



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة غرداية

Université de Ghardaïa

كلية العلوم والتكنولوجيا

Faculté des Sciences et de la Technologie

قسم هندسة الطرائق

Département de Génie des Procédés

Mémoire

Pour l'obtention du diplôme de Master

Domaine : Sciences et Technologie

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique.

N° d'enregistrement

/...../...../...../...../.....

Thème

L'effet de méthode d'extraction sur la production d'huiles essentielles à partir de citrus aurantium (région de Ghardaïa)

Par:

BEN SEDDIK Khedidja Zohra

BEN SEDDIK Mustapha Oussama

Devant le jury composé de :

BABAARBI Ilias	MAA	Univ.Ghardaïa	Examineur
KHANE Yasmina	MCB	Univ.Ghardaïa	Examineur
KADRI Muhammed	MAB	Univ.Ghardaïa	Encadreur

Année universitaire : 2020/2021

Dédicaces

Nous dédions ce modeste travail à nos très chers parents que

Dieu nos les garde

A nos frères et nos sœurs

A toute notre famille

A nos amis et nos collègues de la promotion

A toute personne qui nos connaît.

Khedidja Zohra

Mustapha Oussama

Remerciements

Nous remercions Dieu de nous avoir donné le courage, la patience et la volonté de faire cet humble travail.

Nous exprimons nos plus grandes reconnaissances à nos parents qui font ce qui nous sommes devenu aujourd'hui

*Nous voudrions d'abord remercier **Dr. KADRI Muhammed**, pour l'honneur qu'il a accordé sur nous en nous encadrant, pour son accueil, sa sollicitude, sa sagesse et son assistance tout au long de la durée de nos travaux. Et nous tenons à remercier chaleureusement Mr. Aouf.J et Mm. Imane, les responsables de laboratoire de génie des procédés.*

A travers ce modeste travail, nous tenons à remercier l'ensemble des enseignants qui ont contribué de près ou de loin à notre formation, et tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

ملخص:

البرتقال المر شجرة من عائلة *Rutaceae*. ثماره شديدة المرارة غير صالحة للأكل. ولكن يتم استخدام جميع أجزاء البرتقال المر ولأغراض متنوعة منها استخراج الزيوت الأساسية. عملنا هذا هو جزء من تبيين الحمضيات في الجزائر، نحن نهتم بدراسة جزء من البرتقال المر (*Citrus aurantium*) هو الثمار.

يكرس هذا العمل من ناحيتين أولاً استخراج الزيوت العطرية بتقنيات مختلفة بهدف دراسة تأثير هذه التقنيات على مردود الزيت العطري واختلاف طبيعة البرتقال المر الرطبة والجافة ودراسة مدى تأثير التجفيف على مردود الزيت المستخرج. ومن الناحية الأخرى دراسة الخصائص الفيزيائية والكيميائية للزيت العطري المستخرج بالتقنيات التالية: التقطير المائي، التقطير المائي من نوع كليفنجر و الاستخلاص بواسطة الميكروويف بما في ذلك: مؤشر التصين، مؤشر الحمض، مؤشر الاستر... الخ. وذلك لإبراز جودة الزيت المستخلص.

هذه الدراسة أظهرت بأن التجفيف ينقص من مردود الزيوت المستخلصة. وفيما يخص تقنيات استخراج الزيت الأساسي كانت تقنية الاستخراج بالميكروويف لها مردود عالي مقارنة بالتقنيات الأخرى حيث إنها أسرع تقنية ولا تستهلك الكثير من الطاقة. أما بالنسبة لنتائج الخصائص الفيزيائية والكيميائية لهذا الزيت متقاربة.

مع ذلك، فإن استخدام البرتقال الحامض لا يقتصر على صناعات العطور فقط حيث يتم استغلاله أيضاً من قبل صناعة مستحضرات التجميل والصناعات الغذائية وفي مجال الصيدلة.

الكلمات المفتاحية:

البرتقال المر، الزيوت الأساسية، *Citrus aurantium*، الخصائص الفيزيائية والكيميائية، التقطير المائي، التقطير المائي من نوع كليفنجر، الاستخراج بواسطة الميكروويف.

Abstract:

Bitter orange is a tree of the family *Rutaceae*. Its fruits are very bitter and inedible. But all parts of the bitter orange are used for a variety of purposes, including the extraction of essential oils. Our work is part of citrus valorization in Algeria, we are interested in studying part of the bitter orange (*Citrus aurantium*) is the fruit.

The present work is devoted, on the one hand, to the extraction of essential oils by different techniques in order to study the effect of these techniques on the yield of essential oil and the difference in the wet and dry nature of bitter orange, and to study the extent of the effect of drying on the yield of the extracted oil. On the other hand, studying the physical and chemical properties of the essential oil extracted by the following techniques: hydrodistillation, Clevenger type hydrodistillation and microwave extraction, including: saponification index, acid index, ester index...etc., in order to highlight the quality of the extracted oil.

This study showed that drying reduces the yield of the extracted oils. With regard to the extraction techniques of the essential oil, the microwave extraction technique had a high yield compared to other techniques, as it is the fastest technique and does not consume much energy. As for the results of the physical and chemical properties of this oil are close.

However, the use of sour orange is not limited to the perfume industries only as it is also exploited by the cosmetic industry, the food industry and in the field of pharmacy.

Key Words:

Bitter orange, Essential oil, *Citrus aurantium*, The physical and chemical properties, Hydrodistillation, Clevenger type hydrodistillation, Microwave extraction.

Résumé :

L'oranger amer est un arbre de la famille des *Rutacées* dont les fruits sont très amers et non comestibles. Mais toutes les parties de l'orange amer sont utilisées à diverses fins, l'extraction d'huiles essentielles. Notre travail s'inscrit dans le cadre de la valorisation des agrumes en Algérie. Nous nous intéressons à l'étude de la partie de l'orange amer (*Citrus aurantium*) qui en est le fruit.

Le présent travail est consacré d'une part, l'extraction d'huiles essentielles par différentes techniques afin d'étudier l'effet de ces techniques sur le rendement en huile essentielle et la différence de nature fraîche et sèche de l'orange amer et d'étudier l'étendue de l'effet du séchage sur le rendement de l'huile extraite. D'autre part, étudier les propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle extraite par les techniques suivantes : hydrodistillation, hydrodistillation type Clevenger et extraction par micro-ondes, dont : indice de saponification, indice d'acide, indice d'ester...etc. Afin de mettre en valeur la qualité de l'huile extraite.

Cette étude a montré que le séchage réduit le rendement des huiles extraites. En ce qui concerne les techniques d'extraction de l'huile essentielle, la technique d'extraction par micro-ondes a un rendement élevé par rapport aux autres techniques, car c'est la technique la plus rapide et peu consommatrice d'énergie. Quant aux résultats, les propriétés physico-chimiques de cette huile sont proches.

Cependant, l'utilisation de l'orange aigre n'est pas limitée aux seules industries de la parfumerie car elle est également exploitée par l'industrie cosmétique, l'industrie alimentaire et dans le domaine de la pharmacie.

Mots Clé :

Orange amer, Huile essentielle, *Citrus aurantium*, les propriétés physico-chimiques, Hydrodistillation, Hydrodistillation type Clevenger, Extraction par micro-ondes.

Liste des figures

Figures	Titres	Pages
Figure I.1	Photo du bigaradier (orange amer)	3
Figure I.2	L'orange amer	4
Figure I.3	Coupe transversale d'une orange	5
Figure I.4	La fleur d'orange amer	6
Figure I.5	Caractéristiques morphologique d'orange amer	7
Figure I.6	Répartition géographique de l'oranger amer et l'oranger doux	9
Figure II.1	Modes d'extraction des huiles essentielles	19
Figure II.2	L'hydrodistillation	20
Figure II.3	Appareillage utilisé pour l'hydrodistillation de l'huile	21
Figure II.4	Schéma du procédé de l'extraction par CO ₂ supercritique	23
Figure II.5	Principe schématisé de l'appareillage d'hydrodistillation sous micro-ondes	24
Figure III.1	L'arbre de l'orange amer de Mansourah et Bounoura	35
Figure III.2	Images satellites montrent les 2 localités des plantes recueillies (Google earth)	36

Figure III.3	L'orange amer " Sec et Fraiche "	36
Figure III.4	Montage d'hydrodistillation (distillation simple)	38
Figure III.5	Montage d'hydrodistillation type Clevenger	40
Figure III.6	Montage d'extraction par micro-ondes	41
Figure III.7	Matériel utilisé pour l'indice de saponification	43
Figure III.8	Matériel utilisé pour l'indice d'acide	44
Figure III.9	Matériel utilisé pour de l'acide gras libre	45
Figure III.10	Matériel utilisé pour l'indice de peroxyde	46
Figure III.11	Un densimètre	47
Figure III.12	PH mètre	48
Figure III.13	Un réfractomètre	49
Figure IV.1	Rendement de HD de bigaradier (Sec et Fraiche)	54
Figure IV.2	Rendement de HD type Clevenger de bigaradier (Sec et Fraiche)	55
Figure IV.3	Rendement d'extraction par Micro-onde de bigaradier (Sec et Fraiche)	55

Liste des tableaux

Tableaux	Titres	Pages
Tableau I.1	Position systématique du bigaradier	7
Tableau IV.1	Rendement massique en huile essentielle extraite	54
Tableau IV.2	Caractéristiques organoleptiques des huiles essentielles extraites	57
Tableau IV.3	Résultats des Caractéristiques organoleptiques d'HE (couleur)	58
Tableau IV.4	Valeurs des densités des huiles essentielles extraites	61
Tableau IV.5	Valeurs d'indices de réfraction des huiles essentielles extraites	62
Tableau IV.6	Valeurs des PH des huiles essentielles extraites	63
Tableau IV.7	Valeurs des GS des huiles essentielles extraites	64
Tableau IV.8	Propriétés chimiques des l'huiles essentielles extraites	67

Liste des abréviations :

% : Pourcentage

°C : Degré Celsius

AFNOR : Association française de la normalisation

AGL : Acide gras libre

CRAPC : Centre de recherche scientifique et technique analyses physico chimiques

D : Densité

ERN : Les espèces réactives de l'azote

ERO : Les espèces réactives de l'oxygène

EX : Exemple

FDA : Food and Drug Administration

G : Gramme

GS : Gravité spécifique

HD : Hydrodistillation

HE : Huiles essentielles

L : Litre

M : Molarité

MI : Millilitre

N : Normalité

PH : Potentiel d'hydrogène

PTAPC : Plateaux techniques d'analyses physico-chimiques

RHE : Rendement en huile essentielle

SOMMAIRE

Dédicaces	
Remerciements	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction générale	1
Références bibliographiques	2

Chapitre I : Étude botanique sur l'espèce végétale

I.1. Généralité sur le bigaradier	3
I.2. Description botanique	3
I.2.1. Présentation de la famille des <i>Rutacées</i>	3
I.2.2. L'orange amer (<i>Citrus aurantium</i>)	4
a) Le fruit	4
b) La fleur	5
I.3. Morphologie	6
I.4. Classification botanique	7
I.5. Distribution géographique	8
I.6. Les domaines d'utilisations de l'orange amer	9
I.6.1. Le domaine pharmaceutique	9
I.6.2. Les domaines de la parfumerie et de la cosmétique	10
I.6.3. Le domaine agro-alimentaire	10
I.7. Les propriétés biologiques de l'orange amer	10
a) Activité veinotonique – vasculoprotectrice	10
b) Activité antimicrobienne	11
Références bibliographiques	13

Chapitre II : Les huiles essentielles

II. Historique	15
----------------	----

II.1.Définition des huiles essentielles	15
II.2. Propriété des huiles essentielles	16
II.3. Localisation des huiles essentielles	16
II.4. Répartition et localisation des huiles essentielles	17
II.5.Composition chimique	17
II.5.1. Les Terpénoides : (C ₅ H ₈) _n	17
II.5.2.Les composés aromatiques	18
II.5.3.Les composés d'origine diverses	18
II.6.Technique d'extraction des huiles essentielles	19
II.6.1.Hydrodistillation (Distillation simple)	20
II.6.2.Hydrodistillation type Clevenger	20
II.6.3.La distillation à la vapeur saturée	21
II.6.4.Extraction par les solvants organiques	21
II.6.5.Extraction au gaz CO ₂ supercritique	22
II.6.6. Extraction par micro-ondes	23
II.6.7.Extraction par ultrasons	24
II.6.8.Extraction par incision	24
II.6.9.Extraction en enfleurage	24
II.6.10.Extraction par expression	25
II.7. Activité biologique des huiles essentielles	25
II.7.1.Activité antioxydante	25
II.7.1.1.Les radicaux libres	25
II.7.2. Activité antibactérienne	26
II.7.3.Activité antifongique	26
Références bibliographiques	27

Chapitre III : Matériels et méthodes

III.1. L'objectif	33
III.2. Matériel	35
III.2.1. Matière végétale	35
III.3. Extraction de l'huile essentielle	37
III.3.1 Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation (Distillation simple)	37

III.3.1.1. Matériels et les produits	37
III.3.1.2. Protocole d'expérience	37
III.3.2.Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation type Clevenger	39
III.3.2.1. Matériels et les produits	39
III.3.2.2. Protocole d'expérience	39
III.3.3.Extraction des huiles essentielles par Micro-onde	40
III.3.3.1. Matériels et les produits	40
III.3.3.2. Protocole d'expérience	40
III.3.4.Le rendement	41
III.4. Caractérisation de l'huile essentielle	42
III.4.1. Caractéristiques organoleptiques	42
III.4.2. Détermination des propriétés physico-chimiques	42
III.4.2.1. Détermination de la solubilité de l'huile essentielle dans l'eau	42
III.4.2.2. Détermination de la gravité spécifique de l'huile	42
III.4.2.3. Détermination de l'indice de saponification de l'huile essentielle	43
III.4.2.4. Détermination de l'indice d'acide de l'huile	44
III.4.2.5. Détermination de l'indice d'ester de l'huile	44
III.4.2.6. Détermination de l'acide gras libre de l'huile	45
III.4.2.7. Détermination de l'indice de peroxyde de l'huile	45
III.4.2.8. Variation de la densité	46
III.4.2.9. Potentiel d'hydrogène (PH)	47
III.4.2.10. Indice de réfraction	48
Références bibliographiques	51

Chapitre IV : Résultats et discussions

IV.1. Extraction et rendement en huiles essentielles	52
IV.2. Caractérisation de l'huile essentielle	56
IV.2. 1.Caractéristiques organoleptiques	56
IV.2.2. Propriétés physico-chimiques	61
IV.2.2.1. Densité relative	61
IV.2.2.2. Indice de réfraction	62
IV.2.2.3.Détermination de PH	62

IV.2.2.4. Détermination de la solubilité de l'huile essentielle dans l'eau	63
IV.2.2.5. Détermination de la gravité spécifique de l'huile essentielle	64
IV.2.2.6. Propriétés chimiques	64
IV.2.2.6.1 L'indice de saponification	64
IV.2.2.6.2 L'indice d'acide	65
IV.2.2.6.3 L'indice d'ester	65
IV.2.2.6.4 L'indice d'acide gras libre	66
IV.2.2.6.5 L'indice de peroxyde de l'huile essentielle	66
Références bibliographiques	68
Conclusion	69
Annexe	71

Introduction générale

Introduction générale

L'oranger amer est originaire d'Asie tropicale mais se trouve également dans tous les pays tropicaux et subtropicaux.

Il appartient à la famille des rutacées et est une plante facilement disponible qui a un large éventail d'utilisations dans le traitement de diverses maladies. Les principaux composants biologiques actifs des herbes d'agrumes sont les flavonoïdes, en particulier l'hespéridine et la naringine et les alcaloïdes, en particulier la cynéphrine, en raison de leurs effets médicaux bénéfiques sur la santé humaine, et ont été utilisés pour leur huile essentielle dans les aliments et les parfums. *Citrus aurantium* est également utilisé en phytothérapie comme stimulant et coupe-faim. Il a également été utilisé en médecine traditionnelle chinoise pour traiter les nausées, l'indigestion, la constipation, le cancer et comme effet cardiovasculaire et sédatif. Il est facilement disponible et relativement sûr. [1]

L'Algérie détient une collection variétale composée de 256 variétés d'agrumes, ce qui représente un patrimoine génétique inestimable. [2]

Cette étude est une tentative d'explorer la qualité des huiles essentielles d'une portion d'orange amère (l'écorce) en tant que source naturelle d'antioxydants et antimicrobienne. Notre travail est divisé en deux parties, chaque partie divisée en deux chapitres.

- ❖ Le premier chapitre explique la description botanique des espèces étudiées (orange amer).
- ❖ Le deuxième chapitre passe en revue de manière générale les huiles essentielles et les différentes techniques d'extraction ;
- ❖ Le troisième chapitre dépend de la méthode et des matériaux utilisés, tels que :
 - Les techniques d'extraction de l'huile essentielle de l'oranger amer de type végétal étudié.
 - Les Propriétés physiques et chimiques de l'huile essentielle
- ❖ Le chapitre quatre présente les résultats et la discussion (l'interprétation scientifique du résultat).

Ce travail se termine par une conclusion générale qui résume notre étude.

Références bibliographiques

[1] Pellati F, Benvenuti S, Melegari M, Firenzuoli F. Determination of adrenergic agonists from extracts and herbal products of *Citrus aurantium* L. var. *Amara* by LC. Department of Pharmaceutical Sciences, University of Modena and Reggio Emilia, Via Campi 183, Modena, Italy. *J. Pharm. Biomed. Anal.*, 29(6) (2002): 1113-1119.

