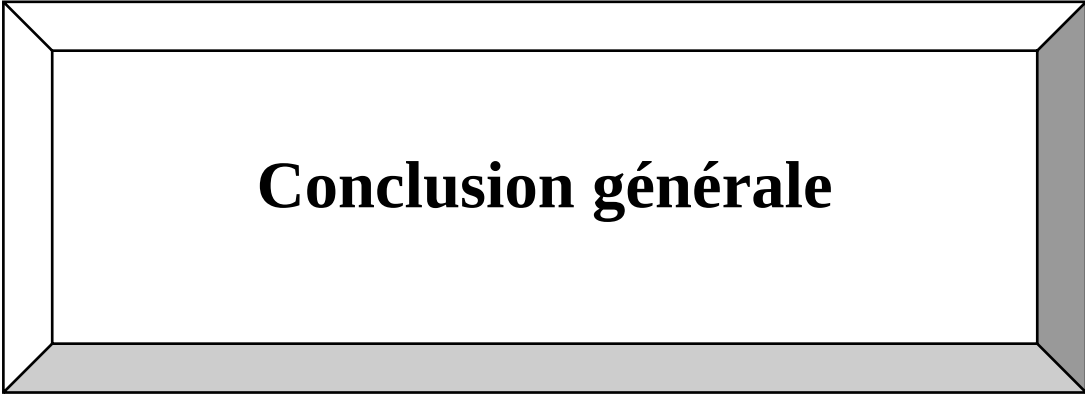
Nom	Pourcentage %	Structure chimique
Linalool	10.93	
Citronellol	24.8	
Geranyl vinyl ether	13.80	
Geraniol	2.56	
l-Menthone	5.95	

Tableau 05 : Composition chimique du Géranium rosa

- ❖ Les résultats de l'analyse par (GC/MS) de la composition chimique de l'huile essentielle de mois d'Avril sont présentés dans le tableau, répertoriant les composés identifiés. Le produit majoritaire est le citronellol (25%) suivie de linalool (10.93%) .
- ❖ Pour le mois de février on note le produit majoritaire Geraniol (11.65%) et linalool avec (1.90%)



Conclusion générale

Conclusion générale :

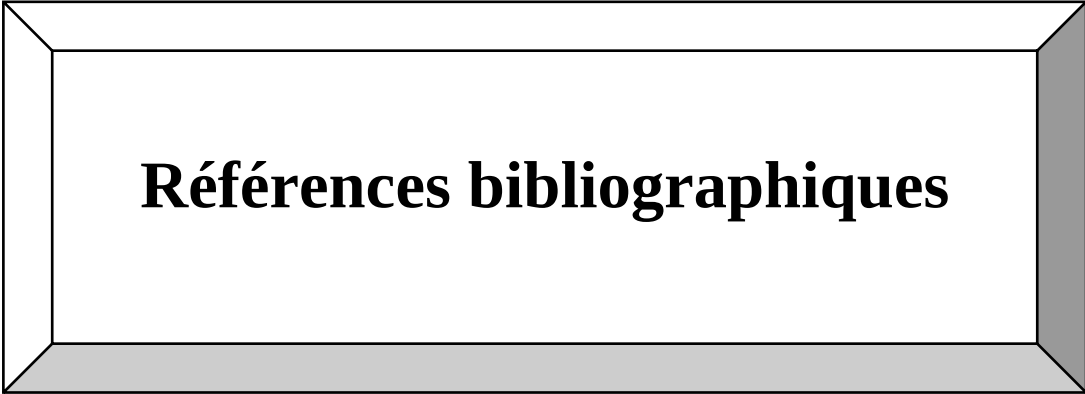
L'objectif de cette recherche est de valoriser les huiles essentielles de *Géranium rosa* dans la région d'Ouargla entre deux saisons différentes et d'étudier leur utilisation par les industries cosmétiques et parapharmaceutique.

Les résultats de GC/MS révèlent que le pourcentage du produit majoritaire dans la saison d'Avril citronellol avec (25%) alors que celui de la saison de février est (0%). Le rendement au mois d'Avril (0.40%) est plus importante que celui au mois de février (0.05%).

A la lumière de ces résultats on peut conclure et recommander de faire l'extraction des huiles essentielles de la plante *Géranium rosa* dans la période de floraison.

Recommandations :

En recommande que cette étude sera généralisé sur l'ensemble des variétés de *Géranium* dans différents régions et dans la période de floraison.



Références bibliographiques

Références bibliographiques :

