

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur Et de La Recherche Scientifique



Université de Ghardaïa

N° d'ordre :
N° de série :

Faculté des Sciences et Technologies
Département des Sciences et Technologie

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

Domaine : *Sciences et Technologies*

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : *Génie Chimique*

Par : DJEMAA ACHOUR

SABRINA ELHEDDI

Thème

**Extraction Des Huiles Essentielles, Des Lipides et Des Polyphénols
De deux Plantes Médicinales Locales**

LAVANDULA (STOECHIAS) et HALOXYLON SCOPARIUM

Soutenu publiquement le : 25/06/2018

Devant le jury :

**LAKHDARI A.HAKIM
MOULAY KEROUMIA
KEMASSI ABDALLAH
BABAAMER ZOHRA**

Maitre-Assistant MAA
Maitre-Assistant MAA
Maitre-Assistant MCA
Maitre de conférences MCA

Univ. Ghardaïa **Président**
Univ. Ghardaïa **Examineur**
Univ. Ghardaïa **Examineur**
Univ. Ghardaïa **Encadreur**

Année universitaire 2017/2018

Dédicace

A.

Ma très chère mère et mon très chère père

Mes très chers frères et sœurs.

Mes professeurs

A toute ma famille.

Et tous mes amis

Une spéciale dédicace à mon professeur :

ABABA AMER ZOHR

SABRINA EL HEDDE

Dédicace

J'Écris cet humble travail

A :

*L'esprit de ma défunte mère, récomposé par الله qui est la cause de tous
les succès de ma vie*

Mon très cher père

Ma grand mère et mon grand père

Mes oncle : Abdelkader, Abdelrahmen

Elhwari, khaled et Mouad

Mes cousins : Khadidja, Aicha, Massouda, Sacia

Ma sœur Ilham

Mes frères Abdallah et Dine

Ma chère Amani

Mes professeurs

A tous mes amis

Une spéciale dédicace à mon professeur : ABABA AMER ZOHRA

DJEMAA ACHOURE

Remerciements

Nous remercions tout d'abord **ALLAH** le tout puissant qui nous a guidés sur le bon chemin et nous a donné la force pour pouvoir dépasser toutes les difficultés.

Notre travail a été effectué au laboratoire de chimie, Université de Ghardaïa, Faculté des sciences et de la technologie, Département de génie chimique.

Nous remercions tous les professeurs qui sont passés par l'université et les ingénieurs des laboratoires pour leurs conseils.

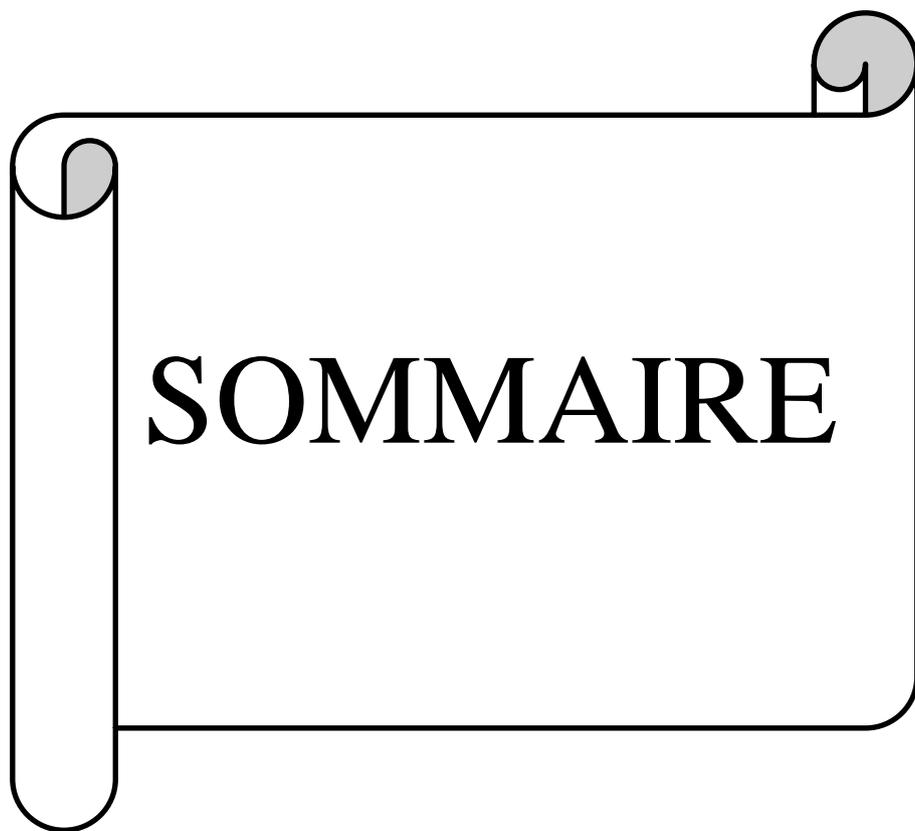
Nous tiens également à exprimer nos sincères remerciements à **M.BABA AMER ZOHRA** Maître de conférences pour leur encadrement pédagogique et scientifique, Aussi pour les précieux conseils, nos remerciements leur sont surtout adressés pour le suivi continu tout le long de la réalisation de notre mémoire de master avec la compétence que chacun de nous leur reconnaît.