[2] Larbi, D., C. Ghezli, and K. Djelouah. "Historical review of Citrus tristeza virus (CTV) in Algeria. Citrus Tristeza Virus and Toxoptera citricidus: a serious threat to the Mediterranean citrus industry Option Méditerranéenne." (2009): 107-110.

Chapitre I : Étude botanique sur l'espèce végétale

I.1. Généralité sur le bigaradier :

Citrus aurantium (le bigaradier, l'orange amer ou l'orange de Séville) est l'un des agrumes appartenant à la famille Rutacée, est connue pour son goût extrêmement amer et aigre. [1]

L'orange aigre (*Citrus aurantium* L.) est une espèce unique avec des applications dans les industries cosmétiques et pharmaceutiques.

Les oranges amers ne sont pas employées comme fruits comestibles, elles sont plutôt utilisées pour la fabrication de jus et des marmelades (confitures d'orange).

Les orangers aigres fleurissent généralement au milieu du printemps et, après un certain temps, les fleurs tombent. [2]



Figure I.1 : Photo du bigaradier (orange amer).

I.2. Description botanique :

I.2.1. Présentation de la famille des *Rutacées* :

Appartenant à l'ordre des *sapindales*, la famille des *Rutaceae* compte environ 900 espèces réparties en 150 genres. Les *Rutaceae* ont plus ou moins une distribution cosmopolite, mais sont concentrées sous les Tropiques et dans les régions tempérées de l'hémisphère sud, particulièrement en Australie et en Afrique du sud. D'un point de vue commercial, les agrumes sont cultivés dans les régions tropicales et tempérées chaudes à travers tout le globe,

notamment en région méditerranéenne, dans le sud des Etats Unis, en Afrique du sud et en Australie. Le Vietnam, le sud de la Chine et le Japon seraient la zone de diversification de *Citrus reticulata*. La diffusion des Rutaceae en particulier les Agrumes à travers le monde s'est fait très lentement. [3]

I.2.2. L'orange amer (*Citrus aurantium*) :

Le bigaradier est un arbrisseau épineux très décoratif de 4 à 5 m de hauteur, qui produit l'orange amer. Son tronc est ramifié et ses feuilles sont vertes brillantes. Ses fleurs blanches sont pourprées et odorantes. Le fruit, plus petit que l'orange, est ovoïde et jaune foncé. [4]



Figure I.2 : L'orange amer.

a) Le fruit :

Le fruit de l'orange amer est une baie globuleuse cloisonnée à peau chagrinée appelée hespéridé ou agrume. Elle peut également prendre le nom de bigaradier. Cette baie est rouge orangé à maturité, 7 à 8 cm de diamètre, fort aromatique de saveur amer et acide, ce qui la rend impropre à la consommation.

Le fruit est formé de trois parties constituant le péricarpe :

- Épicarpe = épiderme externe

Il est coriace et comporte de nombreuses poches sécrétrices schizolysigènes contenant l'huile essentielle.

Ces poches sont bien visibles à l'œil nu, colorées en jaune par des caroténoïdes. D'une taille variant de 0.4 à 0.6 mm, elles sont réparties de manière irrégulière.

- Mésocarpe = tissu médian

Il forme une couche spongieuse, blanche, mucilagineuse.

Il renferme de grandes schizolysigènes à essence. Il est constitué de cellules parenchymateuses polyédriques dans lesquelles sont présents des cristaux d'oxalate de calcium.

- Endocarpe = épiderme interne.

Il est formé par les carpelles (quartiers du fruit). Il constitue la pulpe du fruit par émission, lorsque le fruit est encore jeune, de poils intra carpellaires renflés, charnus, vésiculeux. [5] [6] [7] [8]

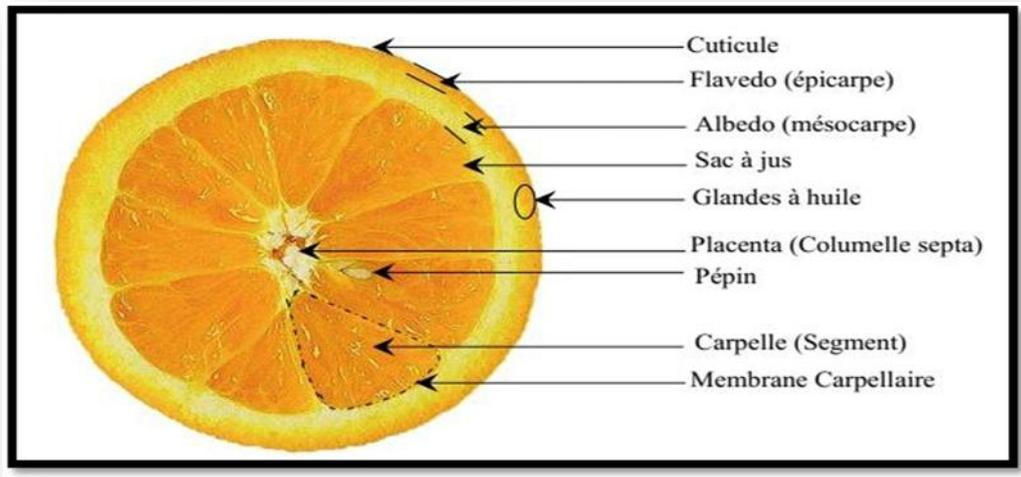


Figure I.3: Coupe transversale d'une orange. [9]

b) La fleur :

- Elles sont regroupées par glomérule de 2 ou 3 et prennent naissance à l'aisselle des feuilles ; elles sont dites axillaires.
- Elles s'épanouissent de la fin avril au début de juin.
- Elles sont de couleur blanche et exhalent un parfum aromatique, caractéristique de l'espèce. Après dessiccation, les fleurs deviennent jaunâtres et moins odorantes. La fleur peut atteindre 25 mm de long pour un diamètre maximal de 10 mm. Elle possède un pédoncule rigide de 5 à 10 mm de longueur. Ce dernier est surmonté d'un calice court et d'une corolle beaucoup plus haute. L'ensemble de ces deux pièces forme le périanthe de la fleur d'allure générale oblongue.
- On retrouve la fleur d'oranger dans de nombreux desserts comme le bibassier, les navettes ou encore la pompe à l'huile qui fait partie des treize desserts de Noël. [10]



Figure I.4: La fleur d'orange amer.

I.3. Morphologie :

Tous les fruits des agrumes ont la même structure. Seuls la dimension et la forme changent d'une espèce à une autre. Il s'agit d'un point de vue biologique d'une baie charnue. Le fruit est composé de deux parties: la peau également appelée péricarpe et la pulpe appelée aussi endocarpe. Le péricarpe est composé d'un épicarpe qui correspond au flavédo et d'un mésocarpe qui correspond à l'albédo. [11]

Le flavédo représente la partie externe colorée (vert, jaune, orange...) contenant les glandes à huiles essentielles. L'albédo quant-à-lui représente la partie interne de la peau composée de tissus spongieux de couleur blanchâtre. Au milieu de l'endocarpe se trouve l'axe central du fruit (columelle) qui est entouré par les segments. Ces derniers sont composés de vésicules à jus nommés aussi sacs à jus. [11, 12]

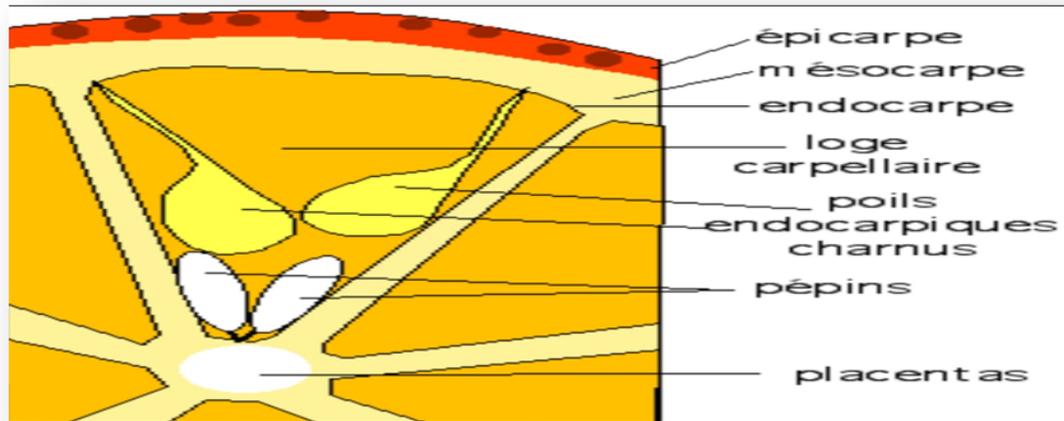


Figure I.5 : Caractéristiques morphologique d'orange amer. [13]

I.4. Classification botanique :

D'après la position systématique du bigaradier est comme suite :

Tableau I.1 : Position systématique du bigaradier. [14]

Règne	Végétal
Sous – règne	Cormophytes Rhizophytes
Embranchement	Spermaphytes
Sous – Embranchement	Angiospermes
Classe	Dicotylédones
Sous – classe	Rosidées anciennement Dialypétales
Série	Rosidées obdiplostémones à ovaire supère et disque nectarifère anciennement Disciflores
Ordre	Rutales anciennement Térébinthales d'après L. Emberger
Famille	Rutacées

Sous – Famille	Aurantioidees
Tribu	citreae
Sous – Tribu	Citrinae - agrumes
Genre	citrus
Espèce	Citrus aurantium L

I.5. Distribution géographique :

Aujourd'hui, l'oranger amer se cultive principalement dans les régions où le climat et le sol sont propices à son développement :

- ✓ L'Italie (plus précisément à l'extrémité méridionale de la péninsule : en Calabre dans la communauté autonome province de Région).
- ✓ La Sicile (provinces de Palerme, Messine, Syracuse).
- ✓ L'Espagne (plus particulièrement dans la d'Andalousie au sud du pays : les jardins de l'Alhambra par exemple).
- ✓ L'Afrique du Nord (le Maroc, autour de Meknès et Fès, la Tunisie et plus au sud-ouest, la Côte d'Ivoire).
- ✓ Le Proche Orient (plus précisément en Israël et au Liban).
- ✓ Le continent américain représenté par :
 - L'état de Californie aux Etats-Unis d'Amérique.
 - Le Brésil dans les terres sud-américaines.
 - Les Grandes Antilles avec la Jamaïque, Porto Rico et Haïti.
 - Le Paraguay où la production d'huile essentielle de petit grain (huile obtenue à partir des feuilles de l'oranger amer) est très importante mais de moins bonne qualité que d'autres pays producteurs car l'espèce utilisée est un hybride de l'oranger amer et de l'oranger doux.
- ✓ En France, l'oranger amer est également présent. Il se rencontre principalement :
 - Dans la région méditerranéenne :
 - En bordure de littoral depuis Menton jusqu'à Cannes en passant par Monaco, Nice, Antibes, Vallauris.

- Jusqu'à 350-400 mètres d'altitude au pied des contreforts alpins: Vence, Saint-Paul de Vence, Cagnes.
- Un peu plus à l'est, il est cultivé dans les régions d'Hyères, Toulon et Ollioules.
- Sur le littoral corse.
- Dans la région du Roussillon, de Perpignan jusqu'à Port Vendres. [15][16][17]

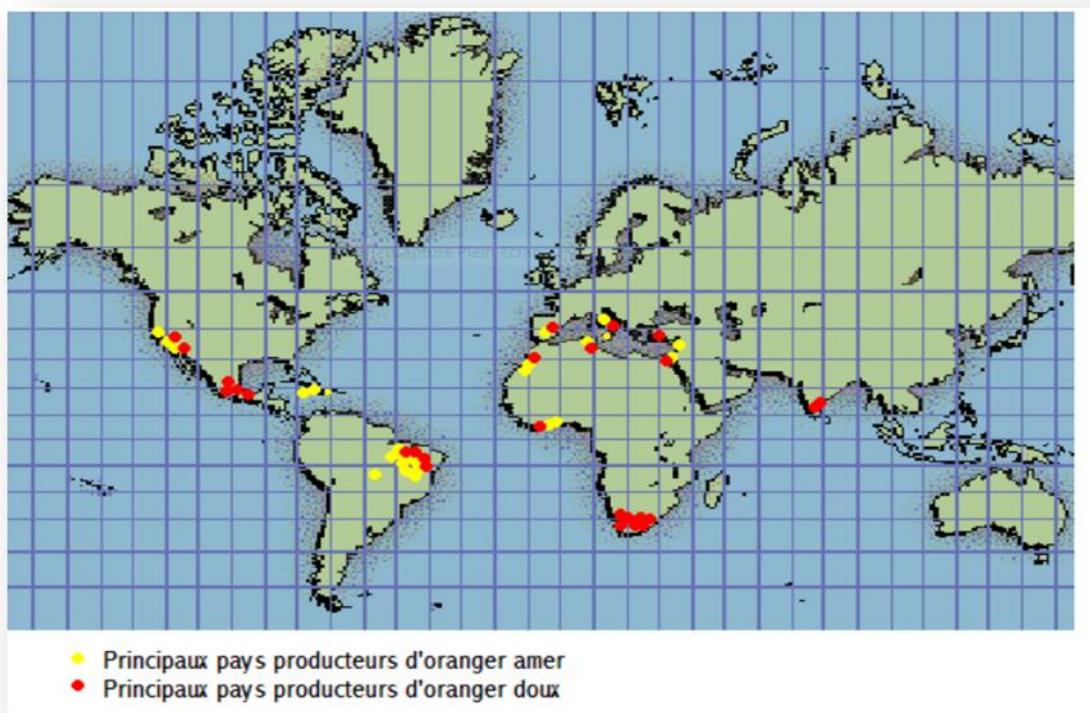


Figure I.6: Répartition géographique de l'oranger amer et l'oranger doux. [18]

I.6. Les domaines d'utilisations de l'orange amer:

I.6.1. Le domaine pharmaceutique :

L'oranger amer est inscrit dans la liste des 174 plantes pouvant bénéficier d'une autorisation de mise sur le marché «allégée» pour les médicaments à base de plantes [19]. Il fait partie des 34 plantes médicinales qui peuvent être vendues librement ailleurs qu'en pharmacie.

L'utilisation de l'oranger amer dans le domaine pharmaceutique se situe à plusieurs niveaux :

- Dans certaines préparations officinales (gérée employées de nos jours) en usages traditionnel,

- En allopathie avec la fabrication de spécialité pharmaceutique,
- En usage traditionnel également mais dans le domaine de la phytothérapie,
- Enfin en aromathérapie, discipline à part ou, pour certains, faisant partie de la phytothérapie.

I.6.2. Les domaines de la parfumerie et de la cosmétique :

Toutes les parties de l'orange aigre sont plus aromatiques que celles de l'orange douce.

L'huile de *Citrus aurantium* est indispensable dans une eau de Cologne luxueuse. Cette huile est utilisée dans le savon.

Notes hespéridé, fraîche, senteurs florale, citronnée, arômes suave, sucré, âpre, léger : la variété des odeurs offre ainsi un vaste choix aux parfumeurs. [20]

I.6.3. Le domaine agro-alimentaire :

De nos jours, les oranges sont disponibles dans les commerces toute l'année, même les fruits des variétés amers. Certaines oranges sont issues de l'agriculture biologique et sont vendues dans les magasins de produits naturels et dans la section produits biologiques des grandes épiceries. L'intérêt des fruits de *Citrus* dans l'alimentation réside dans leur saveur agréable, leur richesse en oses et en vitamines C et P. Ces agrumes sont consommés nature, sous forme de jus de fruits et de boissons rafraîchissantes et confiture. [21]

I.7. les propriétés biologiques de l'orange amer :

a) Activité veinotonique-vasculoprotectrice :

Cette action est due aux flavonoïdes présents dans les 3 orangers principaux de l'oranger amer: fleurs, feuilles, et surtout péricarpes des fruits. Ces flavonoïdes, appelés dans ce cas citro flavonoïdes sont principalement, comme nous l'avons déjà vu, des hétérosides de flavanones :

- Néohespéridine;
- Naringine;
- Hespéridine;
- Ériocitrine;
- Néoériocitrine.

Mais ces sont également des hétérosides de flavonols (rutine), des hétérosides de flavone (néodiosmine) et des composé flavonoïdiques polyméthoxylés (sinensétine, nobilétine, tangéretine).

Ces molécules sont capables de diminuer la perméabilité des capillaires et de renforcer leur résistance. Cette notion d'effet vasculoprotecteur est liée historiquement à l'observation que certaines manifestations de scorbut guéries par l'administration de citron ne le sont pas par l'administration de la seule vitamine C. l'hypothèse a donc été émise que l'acide ascorbique devait être associé à un facteur C2 ou P (facteur vitaminique P) pour pouvoir agir. Ce facteur P a été dans un premier temps identifié aux flavonoïdes.