- [1] **BLEROT B.** Biosynthèse des composés odorants chez différents *Pélargonium* utilisés pour la production d'huile essentielle, 2016, Lyon. p4
- [2] **LAVERGNE R.** Les plantes médicinales réunionnaises d'aujourd'hui, 2011, : In page 16 et **Madian N, MEHARZI N.** "Potentialités fongicides des huiles essentielles de *Géranium rosa* (Famille des *Géraniacée*) agent de la moisissure noire contre *Aspergillus Niger* (Famille des *Trichocomaceae*)." 2019.p16.
- [3] **Lucas HEITZ** Le Jardinier Curieux 21 avril 2016 Edition: Alsagarden le goût des plantes rare
- [4] **RAYNAUD S.** Le *Géranium*: quels sont ses bienfaits pour la santé ?,2019, Edition FUTURA SCIENCE .
- [5] **BOUTARFAIA A. et BENYAHIA I.** Contribution à l'extraction et l'activité de l'huile essentielle du *Pélargonium graveolens* " L'Hér" de la région d'Ouargla. Mémoire Master : Université Kasdi Merbah-Ouargla. 2015. p 15-16
- [6] Photo originale: 2024
- [7] **CELINE** Huile essentielle de *géranium rosa*. 2018. Edition : Passeport Santé.
- [8] **BOUKHATEM M N 1, HAMAIDI M S, Saidi F, HAKIMY.** Extraction, composition et propriétés physico-chimiques de l'huile Essentielle du *Géranium Rosat*(*Pélargoniumgraveolens* L.) cultivé dans la plaine de Mitidja Algérie. pagerevue « Nature et Technologie » n°03 : juin 2010,p 37 - 45.
- [9] **LIS-BALCHIN. M.** «*Géranium and pélargonium: the genera Géranium and Pélargonium*». CRC Press, Taylor et Francis, London, 2002. p : 116-131, 147-165, 184-217
- [10] **ROBERT LAFFONT F. Bardeau** ,La médecine aromatique, Editions Robert Laffontparis, 1976.P 5.
- [11] **VALNET J.** Aromathérapie: traitement des maladies par les essences des plantes ,1980...Paris, Maloine, p542.
- [12] **Vigan, Martine.** "Essential oils: renewal of interest and toxicity." *European Journal of Dermatology* 20.6 2010 : 685-692
- [13] **A.Baaliouamer**; thèse de Doctorat Es-science, U.S.T.H.B, Alger, Juin 1987.
- [14] **Smallfield**, 2001; **Merghache et al.** 2009; **Atik Bekkara et al.**, 2007
- [15] **Anton R., Lobstein A,** Plantes aromatiques: épices, aromates, condiments et huiles essentielles, 2005. Paris, Lavoisier, p225. (Technique et Documentation).
- [16] **Bruneton J.,** (1995-1999). *Pharmacognosy, phytochemistry, medicinal plants* Paris Lavoisier, p915. (Technique et Documentation)
- [17] **BOUKHATEM M.N., FERHAT A., KAMELI, A.** "Méthodes d'extraction et de distillation des huiles essentielles: revue de littérature." Une 3.4 2019 : p 1653-1659.
- [18] **GOUDJIL M.B .** Composition chimique, activité antimicrobienne et antioxydante de trois plantes aromatiques. UNIVERSITE KASDI MERBAH – OUARGLA.2016.p22
- [19] **Bencheikh S.** Etude de l'activité des huiles essentielles de la Plante *Teucrium polium*ssp *Aurasianum Labiatae*. Univ Kasdi Merbah Ouargla 2017 ..p15.

[20] Ferhat M.A. *Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes des huiles essentielles des Citrus d'Algérie : Compréhension, Application et Valorisation.* Thèse de l'Université des Sciences et Technologie Houari Boumediene, Faculté de Chimie, Algérie. 2007.

[21] Mompon B. "Quel avenir commercial pour les produits obtenus par les nouvelles technologies d'extraction: CO₂." *Micro-ondes, ultrasons, nouveaux solvants* 4 1994: p 149-166.

[22] LUCCHESI MARIE E., FARID CHEMAT, et JACQUELINE SMADJA. "Extraction par micro-ondes sans solvant d'huile essentielle d'herbes aromatiques : comparaison avec l'hydrodistillation conventionnelle." *Journal de chromatographie* a 1043.2. 2004 : p 323-327.

[23] Sahraoui, Naima. *Mise au point d'un nouveau procédé d'extraction d'huiles essentielles assisté par micro-ondes.* Diss. Alger, Ecole Nationale Polytechnique, 2012.

[24] Franchomme, P. ; Pénéol, D. *L'aromathérapie exactement.* Encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles. Roger Jallois éditeur. Limoges., 1990.p 445.

[25] JEL KALAMOUNI C., - *Caractérisations chimiques et biologiques d'extraits de plantes aromatiques oubliées de Midi-Pyrénées.* Thèse de doctorat en sciences des Agroressources. Université de Toulouse. 2010.p 263.

[26] Photo originale : 2024

[27] KALOUSTIAN J., HADJI MIRAGLOU F.- *La connaissance des huiles essentielles: qualilogie et aromathérapie.* Ed. Springer-Verlag., 2012. Paris :p 210.

[28] JEL KALAMOUNI C., -*Caractérisations chimiques et biologiques d'extraits de plantes aromatiques oubliées de Midi-Pyrénées.* Thèse de doctorat en sciences des Agroressources. Université de Toulouse .2010. p 263. **et TALEB TOUDERT K.,** - *Extraction et caractérisation des huiles essentielles de dix plantes aromatiques provenant de la région de Kabylie (Nord Algérien) Evaluation de leurs effets sur la bruche du niébé Calosobruchus maculatus (Coleoptera Bruchidae).* Thèse de doctorat, Université mouloud mammeri, Tizi ousou .2015.p 160.

[29] PATRICE DE BONNEVAL et FRANK DUBUS, *Manuel pratique d'aromathérapie au quotidien,* édition DésIris, paris 2014

[30] Aramesh M, Ajoudanifar H. Alkaline protease producing Bacillus isolation and identification from Iran, Banat's Journal of Biotechnology (2017), 8 (16), p 140–147.