Même si la FDA (Food and Drug Administration) ne reconnaît aucune activité à ces flavonoïdes, et si peu d'importance est accordée à leur valeur thérapeutique il est néanmoins important de signaler cette action veinotonique-vasculoprotectrice chez l'oranger amer de par la présence importante de flavonoïdes dans cette espèce végétale. [22]

b) Activité antimicrobienne :

Dès la naissance, l'homme se trouve en contact avec des micro-organismes qui vont progressivement coloniser son revêtement cutanéomuqueux. Pour résister à ces microorganismes, de nombreux moyens sont mis en jeu. On peut, schématiquement, en distinguer 3 groupes sont : les barrières anatomiques, les mécanismes de résistance naturelle (ou innés) et l'immunité acquise. [23]

Le traitement des infections bactériennes se base principalement sur l'usage des antibiotiques. La prescription à grande échelle et parfois inappropriée de ces agents peut entraîner la sélection de souches multi résistantes d'où l'importance d'orienter les recherches vers la découverte de nouvelles voies qui constituent une source d'inspiration de nouveaux médicaments sa base de plantes. [24]

Les poly phénols notamment les flavonoïdes et les tannins sont reconnus par leur toxicité vis-à-vis des microorganismes. Le mécanisme de toxicité peut être lié à l'inhibition des enzymes hydrolytiques (les protéases et les carbohydrolases) ou d'autres interactions pour inactiver les andésines microbiennes, les protéines de transport et d'enveloppe cellulaire. [25]

Cette activité s'exerce au niveau des fruits de l'oranger amer par l'intermédiaire de l'huile essentielle d'oranger amer que l'on trouve en grande quantité dans la flavédo des fruits. [25]

Références bibliographiques

- [1] Bocco, Alessandra, et al. "Antioxidant activity and phenolic composition of citrus peel and seed extracts." *Journal of agricultural and food chemistry* 46.6 (1998): 2123 - 2129 .
- [2] A zadi, B., Nichavar, B., Amin, G. Volatile constituent of the peel and leaf of *Citrus aurantium* L. cultivated in the north of Iran. *JPHS* 1 (3), (2012): 37 –41.
- Boussaada, O., Chemli, R. Chemical composition of essential oils from flowers, leaves and peel of *Citrus aurantium* L. var. amara from Tunisia. *JEOP* 9 (2), (2006): 133 –139
- [3] Mohamed amine BEDRANE, « les Agrumes ». 15 janvier 2020, <https://agronomie.info/fr/les - agrumes/>
- [4] Hadrich, B., et al. "Etude de séchage des feuilles de bigaradier." *Revue des énergies renouvelables* , (2009): 145 - 149.
- [5] Giraud,N,"l'oranger doux, l'oranger amer".thèse d'exercice en pharmacie. Clermont-ferrand université de clermontferrand,(1993):77p.
- [6] Guignard J L,"Botanique (11émeedition révisée),collection abrégés de pharmacie"paris:Masson (1998):278p.
- [7] La Berche J.C."biologie végétale,(collection abrégés de sciences)",Paris:dunad(1999):240p.
- [8] pharmacopée française 8émeedition, 9émeedition,10émeédition.Moulin, les Metz:Maisonneuve éditeur
- [9] Hendrix, C. M., and J. B. Redd."Chemistry and technology of citrus juices and by-products." *Production and packaging of non-carbonated fruit juices and fruit beverages*.Springer, Boston, MA, (1995):53-87.
- [10] Ansel J.L ." les arbres à parfums " . paris : édition Eyrolles,(2001) :147p.
- [11] Ladanyia.Division of Fruits and Horticultural Technology, Indian AgriculturalResearch Institute, New Delhi,(2008) :110 012 India.
- [12] Salunkhe et Kadam, Spiegel-Roy et Goldschmidt.Biology of citrus /PinhasSpiegel-Roy, Eliezer E. Goldschmidt.,Spiegel-Roy, Pinchas.Cambridge; (1995-1996) . New York Cambridge University Press.

- [13] Duan L., Guo L., Liu K., Li E.H. & Li P. Characterization and classification of seven citrus herbs by liquid chromatography- quadrupole time-of- flight mass spectrometry and genetic algorithm optimized support vector machines . J chromatogr A .(2014):1339 : 27-118
- [14] Guignard J.L. "Botanique. – (11^{ème} édition révisée). paris : Masson, (1998) : 278p. (collection abrégés de pharmacie).
- [15] De Ravel d'Esclapon G. "les légumes et les fruits exotiques : comment les planter, les cultiver, les soigner". Paris : Solar, (1990) : 151p.
- [16] Giraud N. "L'oranger doux, l'oranger amer". Thèse d'exercice en pharmacie. Clermont-Ferrand : Université de Clermont-Ferrand, (1993) : 77p.
- [17] Gontier J. " L'oranger ". Arles : Actes Sud, (2000) : 89p. (collection le nom de l'arbre).
- [18] Encyclopédie Encarta, 2006
- [19] Giraud, N, "l'oranger doux, l'oranger amer". thèse d'exercice en pharmacie. Clermont-ferrand université de clermontferrand, (1993): 77p.
- [20] ISSABELLE CERDAGNIE, "l'oranger amer: citrus aurantium", these pour le diplôme de titulaire de docteur en pharmacie, UNIVERSITE DE LIMOGE (2003-2004).
- [21] GONTIER J, "L'oranger, Ar les: actes sud", (2000): 89p
- [22] Bruneton, J. "Pharmacognosie et phytochimie des plantes médicinales, 3^{ème} édition, lavoisier." (1999).
- [23] Hess, J., and S. H. E. Kaufmann. "Principles of cell-mediated immunity underlying vaccination strategies against intracellular pathogens." Host Response to Intracellular Pathogens (Kaufmann, SHE, Ed.), (1997): 75-94.
- [24] BILLING J. ET SHERMAN, "antimicrobial functions of spices: why some like it hot. The Quarterly review of biology, 73(1)", (1998): 3-49.
- [25] COWAN M.M. "Plant products as antimicrobial agents. Chemical microbiology reviews, 12(4)", (1999): 564-582.

Chapitre II : Les huiles essentielles

II. Historique :

Les huiles essentielles ont, à toutes époques, occupées une place importante dans la vie quotidienne de l'homme dont il se servait pour se parfumer, aromatiser sa nourriture ou même se soigner. La connaissance des huiles essentielles remonte à fort longtemps puisque l'homme préhistorique pratiquait déjà, à sa manière, l'extraction des principes odorants des plantes. Il plongeait, dans un récipient rempli d'eau, des plantes odorantes et des pierres brûlantes. La vapeur dégagée entraînait les molécules volatiles, puis le tout était recueilli à l'aide d'une peau d'animal dont l'essorage donnait quelques gouttes d'huile essentielle. [1]

Au fil des siècles, l'extraction et l'usage des principes odorants des plantes se sont développés, notamment par les civilisations arabe et égyptienne, qui leurs attribuaient avant tout un usage religieux [2]. Puis progressivement, ces huiles essentielles se font connaître pour leurs vertus thérapeutiques et deviennent alors des remèdes courants de médecine traditionnelle [3]. De nos jours, la médecine moderne utilise les vertus thérapeutiques des huiles essentielles et de leurs constituants. En effet, de nombreux composés volatils sont aujourd'hui des ingrédients courants des préparations pharmaceutiques. [4]

II.1. Définition des huiles essentielles :

Plusieurs définitions disponibles d'une huile essentielle convergent sur le fait que les huiles essentielles, communément appelées " essences ", sont des produits de composition généralement assez complexe, renfermant les principes odorants volatils contenus dans les végétaux. Elles diffèrent des huiles fixes (huile d'olive,...) et des graisses végétales par leur caractère volatil ainsi que leur composition chimique.

L'AFNOR (Association française de la normalisation) définit l'huile essentielle comme : « Produit obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur d'eau soit par des procédés mécaniques, l'huile est ensuite séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques ». [5, 6]

II.2. Propriété des huiles essentielles :

Les huiles essentielles sont des composés volatiles, liquides à température ambiante, limpides et rarement colorées, elles sont douées d'un pouvoir rotatoire puisqu'elles sont formées principalement de composés asymétriques, elles sont peu miscibles à l'eau. Elles sont généralement assez solubles dans les solvants organiques (éther, alcools, hexane, pentane,...) très légèrement dans l'eau. Elles sont dissolvant les graisses, l'iode, le soufre, le phosphore et réduisent certains sels. [7, 8]

Leur densité est en grande majorité inférieure à celle de l'eau. Pour autant quelques HE font exception cette règle. C'est le cas du saffran, du girofle et de la cannelle. Elles sont incolores ou faiblement colorées en jaune pâle. Mais, il existe des colorées: cannelle (orange) absinthe (vert) et camomille (bleu). [9, 10]

Elles sont huileuses, mais non grasses et s'évaporent facilement. Chaque HE est unique et se caractérise par une odeur, une couleur, une viscosité et des propriétés spécifiques. Elles ont un indice de réfraction élevé et la plupart dévient la lumière polarisée. On leur attribue différentes indices chimiques (indice d'acide, d'ester, de carbonyle,...). [10, 11]

II.3. Localisation des huiles essentielles :

Les huiles essentielles sont produites dans le protoplasme cellulaire des plantes aromatiques et représentent les produits du métabolisme secondaire [12]. La synthèse et l'accumulation de ces métabolites dans les organes sont associées à la présence de structures histologiques spécialisées: cellules sécrétrices. Les cellules sécrétrices sont rarement isolées, mais le plus souvent regroupées dans des poches (Myrtaceae, Rutaceae) dans des canaux sécréteurs (Apiaceae, Compositae) ou dans des poils sécréteurs (Lamiacées). Ces cellules sont le plus souvent à la périphérie des organes extérieurs de la plante. [13]

La partie de la plante utilisée pour obtenir l'huile essentielle doit être précisée, soit pour des questions de rendement (par exemple: la fleur de lavande contient beaucoup plus d'huile essentielle que la tige), soit parce que la composition chimique de la partie considérée conduira à une application spécifique très intéressante (c'est le cas d'orange amer

(*Citrus aurantium*, *Rutaceae*): l'épicarpe frais du fruit fournit l'essence de Curaçao utilisée pour confectionner des cocktails, les fleurs fournissent l'huile de Néroli (eau de fleur d'oranger amer), les feuilles et les petits rameaux fournissent l'essence de petit grain de bigaradier).

Sur le plan quantitatif, les teneurs en huiles essentielles des plantes pouvant les contenir sont très faible, souvent inférieur à 1%. Des teneurs fortes comme celle du bouton florale du giroflier (15%) sont rares et exceptionnelles. [12, 13]

II.4. Répartition des huiles essentielles :

Les huiles essentielles se rencontrent dans tout le règne végétal. Cependant, elles sont particulièrement abondantes chez certaines familles [14] telles que: les Conifères, les Rutacées, les Ombellifères, les Myrtacées, les Lamiacées, les Poacées.

Elles sont présentes dans différents organes végétaux producteurs, variant en fonction de la zone productrice du végétal [15, 16] : les sommités fleuries (ex: lavande, menthe...), dans les racines ou rhizomes (ex: vétiver, gingembre), dans les écorces (ex: cannelles), le bois(ex: camphrier), les fruits (ex: citron), les graines (ex: Muscade)et sont contenues dans des structures spécialisées à savoir: les poils ,les canaux sécréteurs et les poches. [17]

II.5.Composition chimique :

La composition chimique des essences est complexe et peut varier selon l'organe, les facteurs climatiques, la nature du sol, les pratiques culturales et le mode d'extraction [7].

Selon Brunet on, les huiles essentielles sont des mélanges complexes et variables, des constituants qui appartiennent de façon quasi-exclusive à deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques distinctes: [18, 19]

- ❖ Composés terpéniques;
- ❖ Composés aromatiques;
- ❖ Les composés d'origine diverses.

II.5.1. Les Terpénoïdes : $(C_5H_8)_n$:

Les terpènes sont constitués d'un mélange d'hydrocarbures et de composés oxygénés dérivés de ces hydrocarbures. Dans certaines huiles essentielles, les hydrocarbures prédominent (ex: l'essence de Térébenthine) dans d'autres, la majeure partie de l'essence est

constituée de composés oxygénés. Il est à noter que l'odeur et le goût des huiles essentielles sont donnés par ces composés oxygénés. Parmi ces composés oxygénés, on note d'alcools (géraniol, linalol), d'esters (acétate de linalyle), d'aldéhydes (menthone, camphre, thuyone), les cétones, les éthers, les phénols et les peroxydes [20, 21].

Les huiles essentielles sont constituées des terpènes les plus volatils : [19]

- Monoterpènes à C₁₀ : ils peuvent être acycliques, monocycliques ou bicycliques. Ils constituent + 90% des HE, Plusieurs variations structurales existent telle que: alcools, aldéhydes, cétones, phénols...
- Sesquiterpènes à C₁₅ : Les plus répons sont les carbures, les alcools et les cétones.

II.5.2. Les composés aromatiques :

Ils sont beaucoup moins fréquents que les terpénoïdes, ils sont classés selon la nature des fonctions qu'ils portent (acides, aldéhydes, phénols...).

La plus part des constituants sont d'origine terpénique ; seul un petit nombre HE sont constituées majoritairement de composés aromatiques (HE de cannelle et de girofle).

Parmi les constituants très nombreux des huiles essentielles l'un domine généralement: HE de badiane et d'anis renferment 95% d'anéthol. [19]

II.5.3. Les composés d'origine diverses : [22, 23]

Selon le mode de récupération utilisé, les huiles essentielles peuvent renfermer divers composés aliphatiques, généralement de faible masse moléculaire entraînable lors de l'hydrodistillation, on peut citer:

- Les carbures linéaires et ramifiés, saturés ou non;
- Les acides de C₃ à C₁₀: ce sont les composés les plus anti-inflammatoires du règne végétales; ils sont hypothermisants, hypotenseurs;
- Les alcools;
- Les aldéhydes;
- Les esters acycliques;
- Les lactones: elles agissent avec effet hypo-termisants, et ont une action fongicide plus puissante que celle des cétones;

Dans les concrètes, il n'est pas rare de trouver des produits de masse moléculaire plus importante, non entraînés à la vapeur d'eau, tels que:

- Les homologues des phényles propanes;
- Les diterpènes;
- Les coumarines: neuro-sédatives, anticoagulantes.

II.6. Technique d'extraction des huiles essentielles :

Le choix d'une technique d'extraction doit être adapté aux composés spécifiquement recherchés; en principe cela ne dépend pas du type d'organe utilisé: feuille, fleur, bois, graine ou fruit, racine ou rhizome, à l'état frais ou à l'état sec, car ils peuvent être traités par différents mode d'extraction tels que distillation, expression, enfleurage ou incision ou plus récentes: extraction sous irradiation micro-ondes ou par ultra-sons.

La méthode dépend du type de produit souhaité, ou de la nature chimique des molécules recherchées.

La distillation reste la méthode la plus prisée du fait qu'elle est facile à mettre en œuvre. **La figure II.1** regroupe les différentes voies d'extraction des huiles essentielles. [24]

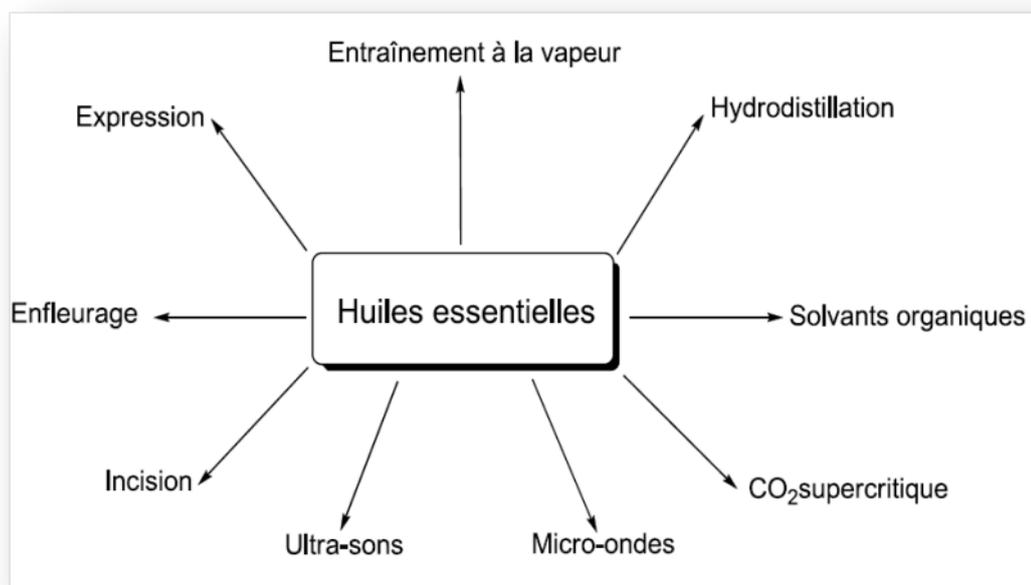


Figure II.1: Modes d'extraction des huiles essentielles. [25]

II.6.1. Hydrodistillation (Distillation simple) :

Le matériel végétal est en contact direct avec l'eau. L'hydrodistillation consiste à immerger directement le matériel végétal à traiter (intact ou éventuellement broyé) dans un alambic rempli d'eau qui est ensuite porté à ébullition. Les vapeurs hétérogènes sont condensées sur une surface froide et l'huile essentielle se sépare par différence de densité [26]. Cette méthode est généralement indiquée pour les huiles essentielles dont les constituants chimiques sont thermorésistants. Cependant, l'inconvénient majeur de cette méthode est la non maîtrise de la température du récipient contenant le mélange (eau + organes végétaux) et la modification de la couleur, de l'odeur et de la composition de l'huile essentielle au cours de la distillation. [27] (**Figure II.2**)

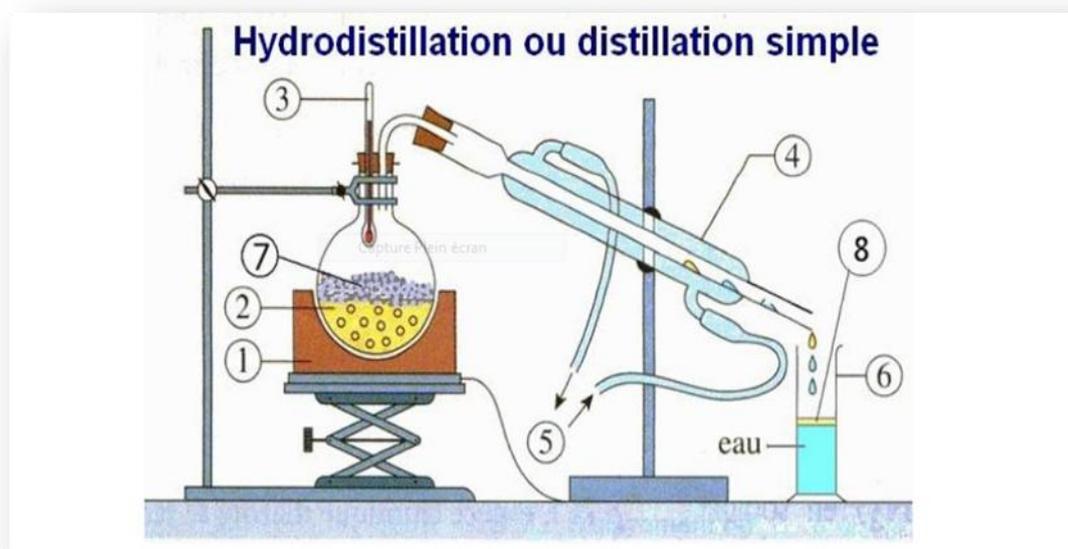


Figure II.2 : L'hydrodistillation [28]

- 1: Chauffe-ballon, 2: Eau bouillante, 3: Thermomètre, 4: Réfrigérant a eau
5: Arrivée d'eau froide et Sortie d'eau tiédie,
6: Essencier, 7: Végétal, 8: Huile Essentielle.

II. 6.2. Hydrodistillation type Clevenger :

Hydrodistillation est une méthode décrite par la pharmacopée européenne pour huile volatile extraction. L'équipement utilisé pour hydrodistillation est le Clevenger appareil [29]. L'appareil de Clevenger contient un ballon attaché à un tube long et à la fin il y a une colonne de condensation pour condenser les vapeurs. Tout cela ressemble à un appareil de distillation simple, diffère en ce que le dispositif contient une vanne pour vider le contenu de l'ampoule

Idéalement, il y'a un tube attaché de l'ampoule et un long tube attaché au ballon. Le procédé nécessite une grande quantité de matériaux et a une consommation d'énergie élevée. (**Figure II.3**)

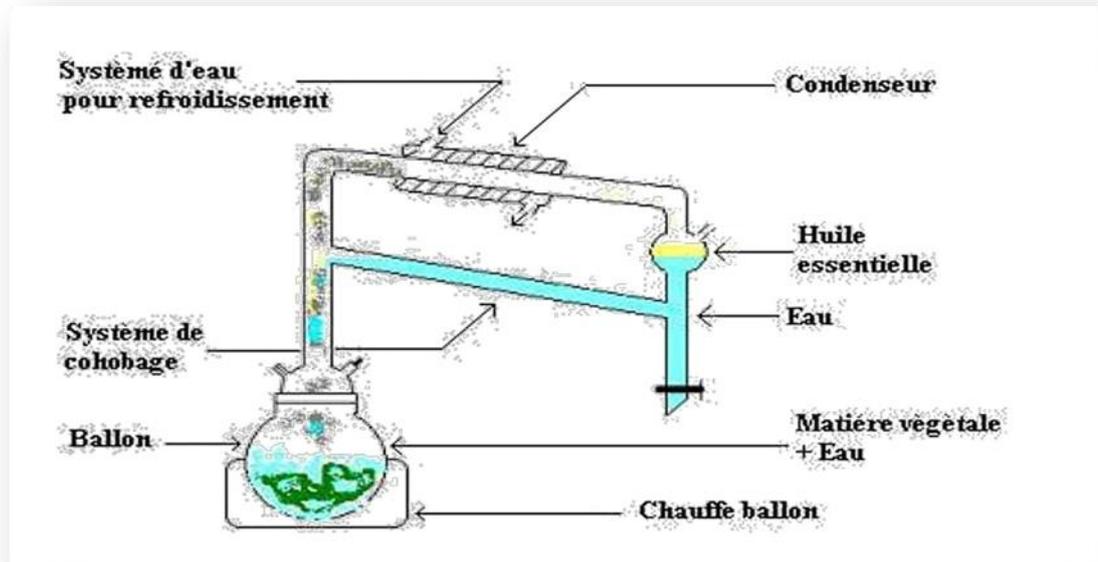


Figure II.3 : Appareillage utilisé pour l'hydrodistillation de l'huile [30].

II.6.3. La distillation à la vapeur saturée :

Dans ce cas le matériel n'est pas en contact avec l'eau: la vapeur d'eau est injectée à travers la masse végétal disposée sur des plaques perforée en dessus de la base de l'alambic, les constituants volatils peu solubles dans l'eau sont entraînés et après condensation, séparés du distillat par décantation. Celle-ci s'effectue dans un récipient spécial. [31, 32]

II.6.4. Extraction par les solvants organiques :

Cette méthode est utilisée pour les organes végétaux présentant une concentration en essence relativement faible ou pour les essences que l'on ne peut extraire par distillation. Etant de nature huileuse, les essences sont solubles dans les solvants organiques. Un épuisement des plantes est effectué à l'aide d'un solvant volatil dont l'évaporation laisse un résidu cireux, très coloré et très aromatique appelé «concrète». Le traitement de cette concrète par l'alcool absolu conduit à «l'absolue» [33, 34]. On utilise comme solvant organique volatil l'hexane, qui est le plus utilisé actuellement; le benzène

très utilisé dans le passé mais interdit pour des raisons de toxicité; le propane; le toluène, etc [35] [36]. L'extraction s'effectue en plusieurs étapes, on lave la matière avec le solvant deux à trois fois. Il semble que la presque totalité des produits odorants passe en solution dès la première extraction. Mais, étant donné que la matière traitée retient une forte proportion de la solution, il est nécessaire de pratiquer des dilutions successives avec de nouvelles charges de solvant (lavages). La matière épuisée retient une proportion importante de solvant. Il faut donc concentrer la solution en évaporant le solvant qui est recyclé pour d'autres lavages. La récupération du solvant atteint couramment 94% à 96% de la quantité retenue [37]. De ce fait une proportion résiduelle de solvants reste dans les concrètes d'où un risque de toxicité non négligeable [38]. Pour cette raison, cette technique est limitée à l'industrie des parfums.

II.6.5.Extraction au gaz CO₂ supercritique :

La masse végétale et le CO₂ sont soumis à une condition au-delà du point critique: T°=31.1°C et P > 73.8 bars. A cette condition le dioxyde de carbone atteint un état supercritique intermédiaire entre l'état gazeux et l'état liquide. [39]

Cette propriété confère au CO₂ un bon pouvoir extracteur ainsi qu'une facilité de modulation en jouant sur les conditions de température et de pression. [40]

Le CO₂ supercritique est un solvant idéal puisqu'il présente d'incontournables atouts: il est naturel, inerte chimiquement, ininflammable, non toxique, sélectif, aisément disponible et peu coûteux. De plus il s'élimine facilement de l'extrait sans laisser de résidus, ce qui donne une qualité irréprochable de l'extrait. [41]

Le principal point faible de cette méthode est le coût élevé de son installation.[42] (**Figure II.4**)

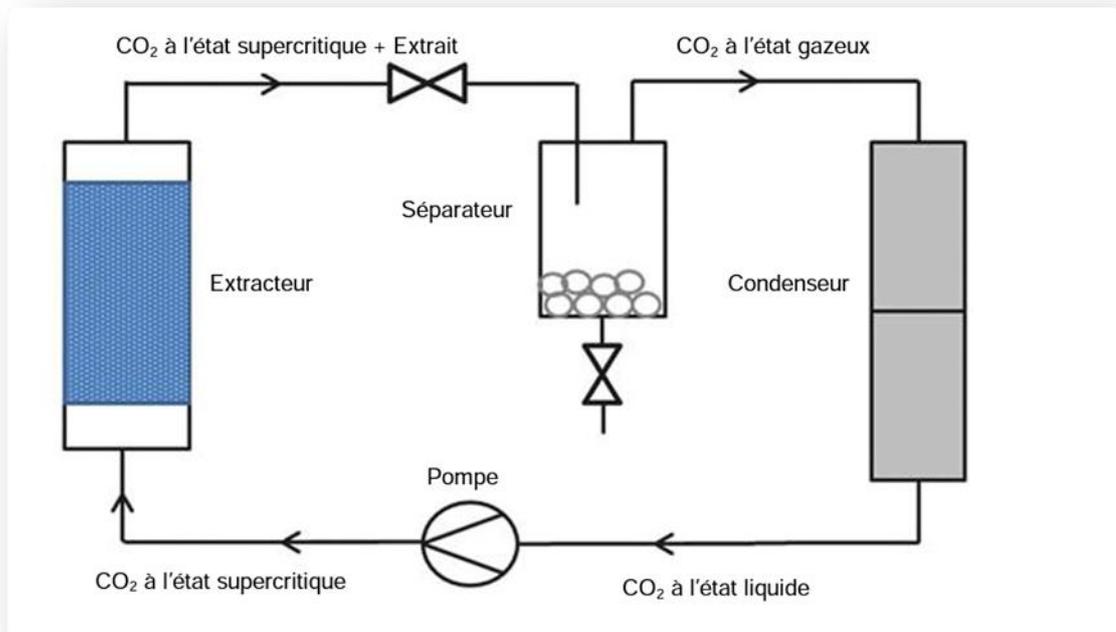


Figure II.4 : Schéma du procédé de l'extraction par CO₂ supercritique. [43]

II.6.6.Extraction par micro-ondes :

L'extraction par micro-ondes consiste à chauffer l'extractant (eau ou solvant organique) mis en contact avec la plante sous l'énergie micro-ondes ce qui permet un chauffage homogène. Ce nouveau procédé d'extraction permet des gains de temps et d'énergie considérables. [44] (**Figure II.5**)

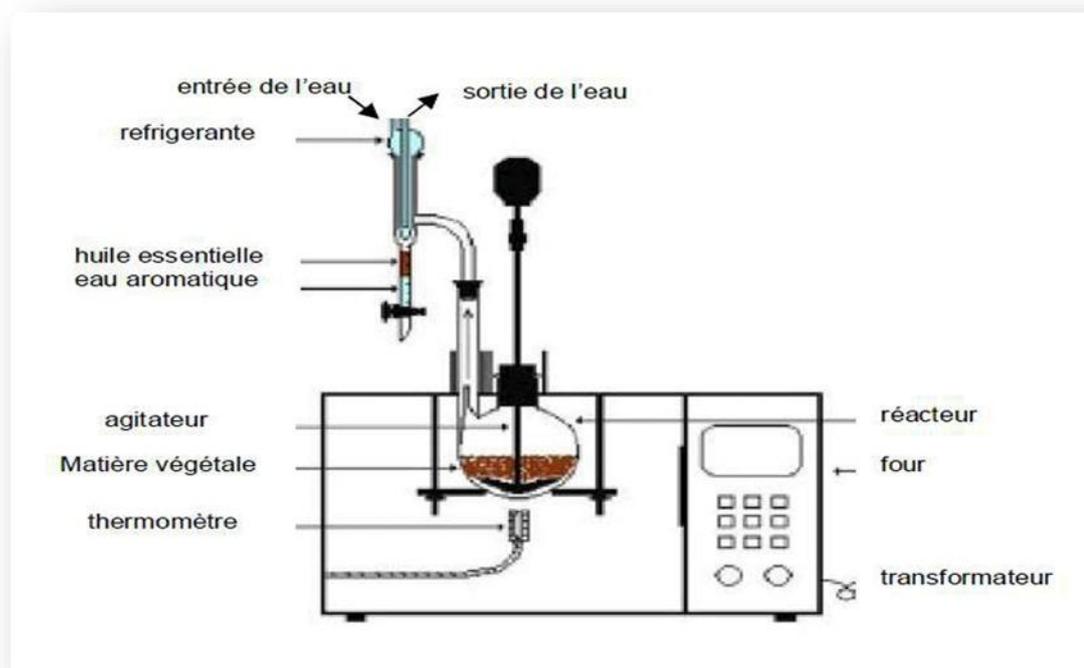


Figure II.5 : Principe schématisé de l'appareillage d'hydrodistillation sous micro-ondes. [45]

II.6.7.Extraction par ultrasons :

Le matériel végétal mis en contact avec le solvant (eau ou solvant organique) est immergé dans un bain à sonication maintenu à une agitation constante. [46]

II.6.8.Extraction par incision :

Ce procédé est utilisé très rarement. il suffit de fendre l'écorce des arbres pour en recueillir le suc comme par exemple le caoutchouc de l'arbre hévéa. [47]

II.6.9.Extraction en enfleurage :

L'enfleurage est une technique qui date de l'Antiquité égyptienne. Elle consiste à déposer des plantes en particulier les organes fragiles (fleurs d'oranger, pétales de rose) sur une couche de graisse animale qui se sature en essence. On épuise ensuite le corps gras par l'alcool qui récupère les senteurs et qui sera ensuite évaporé sous vide [33, 48]. Cette technique est actuellement abandonnée au profit de l'extraction par les solvants en raison de son faible rendement et de l'importante main d'œuvre qu'elle nécessite. [49]

II.6.10.Extraction par expression :

L'expression ou pression à froid est spécifique à l'extraction des huiles essentielles des agrumes: citrons, oranges, mandarines, etc...C'est une méthode assez simple qui consiste à briser mécaniquement par abrasion les poches à essence localisées au niveau de l'écorce ou du péricarpe du fruit pour en recueillir le contenu. [50]

II.7. Activité biologique des huiles essentielles :

II.7.1.Activité antioxydante :

Les antioxydants sont des substances capables de protéger l'organisme contre les effets du stress oxydatif. [51]

On distingue trois types d'antioxydants : les antioxydants enzymatiques, les enzymes de réparation, et les antioxydants non enzymatiques. Les substances naturelles dont les huiles essentielles sont classées entant qu'antioxydants non enzymatiques.

L'activité antioxydante peut être primaire ou préventive (indirecte), cette dernière est capable de retarder l'oxydation par des mécanismes indirects tels que la réduction d'oxygène. [52]

Par contre, les antioxydants à action directe sont capables de donner des électrons à l'oxygène radicalaire afin qu'ils puissent le piéger, empêchant ainsi la destruction des structures biologiques. Ils peuvent agir comme agents réducteurs. [53]

Quelques travaux ont rapporté que certaines huiles essentielles sont plus efficaces que les antioxydants synthétiques. [54]

II.7.2.Les radicaux libres :

Un radical libre est une espèce chimique, atome ou molécule, contenant un électron non apparié. Extrêmement instable, donc très réactifs et, par conséquent, leur durée de vie est généralement très courte, de l'ordre de 10^{-4} secondes, ce composé peut réagir avec les molécules les plus stables pour apparier son électron.[55, 56]

L'oxygène (O_2) est une molécule biradicalaire formée de deux atomes présentant sur leurs orbitaux externes deux électrons non appariés. Il est donc susceptible de capter

facilement 1 puis 2 électrons pour être partiellement réduit en anion super oxyde ($O_2^{\circ-}$), puis en peroxyde d'hydrogène (H_2O_2). Il est ainsi à l'origine de la formation d'espèces réactives oxygénées. [57, 58]

Cette appellation « dérivés réactifs de l'oxygène » n'est pas restrictive, elle inclut les espèces réactives de l'oxygène (ERO), proprement dit, mais aussi certains dérivés non radicalaires dont la toxicité est importante tel que le (H_2O_2), et les espèces réactives de l'azote (ERN) à savoir le peroxyde d'azote ($ONOO^{\cdot-}$). [59, 60]

II.7.3. Activité antibactérienne :

C'est l'activité la mieux étudiée par les scientifiques, même s'il est difficile de comparer les résultats publiés du fait de la grande variabilité des HE (Les chémotypes) et de l'absence de protocole de normalisation pour l'évaluation in vitro de leur pouvoir bactéricide.

Pour évaluer le pouvoir anti-infectieux d'une HE, on procède à un aromatochrome. Cet examen a été créé en 1971 par le Docteur Girault en reprenant le principe de l'antibiogramme.

C'est un moyen de mesurer in vitro le pouvoir antibactérien des HE. [61]

L'activité antimicrobienne des huiles essentielles est principalement fonction de leur composition chimique, en particulier de leurs composés volatils majeurs.

II.7.4. Activité antifongique :

Les infections fongiques sont très fréquentes dans notre société. Cette extension est largement favorisée par la prescription de manière abusive des antibiotiques, issus en premier lieu de champignons microscopiques. Les groupes de molécules aromatiques citées comme antibactériens sont également actifs sur les champignons. [61]

Références bibliographiques

- [1] Robert G. Les Sens du Parfum. Osman Eroylls Multimedia. Paris, (2000) : 224 p.
- [2] Sell C. The Chemistry of Fragrance. From Perfumer to Consumer. 2nd edition. The Royal Society of Chemistry. Cambridge, (2006): 329p.
- [3] Buchbauer G., Jäger W., Jirovetz L., Ilmberger J., Dietrich H. Therapeutic properties of essential oils and fragrances. In: Bioactive Volatile Compounds from Plants, (R Teramishu, R G Buttery and H Sugisawa, eds). ACS Symposium Series 525 Washington DC: American Chemical Society, (1993): 159-165.
- [4] Pauli, A. Antimicrobial properties of essential oil constituents . Int J. Aromather, (2001):11, 126-133.
- [5] AFNOR . Recueil de normes : les huiles essentielles. Tome 1. Echantillonnage et méthodes d'analyse. AFNOR, Paris, (2000) :440 p.
- [6] AFNOR . Recueil des Normes Françaises « huiles essentielles », AFNOR. Paris, (1986) :57 p.
- [7] AFNOR, "association française de normalisation française : huile essentielle, Ed, Afnor", Paris, (2000).
- [8] Pierron, Charles. "Les huiles essentielles et leurs expérimentations dans les services hospitaliers de France: exemples d'applications en gériatrie-gérontologie et soins palliatifs." (2014).
- [9] BRUNETON, Jean. " Pharmacognosie-Phytochimie, plantes médicinales, Ed: Lavoisier Tec & Doc, 5^{ème} Edition" ,(2016).
- [10] SEDDIK Miloud, analyse physico-chimique et spectroscopie de l'huile essentielle d'*Ammoides Verticillata* de la région d'Adrar. étude de son activité biologique et anti-oxydante. Mémoire présenté à l'université d'Oranes-Sania, faculté des sciences, (2010).
- [11] Recommandations relatives aux critères de qualité des huiles essentielles-ANSM- [Internet]. [cité 2 oct 2017]. Disponible sur:
http://ansm.sante.fr/var/ansm_site/storage/original/application/657257784ff10b16654e1ac94b60e3fb.pdf.

- [12] Dorosso Sonate J. Composition chimique des huiles essentielles extraites de plantes aromatiques de la zone soudanienne du Burkina Faso: valorisation. Université Ouagadougou,2002.
- [13] Kaloustian J, Hadji-Minaglo F. La connaissance des huiles essentielles: qualilogie et aromathérapie. Paris. Edition Springer,2012.
- [14] Mann J. Secondary metabolism. Second edition, Clarendon press, Oxford, (1987):p.374.
- [15] Lamendin H. Huiles essentielles en diffusion atmosphérique. Chir. Dent. Fr (2004): 1185: 78-80.
- [16] Rafi A., Tasneem U S., Ashfaq A. The essential oils. Hamdard Medicus, (1995); XXXV(1): 108.
- [17] Couic-Marinier F., Lobstein A. Les huiles essentielles gagnent du terrain à l'officine. Actualités pharmaceutiques ,(2013); 52 (525): 18-21.
- [18] BRUNETON, Jean. "Pharmacognosie : photochimie plantes médicinales, Ed : Lavoisier, Ed : Lavoisier, 2^{ème}Edition", (1993):42-387.
- [19] Couic-Marinier, F. "Huiles essentielles : l'essentiel. Conseils pratiques en aromathérapie pour toute la famille au quotidien." (2013).
- [20] Dr Sahraoui, " UN 1901. Laboratoire de pharmacognosie", (2014-2015) :1-3.
- [21] , Michel, Monique Hurabielle, and René-Raymond Paris."Abrégé de matière médicale: Monographies (2. partie): plantes actives sur le système nerveux, sur l'appareil digestif, plantes cardiotoniques, plantes antiparasitaires, plantes insecticides, antibiotiques et anti tumoraux d'origine végétale. Masson", Paris (1981).
- [22] Svoboda, Katya P., and Janice B. Hampson. "Bioactivity of essential oils of selected temperate aromatic plants: antibacterial, antioxidant, anti-inflammatory and other related pharmacological activities."Plant Biology Department, SAC Auchincruive, Ayr, Scotland,UK., KA6 5HW16 (1999): 1-7.
- [23] Chanchal Cabrera, "Clinical aromatherapy : The medicinal value of volatile oils,MNIMH, AHG", (2001):1-18.

- [24] Glidewell, Christopher. "Monoterpenes: An easily accessible but neglected class of natural products." *Journal of Chemical Education* 68.3 (1991): 267.
- [25] Ouis, Naouel. "Etude chimique et biologique des huiles essentielles de coriandre, des fenouils et de persil". Diss. Thèse de doctorat, Université Ahmed Ben Bella-Oran, Alger, (2015).
- [26] Bruneton J. Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. (1999), 3^{ème} édition, Ed. TEC et DOC, Paris.
- [27] Chalchat J.K., Carry L. P., Menut C., Lamaty G., Malhuret R. and Chopineau J. Correlation between chemical composition and antimicrobial activity. VI. Activity of some African essential oils. *J. Essent. Oil Res*, (1997); 9: 67-75.
- [28] Jouault, Solène. "La qualité des huiles essentielles et son influence sur leur efficacité et sur leur toxicité". Diss. Université de Lorraine, (2012).
- [29] Abdellatif F, Hassani A. Chemical composition of the essential oils from leaves of *Melissa officinalis* extracted by hydrodistillation, steam distillation, organic solvent and microwave hydrodistillation. *Journal of Materials and Environmental Science*. (2015); 6(1):207-213.
- [30] Hernandez Ochoa L-R. Substitution de solvants et matières actives de synthèse par une combine « solvant/actif » d'origine végétale. Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse, (2005).
- [31] Brunton, J. Pharmacognosie phytochimie plante médicinales. 3^{ème} édition, Tec & Doc et EM inter, (1999) :1120.
- [32] Paris M, et al *Abrégé de matière médicale, pharmacognosie*. Tome I, Masson, Paris, (1981) :339.
- [33] Belaiche P. *Traité de phytothérapie et d'aromathérapie. L'aromatogramme Tome I*, Edition Maloine (1979).
- [34] Duraffourd C., D'Hervicourt L. et Lapraz J. C. *Cahiers de phytothérapie clinique*. 1. Examens de laboratoires galénique. *Eléments thérapeutiques synergiques*. 2^{ème} éd. Masson, Paris, (1990).

- [35] Peron L., Richard H. Epices et aromates, techniques et documentations Lavoisier, (1992).
- [36] Stagliano M. Actifs et additifs en cosmétologie, techniques et documentations Lavoisier ,(1992).
- [37] Georges Sens-Olive, «Les huiles essentielles-généralités et définitions», dans Traité de phytothérapie et d'aromathérapie, éd. Maloine, (1979).
- [38] Bruneton J. Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. 3^{ème} édition, Ed. TEC et DOC, Paris,(1999).
- [39] HUETE A. Huiles essentielles pour tous les jours. Editions Artémis, (2012) : 223p.
- [40] PIOCHON M. Etude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore laurentienne: composition chimique, activités pharmacologiques et hémi synthèse, (2008).
- [41] BRUNETON J. Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. 3^{ème} édition, Ed. TEC et DOC, Paris, (1999).
- [42] PELERIN P. Supercritical fluid extraction of natural saw materials for the flavor and perfume industry. *Perfum. Flavor* 16(4) (1991): 37-39.
- [43] Meullemiestre, A.; Breil, C.; Abert-Vian, M.; Chemat, F.«Modern Techniques and solvents for the Extraction of Microbial Oils», *Springer Briefs in Green Chemistry forSustainability*, (2015):p. 52.
- [44] Ericsson, M. et Colmsjö, A. *Journal of chromatography A*, (2000),877, 141; b) Pourmortazavi, S. M.; Hajimirsadeghi, S.S. *Journal of Chromatography A*(2007),1163, 2-24.
- [45] Lagunez-Rivera L. Etude de l'extraction de métabolites secondaires de différentes matières végétales en réacteur chauffe par induction thermomagnétique directe. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, (2006).
- [46] Kimbaris, A.C.; Siatis, N.G.; Daferera, D.J.; Tarantilis, P.A.; Pappas, C.S.; Polissiou, M.G.*Ultrasonics Sonochemistry*, (2006),13, 54-60.
- [47] Vinatoru Mircea,Toma Maricela.et al,"ultrasonics Sono chemistry",177,4,135.

- [48] France-Ida J. Bref survol de diverses méthodes d'extraction d'huiles essentielles. Info-essence ,(1996); 3:5-6.
- [49] Abou Zaid, E. N. Aromatic and medicinal plants—their agricultural and medicinal products.El–Dar El–Arabia for Publishing, Cairo,(1988).
- [50] Willem, J. P. «Les huiles essentielles, médecine d'avenir», Ed:Estem, Paris, (2004) : 318.
- [51] Gabriela Beirão and Gabriela Bernardo-Gil, Beirão ARB. and Bernardo-Gil MG, "Antioxidants from Lavandu la luisieri.2ndMercosur Congress Engineering. on Chemical Portugal", (2006):8p.
- [52] Madhavi DL., Deshpande SS. and Salunkhe DK., "Food Antioxidants. Technological, Toxicological, and Health Perspectives", Marcel Dekker, Inc. New York,(1996):65p.
- [53] Kohen, Ron, and Abraham Nyska. "Invited review: Oxidation of biological systems: oxidative stress phenomena, antioxidants, redox reactions, and methods for their quantification." Toxicologic pathology 30.6 (2002): 620-650.
- [54] Hussain, Abdullah Ijaz,et al."Rosmarinus officinalis essential oil: antiproliferative, antioxidant and antibacterial activities."Brazilian Journal of Microbiology 41.4 (2010): 1070-1078.
- [55] RASCOL, André "La maladie de parkinson Ed Masson ", (1998) :16-19.
- [56] Beckman, Kenneth B., and Bruce N. Ames. "The free radical theory of aging matures."Physiological reviews, (1998).
- [57] Sies, Helmut. "Strategies of antioxidant defense." European journal of biochemistry 215.2 (1993): 213-219.
- [58] Leiris, Joël. "Biochemistry of free radicals."Heart Metab 19 (2003): 40-4.
- [59] Pasquier, C. "Stress oxydatif et inflammation." Revue française des laboratoires, (1995): 87-92-276.

[60] Fontaine, E., et al. "Place des anti-oxydants dans lanutrition du patient septique", Réanimation 11.6 (2002): 411-420.

[61] Laurent, Julia."Conseils et utilisations des huiles essentielles les plus courantes enofficine". Diss.(2017).

Chapitre III :
Matériels et méthodes

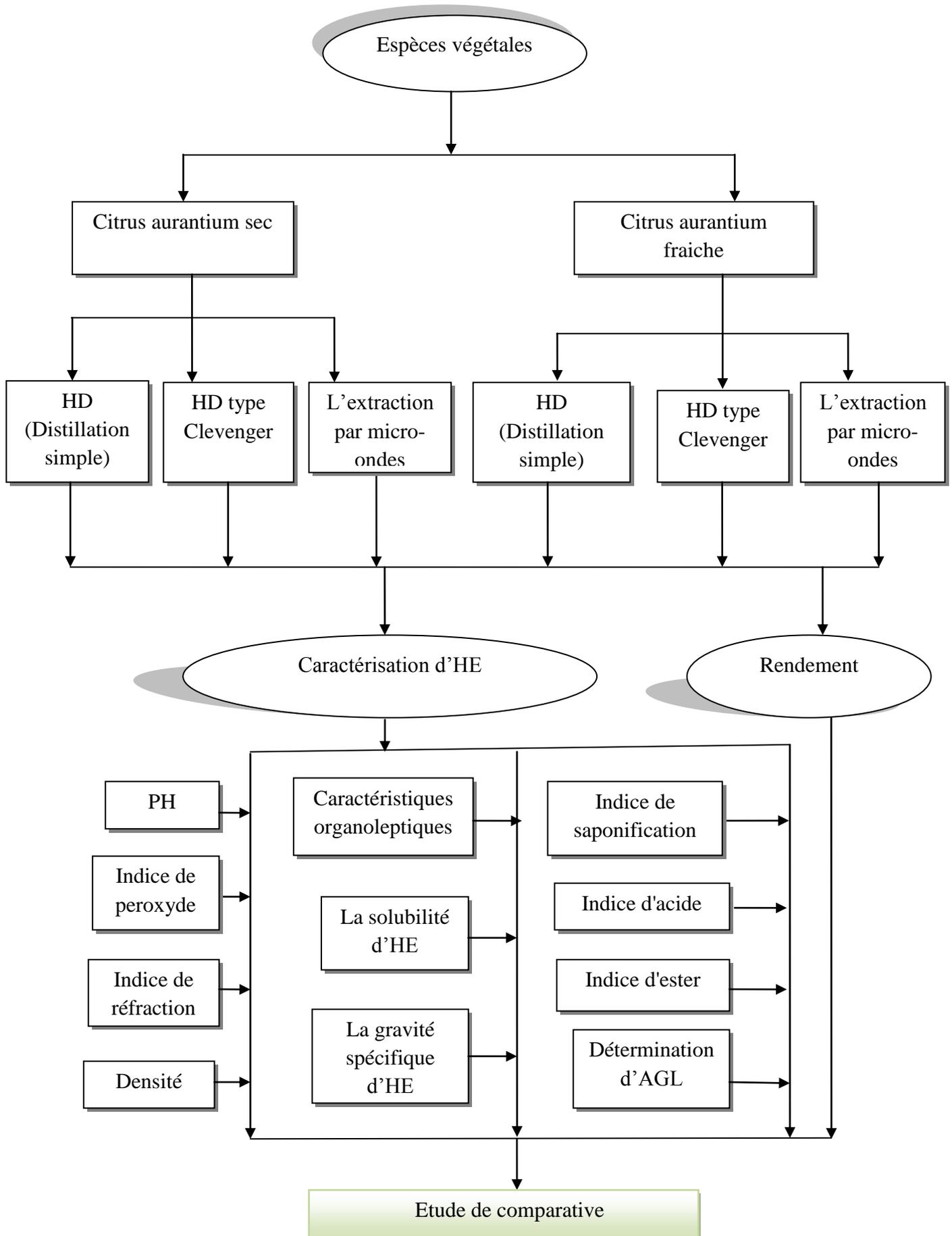
III.1. L'objectif :

En effet, le présent chapitre est consacré à l'extraction de l'huile essentielle de l'espèce végétale *Citrus aurantium* Par trois techniques différentes à savoir : l'hydrodistillation (Distillation simple) et l'hydrodistillation type Clevenger et l'extraction par micro-ondes l'ainsi que la caractérisation physico-chimique des huiles extraites dont l'objectif est d'établir une étude comparative afin d'évaluer l'effet de la méthode d'extraction sur les propriétés des huiles essentielles extraites.

Dans ce chapitre on va présenter les différentes étapes de préparation de matières végétales investiguées, la méthodologie adoptée pour le travail expérimental et le matériel manipulé. Ce travail en cours a duré environ un mois, d'avril à mi-mai.

Elle a été menée au niveau du laboratoire de génie des procédés -2- affilié au Département de génie des procédés, Faculté des sciences et technologies de l'université de Ghardaïa, et au laboratoire de Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico-chimiques, Lieu PTAPC Ouargla CRAPC, Université de Ouargla, Pole 3.

Le plan général adopté pour mener ce travail est résumé dans l'organigramme suivant :



III.2. Matériel :

III.2.1. Matière végétale :

Le matériel végétal est l'orange amer, Un arbre à feuilles persistantes atteignant dix mètres de hauteur. Ses feuilles sont de cuir foncé et ses fleurs blanches dégagent un agréable parfum aromatique. Les fruits sont gros, sphériques, de couleur rouge orangé, rugueux au toucher et un goût amer comme le citron. (**Figure III.1**)

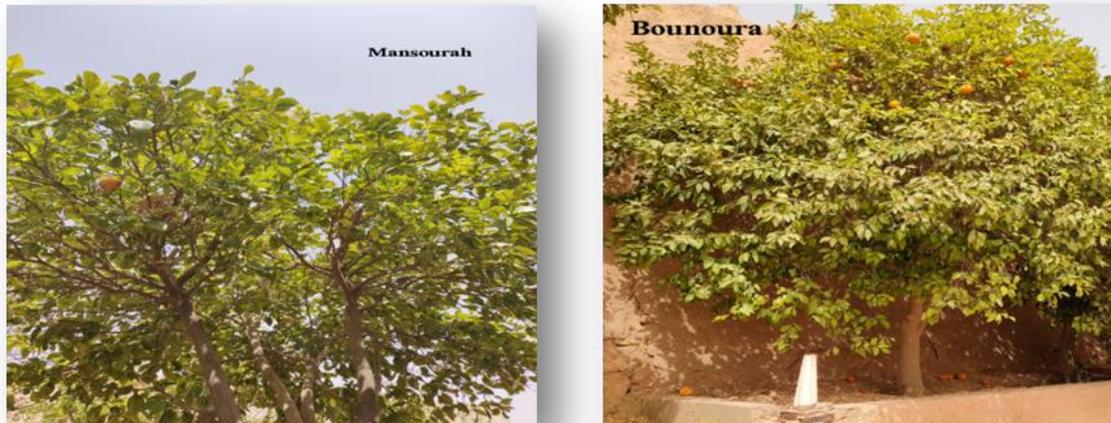


Figure III.1 : L'arbre de l'orange amer de Mansourah et Bounoura.

L'orange amer est récolté dans deux zones différentes de régions de la wilaya de Ghardaïa (au nord du Sahara algérien). Zone de Bounoura en février 2021 et zone de Mansourah en avril 2021. La récolte a eu lieu à midi. (**Figure III.2**).

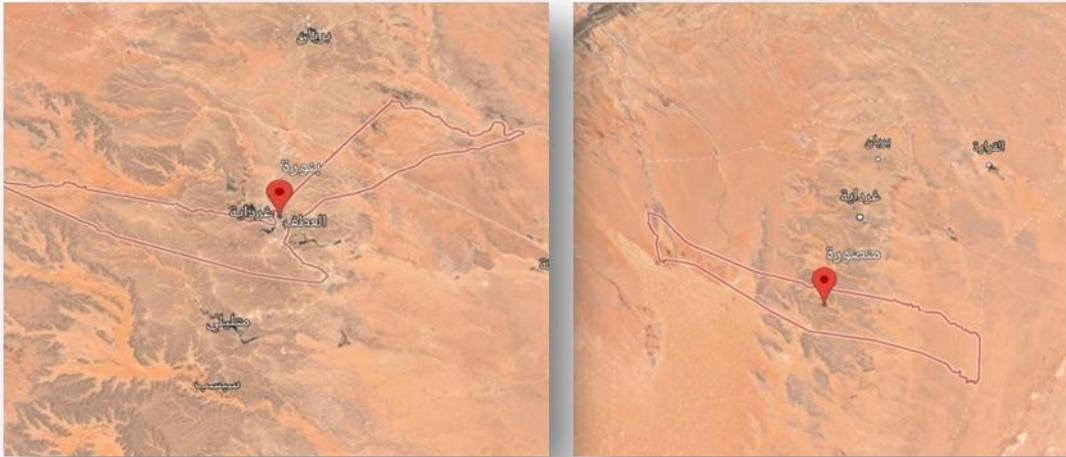


Figure III.2 : Images satellites montrent les 2 localités des plantes recueillies (Google earth).

Citrus aurantium a été nettoyé de la poussière et des impuretés, on le lave avec de l'eau du robinet, Ensuite le matériel végétal (les fruits) sont coupés en petits morceaux avec un couteau après ont les utilisés dans notre travail. Nous avons laissé une partie dans le congélateur et l'autre partie conservés à sec (température ambiante) et à l'abri de l'humidité. **(Figure III.3)**



Figure III.3 : L'orange amer " Sec et Fraiche " .

III.3. Extraction de l'huile essentielle :

Il existe plusieurs techniques d'extraction d'huile essentielle, dont l'hydrodistillation (distillation simple), l'hydrodistillation de type Clevenger, la distillation à la vapeur saturée, l'extraction avec des solvants organiques, l'extraction au dioxyde de carbone supercritique, l'extraction par micro-ondes, etc.

Pour évaluer l'effet des techniques d'extraction sur les propriétés des huiles essentielles, nous avons extrait les huiles essentielles du *Citrus aurantium* (sec et fraîche) de trois manières: l'hydrodistillation (Distillation simple) et l'hydrodistillation type Clevenger et l'extraction par micro-ondes.

III.3.1 Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation (Distillation simple) :

III.3.1.1. Matériels et les produits :

- ✓ Cette opération est effectuée par le montage d'hydrodistillation ;
- ✓ les fruits d'orange amer ;
- ✓ L'eau distillée ;
- ✓ Hexane et sel pour séparer l'huile de l'eau.

III.3.1.2. Protocole d'expérience :

Pour extraire l'huile essentielle d'écorce d'orange amère sec, la technique d'hydrodistillation (distillation simple) a été utilisée (**Figure III.4**), au niveau de laboratoire de génie des procédés -2-, affilié au Département de génie des procédés, Faculté des sciences et sciences appliquées de l'université de Ghardaïa.

Le principe de la méthode d'hydrodistillation est basé sur la puissance de la vapeur d'eau pour transporter les huiles essentielles. Dans ce procédé, nous avons utilisé 500g d'écorce d'orange amère sec, puis nous l'avons divisé en trois quantités (150 g, 180 g, 170 g). L'opération consiste à introduire une masse végétale (150 g) dans un ballon en verre (2 L), nous avons rempli le ballon d'eau distillée (2/3 du volume du ballon) pour éviter les débordements de l'ébullition. On a placé le ballon dans le chauffe-ballon pour chauffer le mélange jusqu'à ébullition. Nous réglons le chauffage pour permettre la stabilité de

l'extraction. Les vapeurs chargées d'huile essentielle passent à travers le tube vertical (Colonne de distillation), puis dans la colonne de refroidissement où aura lieu la condensation, le distillat (huile + eau) descendre lentement sous forme de gouttelettes est récupéré dans une ampoule à décanter. La séparation entre la phase organique représentée par l'huile essentielle de densité plus faible et la phase aqueuse représentée par l'eau aromatique en général plus dense est réalisée en ajoutant hexane et sel. La solution est agitée doucement, puis laissée à "dégazer", puis agitée vigoureusement, et la solution est laissée à stabiliser, puis la phase organique est séparée de la phase aqueuse dans un ballon et le produit est chauffé pour éliminer les traces d'eau et d'hexane. On récupère l'huile essentielle dans des flacons en verre bien fermé, et conservé dans place opaque à température de 4 à 5°C, pour éviter la dégradation d'huile essentielle. L'opération d'extraction dure trois heures à partir du début d'ébullition. En fait la même opération d'extraction pour 170 g et 180 g d'écorce d'orange amère sec et la même quantité (500 g en divisé en trois quantités 150 g, 180 g, 170 g) et opération d'extraction pour d'écorce d'orange amer fraîche.



Figure III.4 : Montage d'hydrodistillation (distillation simple).

III.3.2.Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation type Clevenger :

III.3.2.1. Matériels et les produits :

- ✓ Cette opération est effectuée par le montage d'hydrodistillation type Clevenger;
- ✓ les fruits d'orange amer ;
- ✓ L'eau distillée ;
- ✓ Hexane pour séparer l'huile de l'eau.

III.3.2.2. Protocole d'expérience :

Pour extraire l'huile essentielle d'écorce d'orange amer fraîche, la technique d'hydrodistillation type Clevenger a été utilisée (**Figure III.5**) au niveau de laboratoire de Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico-chimiques, Lieu PTAPC Ouargla CRAPC, Université de Ouargla, Pole 3.

Dans ce procédé, nous avons utilisé 400 g d'écorce d'orange amer fraîche, puis nous l'avons divisé en deux quantités .L'opération consiste à introduire une masse végétale (200 g) dans un ballon en verre (2 L), nous avons rempli le ballon d'eau distillée (2/3 du volume du ballon). On a placé le ballon dans le chauffe-ballon pour chauffer le mélange jusqu'à ébullition. Nous réglons le chauffage pour permettre la stabilité de l'extraction. Les vapeurs chargées de l'huile essentielle passent dans un long tube vertical (colonne de distillation), puis les vapeurs se condensent dans la colonne de refroidissement, le distillat (huile + eau) descendre lentement sous forme de gouttelettes est récupéré dans une ampoule reliée au condenseur. L'eau retourne dans le ballon par un tube relié entre le ballon et l'ampoule. Deux couches se forment dans l'ampoule, une phase organique (huile essentielle) et une phase aqueuse (eau aromatique), puis on vide d'abord l'eau aromatique pour que la couche organique reste dans l'ampoule, puis on vide l'huile dans un bécher et ajouter de l'hexane. Le produit est chauffé par plaque chauffante pour éliminer les traces d'eau et d'hexane.

On récupérer l'huile essentielle dans des flacons en verre bien fermé, et conservé dans place opaque à température de 4 à 5°C, pour éviter la dégradation d'huile essentielle. Le processus d'extraction prend trois heures à partir du début de l'ébullition. En fait, le même procédé d'extraction pour 200 g d'écorce d'orange amer humide et de la même manière pour la quantité restante (200 g) et le procédé d'extraction pour l'écorce d'orange amer sec.

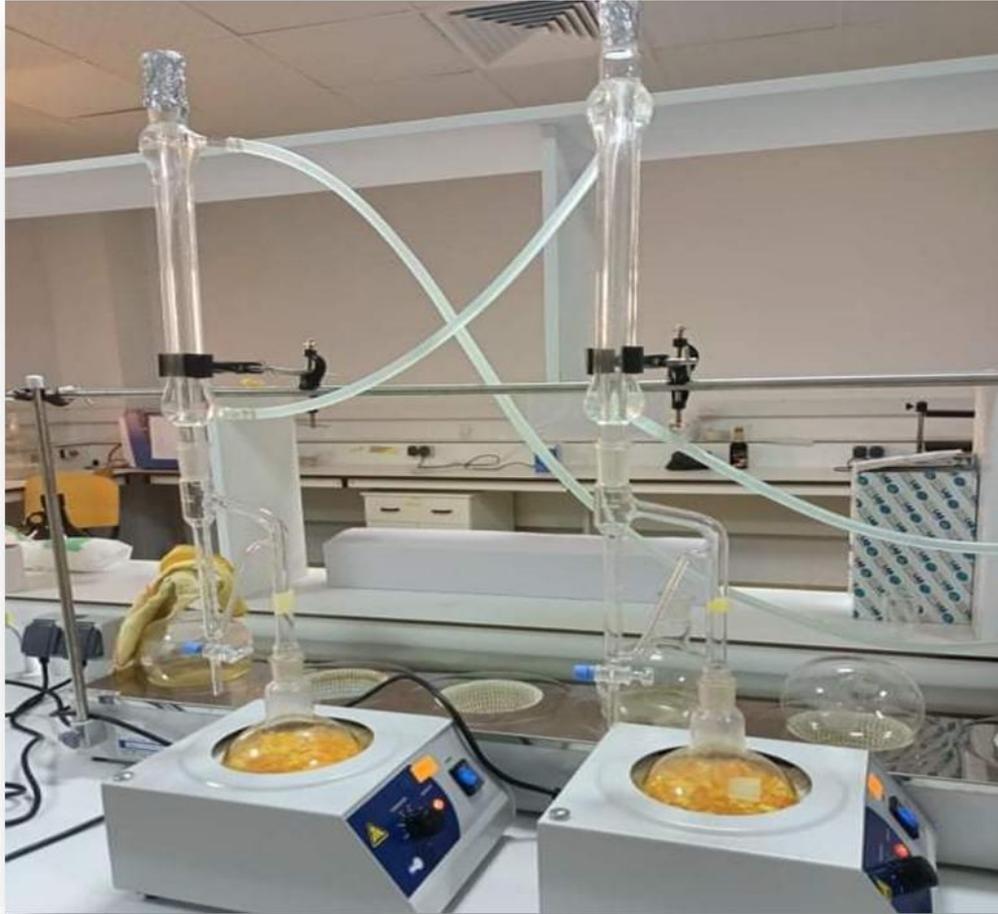


Figure III.5 : Montage d'hydrodistillation type Clevenger.

III.3.3.Extraction des huiles essentielles par Micro-onde :

III.3.3.1. Matériels et les produits :

- ✓ Cette opération est effectuée par le montage d'extraction par micro-ondes ;
- ✓ les fruits d'orange amer;
- ✓ L'eau distillée ;

III.3.3.2. Protocole d'expérience :

Pour extraire l'huile essentielle d'écorce d'orange amer fraîche, la technique d'extraction par micro-ondes a été utilisée (**Figure III.6**) au niveau de laboratoire de Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico-chimiques, Lieu PTAPC Ouargla CRAPC, Université de Ouargla, Pole 3.

Dans ce procédé, 280 g d'échantillon de plante d'oranger amère, hachés grossièrement, ont été introduits dans un réacteur en verre de 500 ml, (**Figure III.6**). Il s'agit d'une micro-

onde multi mode amélioré à 1000 MHz .Un appareil de distillation d'huile essentielle Clevenger modifié. Événement de condensation Grâce à une colonne, il est constamment refroidi avec de l'eau refroidie à 6 °C. Des tests ont été faits Par ajout d'eau externe mais recyclage continu de la phase aqueuse Gardez la plante dans une humidité constante. Extrait à 1 kW sous atmosphère Appuyez pendant 15 minutes. Ce délai a été fixé après une étude cinétique préalablement menée sur les matières premières. Le temps de chauffage était de 3 minutes.



Figure III.6 : Montage d'extraction par micro-ondes.

III.3.4.Le rendement :

Le rendement en huile essentielle (RHE), est défini comme étant le rapport entre la masse de l'huile essentielle obtenue après extraction (P1) et la masse de la matière végétale utilisée (P2). Le rendement de l'huile extraite à l'aide de chacune des trois méthodes d'extraction a été calculé à l'aide de l'équation (1) :

$$\text{RHE (\%)} = \frac{\text{poids de l'huile essentielle}}{\text{poids de la plante}} \times 100$$

$$\text{R\%} = \frac{p1}{p2} \times 100 \quad (1)$$

Avec:

RHE (%): Rendement de l'huile essentielle en pourcentage ;

P1 : Poids de l'huile en g ;

P2 : poids de plante en g.

III.4. Caractérisation de l'huile essentielle :

La caractérisation des huiles essentielles se fait à fin d'évaluer la qualité de nos extraits, nous avons réalisé une étude analytique, tout d'abord en déterminant les caractéristiques organoleptiques, puis les propriétés physico-chimiques.

III.4.1. Caractéristiques organoleptiques :

Les caractéristiques organoleptiques (aspect, couleur, odeur) sont des indications qui permettent d'évaluer initialement la qualité d'une huile essentielle, mais comme ces propriétés ne donnent que des informations très limitées sur ces HE, il est nécessaire de faire appel à d'autres techniques de caractérisation plus précises.

La qualité d'une huile essentielle et sa valeur commerciale sont définies par des normes admises et portant sur les indices physico-chimiques.

III.4.2. Détermination des propriétés physico-chimiques :

Les huiles essentielles sont caractérisées par leurs propriétés physiques (densité, PH, indice de réfraction, etc.) ainsi que par leurs propriétés chimiques (indice d'acide, indice de saponification, L'indice de peroxyde, etc.).

III.4.2.1. Détermination de la solubilité de l'huile essentielle dans l'eau :

Quelques gouttes d'huile ont été ajoutées à un tube à essai contenant peu d'eau. Le tube à essai a été agité soigneusement avec une tige d'agitation. Deux phases distinctes ont été observées. L'insolubilité de l'huile dans l'eau a été déduite de cette opération.

III.4.2.2. Détermination de la gravité spécifique de l'huile :

Une bouteille propre et sèche a été pesée à l'aide d'une balance de pesée. De l'eau distillée a été versée dans la bouteille et pesée. De la même manière, le même volume d'huile

a été versé dans la même bouteille et pesé. La gravité spécifique a été calculée comme le rapport du poids de l'huile à celui de l'eau [1] comme indiqué dans l'équation (2).

$$\text{La gravité spécifique de l'huile} = \frac{\text{Poids d'un volume particulier d'huile extrait}}{\text{poids d'un volume égal d'eau}} \quad (2)$$

III.4.2.3. Détermination de l'indice de saponification de l'huile essentielle :

L'indice de saponification, étant le poids d'hydroxyde de potassium exprimé en milligrammes qui est nécessaire pour saponifier 1 g d'huile a également été déterminé dans ce travail. Pour ce faire, 0,5 g de l'huile a été pesé dans un bécher avec 12,5 ml de 0,5 M de KOH ajouté. Le mélange résultant a été mélangé et chauffé par un agitateur magnétique chauffant pendant 30 minutes, Nous ajoutons 3 gouttes de phénolphaléine, la couleur du mélange se transforme en rose foncé, et il a été titré contre 0,5 M de HCl jusqu'à disparition de la coloration. Cette procédure a été répétée sans l'huile et la valeur du titre a été déterminée à partir de la valeur du blanc [1]. La valeur de saponification a été calculée à l'aide de l'équation (3).

$$\text{Indice de saponification} = \frac{(t_2 - t_1) \times 28,1}{P} \quad (3)$$

Où, t_1 est la valeur du titre du blanc, t_2 est la valeur du titre de l'échantillon et P est le poids de l'échantillon.



Figure III.7 : Matériel utilisé pour l'indice de saponification.

III.4.2.4. Détermination de l'indice d'acide de l'huile :

Pour déterminer l'indice d'acide de l'huile extraite, 0,2 g d'un échantillon d'huile essentielle ont été pesés dans un bécher contenant 12,5 ml d'alcool isopropylique. 3 gouttes d'indicateur de phénolphtaléine ont été ajoutées au mélange. Le mélange résultant a été titré contre 0,1 M de NaOH [1], et l'équation (4) a été appliquée pour calculer l'indice d'acide de l'huile.

$$\text{Indice d'acide} = \frac{(5,61 \times \text{valeur de titre})}{\text{Poids de l'échantillon}} \quad (4)$$



Figure III.8 : Matériel utilisé pour l'indice d'acide.

III.4.2.5. Détermination de l'indice d'ester de l'huile :

L'indice d'ester, qui est défini comme le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour saponifier les esters d'acides gras dans un gramme d'huile, a également été déterminé pour l'huile extraite dans ce travail. Il a été obtenu comme la différence entre l'indice de saponification et l'indice d'acide de l'huile [1] comme indiqué dans équation (5).

$$\text{L'indice d'ester} = \text{Indice de saponification} - \text{Indice d'acide} \quad (5)$$

III.4.2.6. Détermination de l'acide gras libre de l'huile :

0,2 g d'huile essentielle a été versé dans un bécher et réchauffé; 5 ml de méthanol ont été ajoutés à l'échantillon et agités soigneusement, suivis de 2 gouttes d'indicateur de phénolphaléine et d'une goutte de solution de 0,14 N de NaOH. Le mélange a été titré contre une solution de NaOH jusqu'à ce qu'une couleur rose clair qui persiste pendant environ 1 minute soit observé. Le point final a été enregistré et utilisé pour calculer l'acide gras libre de l'équation (6). [1]

$$\text{AGL} = \frac{(\text{valeur de titre} \times N \times 28,2)}{\text{Poids de l'échantillon}} \quad (6)$$

Où AGL désigne l'acide gras libre et N est la normalité de la base.



Figure III.9 : Matériel utilisé pour de l'acide gras libre.

III.4.2.7. Détermination de l'indice de peroxyde de l'huile :

7,5 ml d'acide acétique / chloroforme ont été mesurés dans un bécher contenant 0,2 g de l'échantillon d'huile. Une solution saturée de 0,5 ml d'iodure de potassium a ensuite été



Figure III.11 : Un densimètre.

La densité est mesurée avec un densimètre [2] à température ambiante puis atteint 20°C par la formule (8) :

$$D_{20} = D_t + 0,00068 (T - 20^\circ\text{C}) \quad (8)$$

Avec:

D_{20} : densité à 20 ° C;

D_t : densité à la température ambiante ou de mesurée;

T: température ambiante ou de mesure ;

0,00068 : c'est le constant de variation de la densité quand la température varie de 1°C.

III.4.2.9. Potentiel d'hydrogène (PH) :

Cette mesure est effectuée par un pH-mètre (**figure III.12**).



Figure III.12 : PH mètre.

III.4.2.10. Indice de réfraction :

La mesure de l'indice de réfraction des huiles essentielles a été effectuée à l'aide d'un réfractomètre (**Figure III.13**).



Figure III.13 : Un réfractomètre.

Après nettoyage de l'appareil, on place 2 ou 3 gouttes d'huile essentielle au centre du prisme. Ensuite, on regarde dans l'oculaire et la mesure se fait en tournant les boutons de réglage de l'indice de réfraction pour amener les zones sombres et éclairées au centre du réticule, enfin on note la valeur de l'indice et la température de mesure.

La formule empirique permet d'évaluer l'indice de réfraction d'un liquide à 20°C quand on l'a mesuré à une température légèrement différente (9) :

$$I_{20} = I_T + 0,00045 (T - 20 \text{ } ^\circ\text{C}) \quad (9)$$

Avec :

I_{20} : indice à 20°C;

I_T : indice à la température ambiante ou de mesure;

T: température ambiante où de mesure ;

0,00045 : Constant de variation de l'indice d'acide quand la température varie de 1°C.

Les produits étalons de qualité pour réfractométrie servent à ajuster le réfractomètre sont les suivantes (les indices de réfraction à 20°C sont donnés dans la parenthèse) :

- eau distillée (1,333) ;
- p-cymènz (1,4906) ;

- benzoate de benzyle (1,5685) ;
- bromo-1 naphthalène (1,6585).

Références bibliographiques

[1] Saad M.M.Effects of Particle Size and Packing Density on the Yield of Essential Oil from Lemon Grass. B. Eng. Thesis. Ahmadu Bello University, Zaria, (2015).

[2] Larbi, D., C. Ghezli, and K. Djelouah. "Historical review of Citrus tristeza virus (CTV) in Algeria. Citrus Tristeza Virus and Toxoptera citricidus: a serious threat to the Mediterranean citrus industry Option Mediterranean." (2009): 107-110.

Chapitre IV :
Résultats et discussions

IV.1. Extraction et rendement en huiles essentielles :

Nous rappelons que l'huile essentielle des citrus aurantium sec et fraiche a été extraite par hydrodistillation et par hydrodistillation type Clevenger et par extraction par micro-onde, trois techniques qui sont très reconnues pour l'obtention des huiles essentielles. **Le tableau III.1** résume les rendements en huiles essentielles issues les trois méthodes pour l'espèce orange amer (sec et fraiche) pour les régions de Mansourah et Bounoura.

Hydrodistillation (Mansourah) :

L'extraction de l'HE d'orange amer fraiche et orange amer sec (500 g) par hydrodistillation révèle à une valeur du rendement de l'ordre de 1,63% et 0,49% pour les deux espèces respectivement, Le rendement en huile d'orange amer fraiche est supérieur à celui sec $1,63\% > 0,49\%$.

Hydrodistillation (Bounoura) :

L'extraction de l'HE d'orange amer fraiche et orange amer sec (500 g) par hydrodistillation révèle à une valeur du rendement de l'ordre de 1,51% et 0,33% pour les deux espèces respectivement, Le rendement en huile d'orange amer fraiche est supérieur à celui sec $1,51\% > 0,33\%$.

- ✓ Le rendement d'huile d'orange amère fraiche pour Mansoura est supérieur à celui de la région de Bounoura $1,63\% > 1,51\%$. Et pour le sec le rendement de la région Mansoura est supérieur à la région Bounoura $0,49\% > 0,33\%$.

Hydrodistillation type Clevenger (Mansourah) :

L'extraction de l'HE d'orange amer fraiche et orange amer sec (400 g pour fraiche et 200 g pour sec) par hydrodistillation type Clevenger révèle à une même valeur du rendement de l'ordre de 1,19%.

Hydrodistillation type Clevenger (Bounoura) :

L'extraction de l'HE d'orange amer fraiche et orange amer sec (400 g pour fraiche et 200 g pour sec) par hydrodistillation type Clevenger révèle à une même valeur du rendement de l'ordre de 1,25%.

- ✓ Le rendement d'huile d'orange amer fraiche et sec pour Bounoura est supérieur à celui de la région de Mansoura $1,25\% > 1,19\%$.

Extraction par micro-onde (Mansourah) :

L'extraction de l'HE d'orange amer fraîche et orange amer sec (280 g pour fraîche et 100 g pour sec) par Extraction par micro-onde révèle à une valeur du rendement de l'ordre de 1,15% et 1,27% pour les deux espèces respectivement, Le rendement en huile d'orange amer sec est supérieur à celui fraîche $1,27\% > 1,15\%$.

Extraction par micro-onde (Bounoura) :

L'extraction de l'HE d'orange amer fraîche et orange amer sec (280 g pour fraîche et 100 g pour sec) par extraction par micro-ondes révèle à une valeur du rendement de l'ordre de 1,22% et 1,33% pour les deux espèces respectivement, Le rendement en huile d'orange amer sec est supérieur à celui fraîche $1,33\% > 1,22\%$.

- ✓ Le rendement d'huile d'orange amer fraîche pour Bounoura est supérieur à celui de la région de Mansourah $1,22\% > 1,15\%$. Et pour le sec le rendement de la région Bounoura est supérieur à la région Mansourah $1,33\% > 1,27\%$.

Comparaison des méthodes d'extraction :

Nous notons que dans la technique d'extraction d'huile essentielle par micro-ondes, la quantité d'orange amer (sec et fraîche) était faible par rapport aux quantités d'orange amer (sec et fraîche) utilisées dans les autres techniques des extraction (distillation simple et HD type Clevenger) jusqu'à ce que la valeur du rendement soit élevée, et la technique d'extraction par micro-ondes est considérée comme la technique la plus rapide et ne consomme pas beaucoup d'énergie par rapport à la hydrodistillation type Clevenger et à la distillation simple.

Alors On peut déduire que le rendement en huile essentielle d'une même espèce peut varier en fonction de plusieurs paramètres, telle que :

- ❖ L'espèce de la plante ;
- ❖ Le temps de récolte ;
- ❖ La méthode d'extraction.

Tableau IV.1 : Rendement massique en huile essentielle extraite.

Rendement en huile essentielle												
Espèce	Orange amer sec						Orange amer fraiche					
Région	Mansourah			Bounoura			Mansourah			Bounoura		
Technique	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde
La présente étude	0,49 %	1,19 %	1,27 %	0,33 %	1,25 %	1,33 %	1,63 %	1,19 %	1,15 %	1,51 %	1,25 %	1,22 %

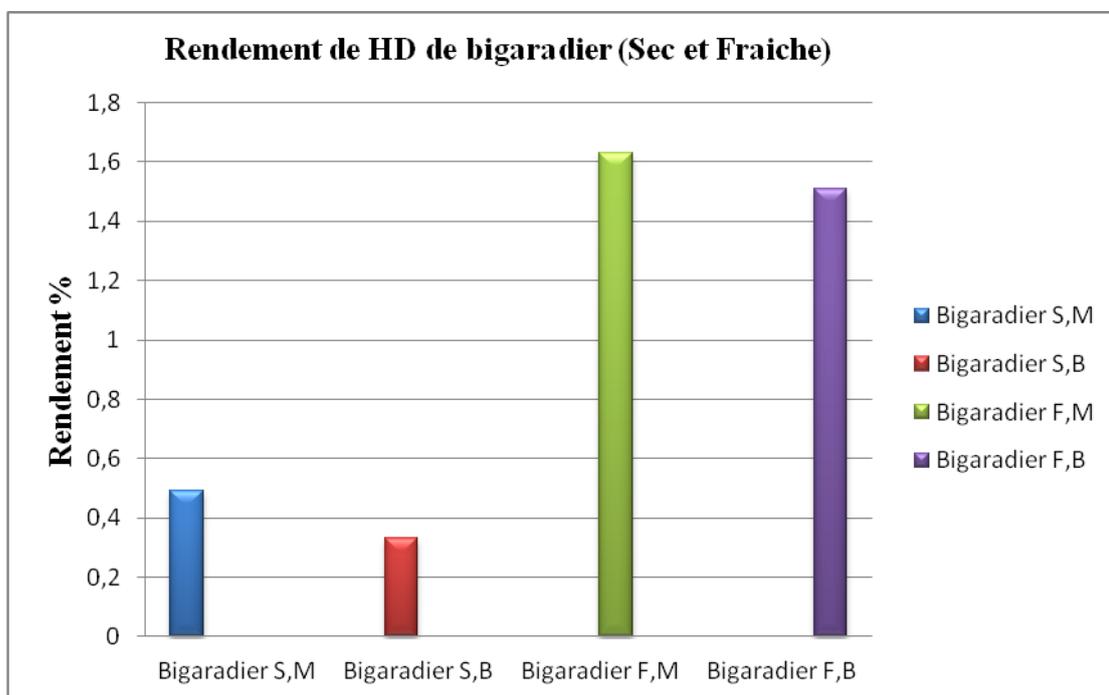


Figure IV.1 : Rendement de HD de bigaradier (Sec et Fraiche).

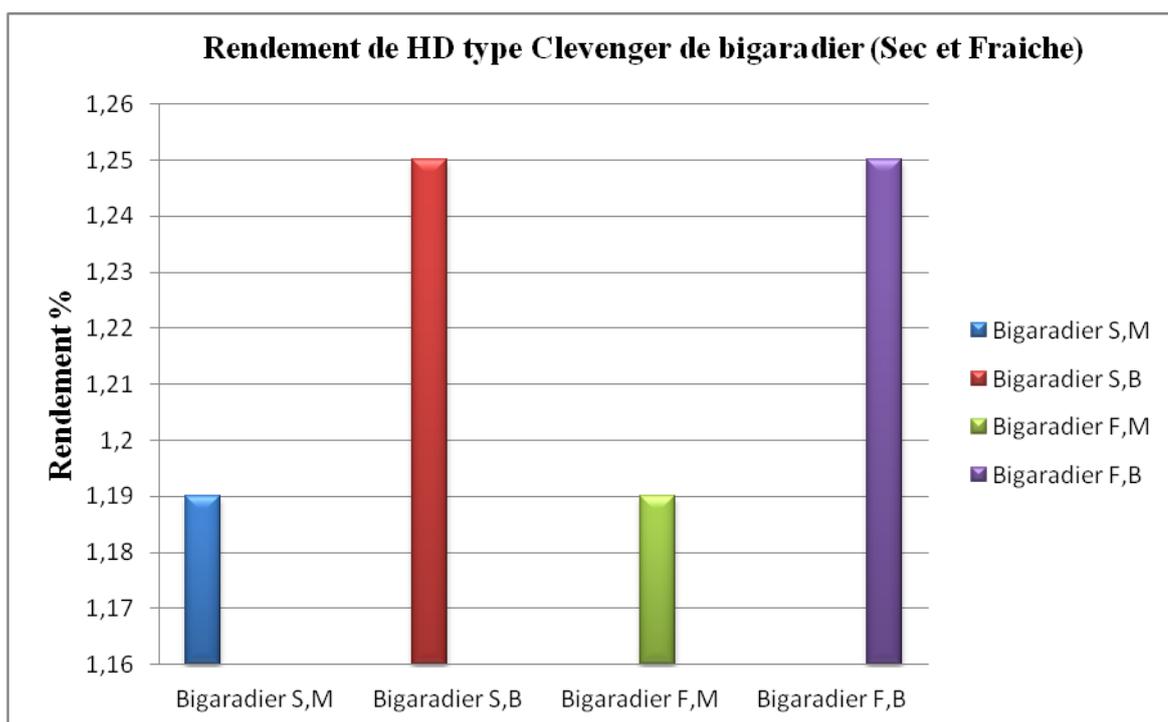


Figure IV.2 : Rendement de HD type Clevenger de bigaradier (Sec et Fraiche).

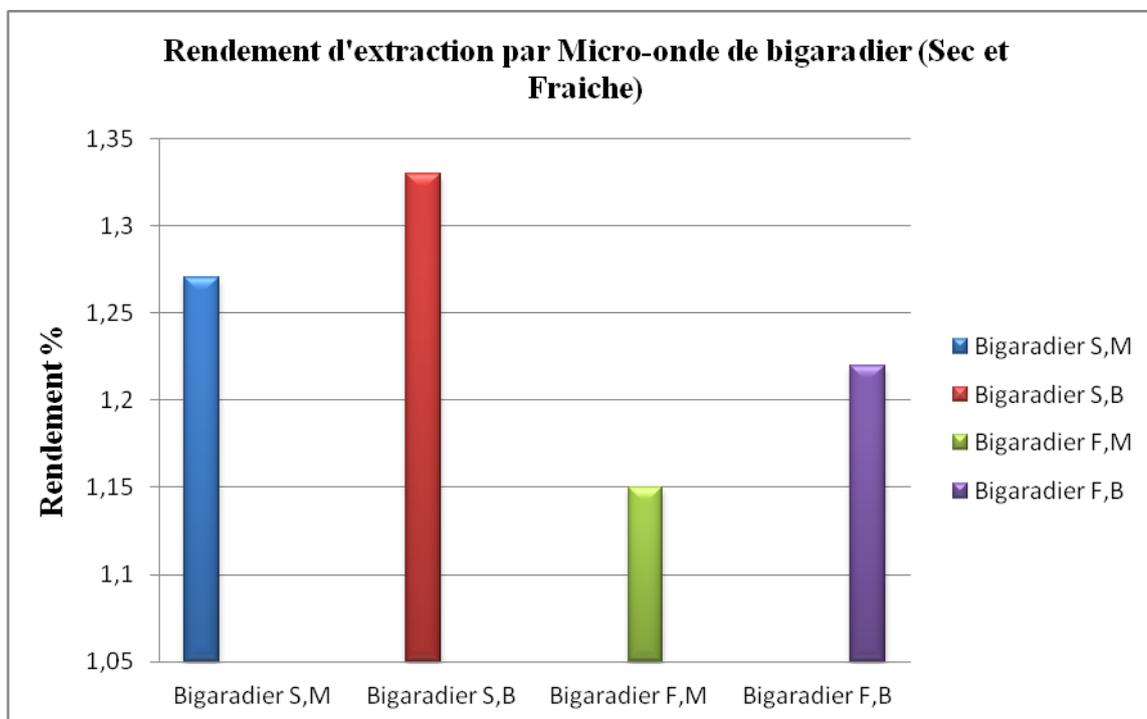


Figure IV.3 : Rendement d'extraction par Micro-onde de bigaradier (Sec et Fraiche).

IV.2. Caractérisation de l'huile essentielle :

Les paramètres physico-chimiques et organoleptiques constituent un moyen de vérification et de contrôle de la qualité de l'HE

IV.2.1. Caractéristiques organoleptiques :

Les caractéristiques organoleptiques des douze huiles essentielles sont résumées dans (**le tableau IV.2**). Après avoir enregistré les résultats pour les propriétés organoleptiques, nous notons que l'aspect et l'odeur propriétés de l'huile essentielle d'orange amer n'a pas changé avec le changement des techniques d'extraction et de la nature des fraîches et secs d'orange amer. Comme l'aspect de l'huile essentielle est un liquide visqueux et d'odeurs comme odeur caractéristique fraîche, citronnée.

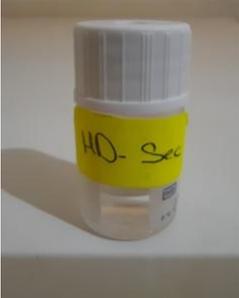
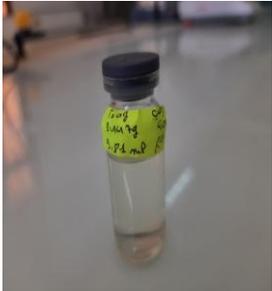
Le (**tableau IV.3**) mise en évidence l'influence de la technique d'extraction sur la couleur des huiles, du jaune enregistrée pour les huiles extraites de bigaradier sec et fraîche par HD type Clevenger au couleur blanc transparent qui caractérise les huiles obtenues par hydrodistillation et par extraction par micro-ondes.

On note que nos huiles essentielles ayant des caractéristiques organoleptiques du même ordre à des propriétés en accord et comparables avec ceux donnés par les normes internationales (**Annexe 1**).

Tableau IV.2 : Caractéristiques organoleptiques des huiles essentielles extraites.

Caractères organoleptiques					Technique	Région	Espèce
Couleur	Odeur	Aspect					
Blanc transparent	Odeur caractéristique fraîche, citronnée	liquide visqueux			HD	Mansourah	Orange amer sec
Jaune	Odeur caractéristique fraîche, citronnée	liquide visqueux			HD type Clevenger Extraction par Micro-onde		
Blanc transparent	Odeur caractéristique fraîche, citronnée	liquide visqueux			HD	Bounoura	
Blanc transparent	Odeur caractéristique fraîche, citronnée	liquide visqueux			HD type Clevenger Extraction par Micro-onde		
Blanc transparent	Odeur caractéristique fraîche, citronnée	liquide visqueux			HD	Mansourah	
Blanc transparent	Odeur caractéristique fraîche, citronnée	liquide visqueux			HD type Clevenger Extraction par Micro-onde	Bounoura	
Blanc transparent	Odeur caractéristique fraîche, citronnée	liquide visqueux			HD	Mansourah	Orange amer fraîche
Jaune	Odeur caractéristique fraîche, citronnée	liquide visqueux			HD type Clevenger Extraction par Micro-onde		
Blanc transparent	Odeur caractéristique fraîche, citronnée	liquide visqueux			HD	Bounoura	
Blanc transparent	Odeur caractéristique fraîche, citronnée	liquide visqueux			HD type Clevenger Extraction par Micro-onde		
Blanc transparent	Odeur caractéristique fraîche, citronnée	liquide visqueux			HD	Mansourah	
Blanc transparent	Odeur caractéristique fraîche, citronnée	liquide visqueux			HD type Clevenger Extraction par Micro-onde	Bounoura	

Tableau IV.3: Résultats des Caractéristiques organoleptiques d'HE (couleur).

Les types d'extraction	région	Espèce	couleur	Résultats obtenus
Hydrodistillation	Mansourah	Bigaradier sec	Blanc transparent	
		Bigaradier fraîche	Blanc transparent	
	Bounoura	Bigaradier sec	Blanc transparent	
		Bigaradier fraîche	Blanc transparent	

Hydrodistillation type Clevenger	Mansourah	Bigaradier sec	Jaune	
		Bigaradier fraiche	Jaune	
	Bounoura	Bigaradier sec	Jaune	
		Bigaradier fraiche	Jaune	

Extraction par Micro-onde	Mansourah	Bigaradier sec	Blanc transparent	
		Bigaradier fraiche	Blanc transparent	
	Bounoura	Bigaradier sec	Blanc transparent	
		Bigaradier fraiche	Blanc transparent	

IV.2.2. Propriétés physico-chimiques :

IV.2.2.1. Densité relative:

La densité relative constitue un critère très important pour évaluer la qualité d'une huile essentielle dans différents domaines de la vie (cosmétique, pharmacie, agroalimentaire, etc...). Elle peut facilement donner un aperçu sur la naturalité des produits ainsi que les tentatives de fraudes et d'altération. Les valeurs obtenues des densités de nos huiles essentielles sont comparables aux valeurs des normes (**Tableau IV.4**) d'après ces résultats on constate que les huiles essentielles extraites par HD type Clevenger est plus dense que celui obtenu par HD et extraction par micro-ondes.

$$0,860 > 0,853 > 0,848$$

D'après les résultats des densités obtenues, on peut dire que les huiles sont conformes aux normes internationales. La densité maximale appartenant à l'espèce *Citrus aurantium* doit être de 0,860 et son minimal est 0,840 (AFNOR).

Tableau IV.4 : Valeurs des densités des huiles essentielles extraites.

Densité relative D ₂₀												
Espèce	Orange amer sec						Orange amer fraîche					
Région	Mansourah			Bounoura			Mansourah			Bounoura		
Technique	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde
La présente étude	0,853	0,860	0,848	0,853	0,860	0,848	0,853	0,860	0,848	0,853	0,860	0,848

IV.2.2.2. Indice de réfraction :

L'indice de réfraction est un paramètre d'identification qualitative et une manière de vérifier le degré de pureté des huiles essentielles [1]. L'indice de réfraction d'une huile essentielle explique le rapport d'absorption de la lumière. Chaque substance a son indice de réfraction spécifique. Plus l'indice de réfraction d'un produit est près de la valeur attendue, plus sa pureté est grande. On note que l'huile essentielle du citrus aurantium extraite par Micro-onde révèle une valeur d'indice de réfraction plus faible que celle obtenue par HD et par HD type Clevenger : 1,4772 et 1,4773 et 1,4775 respectivement.

Dans notre étude, l'indice de réfraction de l'orange amère était conforme aux normes internationales.

Tableau IV.5 : Valeurs d'indices de réfraction des huiles essentielles extraites.

Indice de réfraction I_{20}												
Espèce	Orange amer sec						Orange amer fraîche					
Région	Mansourah			Bounoura			Mansourah			Bounoura		
Technique	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde
La présente étude	1,4773	1,4775	1,4772	1,4773	1,4775	1,4772	1,4773	1,4775	1,4772	1,4773	1,4775	1,4772

IV.2.2.3. Détermination de PH :

Le bigaradier, est peu comestible à cause de son amertume, et son pH bas, son utilisation est principalement réservée à la production de marmelades ou des huiles essentielles. [2]

Les valeurs obtenues des PH de nos huiles essentielles sont données dans un tableau (**Tableau IV.6**) d'après ces résultats on constate que les huiles essentielles extraites par HD type Clevenger ont un pH supérieur à ceux obtenus par HD et par extraction par micro-ondes :

$$5,96 > 5,77 > 5,67$$

Nous notons que le pH est inférieur à 7, et de là nous concluons que l'huile essentielle d'orange amère est basique.

Tableau IV.6 : Valeurs des PH des huiles essentielles extraites.

Potentiel d'hydrogène (PH)												
Espèce	Orange amer sec						Orange amer fraîche					
Région	Mansourah			Bounoura			Mansourah			Bounoura		
Technique	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde
La présente étude	5,77	5,96	5,67	5,77	5,96	5,67	5,77	5,96	5,67	5,77	5,96	5,67

IV.2.2.4. Détermination de la solubilité de l'huile essentielle dans l'eau :

La solubilité des huiles essentielles dans l'eau est faible, car elle forme une couche liquide qui flotte à la surface car elle est moins dense que l'eau.

Par conséquent, le résultat total de 12 huiles est insoluble dans l'eau et ne change pas avec le changement de techniques d'extraction.

IV.2.2.5. Détermination de la gravité spécifique de l'huile essentielle:

Les valeurs obtenues des GS de nos huiles essentielles sont données dans un tableau (Tableau IV.7).

D'après ces résultats, on constate que la valeur GS de l'huile essentielle d'orange amer n'a pas changé avec le changement des techniques d'extraction et n'a pas changé avec le changement de la nature de l'orange amer, qu'elle soit fraîche ou sec.

Tableau IV.7 : Valeurs des GS des huiles essentielles extraites.

la gravité spécifique												
Espèce	Orange amer sec						Orange amer fraîche					
Région	Mansourah			Bounoura			Mansourah			Bounoura		
Technique	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde	HD	HD type Clevenger	Extraction par Micro-onde
La présente étude	0,843	0,843	0,843	0,843	0,843	0,843	0,843	0,843	0,843	0,843	0,843	0,843

IV.2.2.6. Propriétés chimiques :

Les valeurs obtenues pour les propriétés chimiques de l'huile essentielle extraite sont données dans le (tableau IV.8). Les propriétés chimiques déterminées étaient l'indice de saponification, l'indice d'acide, l'indice d'ester, l'indice d'acide gras libre et l'indice de peroxyde de l'huile, comme indiqué dans le (tableau IV.8).

IV.2.2.6.1 L'indice de saponification :

A travers les résultats enregistrés, on constate que dans la méthode de HD, les valeurs de l'indice de saponification sont la même à HE du citrus aurantium fraîche et sec pour les régions de Mansourah et Bounoura 33,72 ; tandis que dans la méthode de HD de type

Clevenger les valeurs de l'indice de saponification sont la même et inférieures à celles enregistrées dans la méthode de HD 28,1.

$$33,7 > 28,1$$

Quant aux valeurs enregistrées pour la technique d'extraction par micro-ondes, les valeurs de l'indice de saponification pour l'huile fraîche et sec pour la région de Mansourah sont la même 44,96 et supérieures à celles enregistrées pour la région de Bounoura pour l'huile fraîche et sec 39,48.

$$44,96 > 39,48$$

On note que l'huile essentielle du citrus aurantium extraite par micro-ondes révèle un indice de saponification supérieur à celui obtenu par HD et par HD de type Clevenger respectivement :

- Pour la région de Mansourah : $44,96 > 33,7 > 28,1$
- Pour la région de Bounoura : $39,48 > 33,7 > 28,1$

IV.2.2.6.2 L'indice d'acide:

L'influence de la technique d'extraction sur l'indice d'acide des huiles extraites est apparue d'une manière très évidente, l'indice d'acide d'HE du citrus aurantium qui a été obtenu par HD et par HD type Clevenger, était des valeurs identiques, mais l'indice d'acide d'huile sec était inférieur à l'indice d'acide d'huile fraîche $2,804 < 5,61$.

Alors que l'indice d'acide d'huile extrait par micro-ondes fraîche est supérieur à celui de l'indice d'acide d'huile sec pour les deux régions $8,415 > 5,6$.

Ces valeurs attestent que les huiles essentielles extraites par micro-ondes ont une proportion d'acidité plus élevée que celle obtenue par HD et par HD type Clevenger. Nous avons également remarqué que la nature de l'orange amer affecte l'indice d'acide. Les valeurs d'indice pour l'huile essentielle d'oranges amers fraîches sont plus élevées que les secs.

IV.2.2.6.3 L'indice d'ester :

A travers les résultats enregistrés, on constate que l'indice d'ester d'orange amer obtenu par HD des régions de Mansourah et Bounoura était le même, sauf que l'indice d'ester d'huile sec est supérieur à l'indice d'ester fraîche $30,916 > 28,11$. Alors que dans la méthode de HD type Clevenger, les valeurs de l'indice d'ester d'huile fraîche et sec étaient le même pour la

région de Mansourah 25,296 et supérieures aux valeurs correspondantes pour l'indice d'ester d'huile fraîche et sec pour la région de Bounoura 22,49.

$$25,296 > 22,49$$

D'après les résultats obtenus par la micro-onde pour la région de Mansourah, la valeur de l'indice d'ester de l'huile essentielle sec était supérieure à l'indice d'ester de l'huile fraîche $39,35 > 36,545$. Ces valeurs sont supérieures à celles que nous avons enregistrées pour la région de Bounoura, où l'indice d'ester de l'huile sec est supérieur à l'indice d'ester de l'huile fraîche $33,87 > 31,065$.

IV.2.2.6.4 L'indice d'acide gras libre :

D'après ces résultats, on constate que la valeur AGL de l'huile essentielle d'orange amer n'a pas changé avec le changement des techniques d'extraction et n'a pas changé avec le changement de la nature de l'orange amer, qu'elle soit fraîche ou sec.

IV.2.2.6.5 L'indice de peroxyde de l'huile essentielle :

D'après ces résultats, on constate que la valeur de l'indice de peroxyde de l'huile essentielle d'orange amer n'a pas changé avec le changement des techniques d'extraction et n'a pas changé avec le changement de la nature de l'orange amer, qu'elle soit fraîche ou sec.

Tableau IV.8 : Propriétés chimiques des l'huiles essentielles extraites.

Propriétés chimiques							Technique	Région	Espèce
							Indice de peroxyde	AGL	Indice d'ester
5	1,97	30,916	2,804	33,72	HD	Mansourah	Orange amer sec	Orange amer sec	
5	1,97	25,296	2,804	28,1	HD type Clevenger				
5	1,97	39,35	5,61	44,96	Extraction par Micro-onde				
5	1,97	30,916	2,804	33,72	HD	Bounoura	Orange amer sec	Orange amer sec	
5	1,97	25,296	2,804	28,1	HD type Clevenger				
5	1,97	33,87	5,61	39,48	Extraction par Micro-onde				
5	1,97	28,11	5,61	33,72	HD	Mansourah	Orange amer fraiche	Orange amer fraiche	
5	1,97	22,49	5,61	28,1	HD type Clevenger				
5	1,97	36,545	8,415	44,96	Extraction par Micro-onde				
5	1,97	28,11	5,61	33,72	HD	Bounoura	Orange amer fraiche	Orange amer fraiche	
5	1,97	22,49	5,61	28,1	HD type Clevenger				
5	1,97	31,065	8,415	39,48	Extraction par Micro-onde				

Références bibliographiques

[1] Hellal, Z. Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et antioxydantes de certaines huiles essentielles extraites des *Citrus*. Application sur la sardine (*Sardina pilchardus*), Mémoire de Magister. Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. (2011).

[2] Kimball D.A, "Citus processing, a complete guide, second edition. Kimball D.A., Ed. Gaithersburg", An Aspen publication, (1999).

Conclusion générale

Conclusion générale

Les matériaux naturels occupent de plus en plus une place privilégiée dans le traitement et les extraits aromatiques de plantes sont utilisés dans diverses formulations, telles que les médicaments et les parfums.

Nos travaux ont porté sur une espèce de la famille de *Rutacées*, l'une des plus importantes familles d'agrumes en Algérie.

Afin de valoriser une plante médicinale aromatique de la famille des *Rutacées*, issue de deux régions de Ghardaïa (Mansourah et Bounoura), en l'occurrence *Citrus aurantium*, nous avons mené des analyses pour étudier les caractéristiques physico-chimiques de l'huile essentielle.

Quelques expériences effectuées sur la plante étudiée dont :

- Extraction des huiles essentielles par la méthode d'hydrodistillation ;
- Extraction des huiles essentielles par la méthode d'hydrodistillation type Clevenger ;
- Extraction des huiles essentielles par la méthode d'extraction par micro-onde ;
- Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile essentielle (Indice de peroxyde, Indice d'acide, Détermination d'AGL, PH, etc.).

Les résultats obtenus à partir de l'extraction et de la caractérisation de l'huile essentielle de l'écorce d'orange amer ont montré que le rendement le plus élevé de l'huile essentielle obtenue à partir de l'écorce d'orange amer utilisée dans les techniques d'hydrodistillation et d'hydrodistillation de type Clevenger le rendement d'orange amer fraîche pour les deux régions de Mansoura et de Bounoura. L'extraction par micro-ondes Le rendement d'orange amère sec était supérieur à l'orange fraîche. Dans ce travail, ils ont montré les résultats de récolte pour les huiles extraites des écorces d'orange amer. La meilleure méthode est la technique d'extraction par micro-ondes, considérée comme l'une des méthodes les plus rapides et les moins de consommation d'énergie. Le facteur temps est très important pour le rendement en huile extraite dans le processus.

Les valeurs des propriétés physico-chimiques obtenues à partir de la caractérisation de l'huile ont montré qu'elle peut être utilisée dans diverses industries de transformation pour produire d'autres produits de valeur.

L'orange amère est une richesse gaspillée qui peut être utilisée dans de nombreux domaines, elle sera nécessaire afin d'extraire les huiles essentielles à grande échelle.

Annexes

Annexe 1 : Association Française de la Normalisation

This preview is downloaded from www.sis.se. Buy the entire standard via <https://www.sis.se/std-907161>

INTERNATIONAL STANDARD**ISO 9844:2006(E)**

Oil of bitter orange (*Citrus aurantium* L.)**1 Scope**

This International Standard specifies certain characteristics of the oil of bitter orange (*Citrus aurantium* L.), in order to facilitate assessment of its quality.

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO/TR 210, *Essential oils — General rules for packaging, conditioning and storage*

ISO/TR 211, *Essential oils — General rules for labelling and marking of containers*

ISO 212, *Essential oils — Sampling*

ISO 279, *Essential oils — Determination of relative density at 20 °C — Reference method*

ISO 280, *Essential oils — Determination of refractive index*

ISO 592, *Essential oils — Determination of optical rotation*

ISO 875, *Essential oils — Evaluation of miscibility in ethanol*

ISO 4715, *Essential oils — Quantitative evaluation of residue on evaporation*

ISO 11024-1, *Essential oils — General guidance on chromatographic profiles — Part 1: Preparation of chromatographic profiles for presentation in standards*

ISO 11024-2, *Essential oils — General guidance on chromatographic profiles — Part 2: Utilization of chromatographic profiles of samples of essential oils*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the following terms and definitions apply.

3.1**oil of bitter orange**

essential oil obtained by expression, without heating, by mechanical treatment, from the pericarp of the fruit of *Citrus aurantium* L., of the Rutaceae family

NOTE For information on the CAS number, see ISO/TR 21092.

4 Requirements**4.1 Appearance**

Liquid.

4.2 Colour

Pale yellow to brownish green.

4.3 Odour

Characteristic of the outer part of bitter orange peel.

This preview is downloaded from www.sis.se. Buy the entire standard via <https://www.sis.se/std-907161>

ISO 9844:2006(E)

4.4 Relative density at 20 °C, d_{20}^{20}

American type		Equatorial type		Mediterranean type	
min.	max.	min.	max.	min.	max.
0,840	0,860	0,845	0,860	0,840	0,860

4.5 Refractive index at 20 °C

American type		Equatorial type		Mediterranean type	
min.	max.	min.	max.	min.	max.
1,472	1,476	1,473	1,478	1,472	1,476

4.6 Optical rotation at 20 °C

American type	Equatorial type	Mediterranean type
+ 88° to + 98°	+ 88° to + 95°	+ 88° to + 98°

4.7 Miscibility in ethanol, 90 % (volume fraction), at 20 °C

It shall not be necessary to use more than 8 volumes of ethanol, 90 % (volume fraction), to obtain a clear solution with 1 volume of essential oil.

4.8 Residue on evaporation

American type		Equatorial type		Mediterranean type	
min.	max.	min.	max.	min.	max.
3,5 %	6,0 %	3,0 %	6,0 %	3,5 %	6,0 %

4.9 Chromatographic profile

Analysis of the essential oil shall be carried out by gas chromatography. In the chromatogram obtained, the representative and characteristic components shown in Table 1 shall be identified. The proportions of these components, indicated by the integrator, shall be as shown in Table 1. This constitutes the chromatographic profile of the essential oil.

4.10 Flashpoint

Information on the flashpoint is given in Annex B.

Annexe 2 : matériels d'analyse chimique

L'indice de saponification



Résultat avants le titrage



Résultat après le titrage

L'indice d'acide



Résultat avants le titrage



Résultat après le titrage

AGL



Résultat avants le titrage



Résultat après le titrage

L'indice de peroxyde



Résultat avants le titrage



Résultat après le titrage