Nos sincères remerciements s'adressent à monsieur le président du jury : **MR. ABDELHAKIM LAKHDARI**, de nous avoir fait l'honneur de présider le jury.

Nous tiens également à remercier, **MR ABDALLAH KEMECI** et **MME MOULAY KEROUMIA** qui ont accepté de juger notre travail, ainsi que de leur honorable présence.

Nos remerciements également tous les collègues de nos promo.

*DJEMAA ACHOUR
SABRINA EL HEDDI*



SOMMAIRE

SOMMAIRE

Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste d'abréviations	
Introduction	

PARTIE THEORIQUE

I. Plantes médicinales.....	04
I.1. Alcaloïdes.....	04
I.2.Caractéristiques des plantes médicinales.....	05
I.3.Utilisation des plantes médicinales	05
I.4. Phytothérapie.....	06
I.5. Parties de plantes médicinales utilisées	06
I.6. Mode d'emploi des plantes médicinales.....	06
I.6.1. L'infusion	07
I.6.2. Décoction.....	07
I.6.3. Macération	07
I.6.4.Extraction des sucres	08
I.7. Métabolites des plantes médicinales	08
I.7.1. Métabolites primaires.....	08
I.7.2. Métabolites secondaires	09
I.8.Composé phénoliques	09
I.8.1. Principes actifs	09
I.8.2. Principaux groupes	10
I.8.2.1. Composés phénoliques.....	10

I.8.2.2.Principales classes des composés phénoliques.....	11
I.8.2.2.1. Acides phénoliques simples	11
A / Acides hydroxybenzoïques.....	11
B / Acides hydroxycinnamiques.....	12
C / Coumarines.....	12
I.8.2.2.2. Tanins.....	13
I.8.3. Terpènes.....	14
I.8.4 Alcaloïdes	14

CHAPITRE II : Les Huile Essentielles Et Les Lipides

II. Huiles essentielles	16
II.1 Définition des huiles essentielle	16
II.2. Localisation des HE dans les tissus	16
II.3. Colorants d'origine les huiles essentielle	17
II.4. Caractères chimiques des HE	17
II.5. Solubilité des huiles essentielles dans les solvants organiques.....	17
II.6. Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles	18

II.7. Propriétés thérapeutiques des huiles essentielles (HE)	18
II.8. Toxicité des huiles essentielles.....	19
II.9. Méthodes d'extraction	19
II.9.1. Hydro distillation	19
II.9.2. Entrainement à la vapeur d'eau (Alambic)	20
II.9.3. Extraction par solvant	20
II.9.4. Soxhlet.....	20
II.9.5. Macération à froid	21
II.9.6. Ultrasons.....	21
II.9.7. Extraction par CO2 super critique	21
II.10. Méthodes d'analyse des huiles essentielles	21
II.10.1. Chromatographie sur couche mince CCM.....	22
II.10.2. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse GPC/SM)	23
II.10.3. Chromatographie liquide à haute performance	23
II.11. Lipides et Corps gras	24
II.11.1. Définition.....	24
II.11.2. Classification des lipides.....	24
II.11.3. Composition des corps gras.....	25
II.11.3.1. Constituants majeurs.....	25
II.11.3.2. Constituants mineurs.....	27

II.11.4. Propriétés physiques des lipides.....	27
II.11.4.1. Etat physique.....	28
II.11.4.2. Point de fusion.....	28
II.11.4.3. Viscosité	28
II.11.4.4. Solubilité	28
II.11.4.5. Densité	28
II.11.6. Indices physico-chimique	28
II.11.6.2. Indice d'acide IA	28
II.11.6.3. Indice de Saponification IS.....	29
II.11.6.4. Indice d'ester IE.....	29
II.11.6.6. Indice de réfraction η_{20D}	29
II.11.6.7. Indice d'iode	30

PARTIE PRATIQUE

CHAPITRE III : Matérielle et méthodes

III.1. Matériel végétale	32
III.1.1 <i>Haloxylon scoparium</i> (Pomel) (Remth).....	32
a)- Origine Et Representation Du <i>H. Scoparium</i>	32
b)- Position systématique.....	32
c)- Autre nomenclature	32
d)- Description botanique.....	33
e)- Composition et propriétés biologiques	33
F)- Utilisation	34
III.1.2. <i>Lavandula (stoechias)</i>.....	34
a)- Classification	34
b)- Caractéristiques de la famille <i>Lamiacée</i>	35
c)- Caractéristiques du genre <i>Lavandula</i>	35
d)- Description botanique	36
e)- Intérêt commercial et pharmacologique.....	36

III.2.Extraction Solide –liquide	36
• Avantages et les inconvénients de l'extraction par Soxhlet.....	37
III.2.1. Extraction des lipides par (Hexane).....	38
III.2.1. 1. Caractéristiques physico-chimiques des lipides.....	40
III.2.1.2. Indice d'acidité.....	40
III.2.1.3. Indice de saponification.....	41
III.2.1.4. Indice d'estérification.....	41
III.3.1. Hydro distillation.....	42
• Protocole expérimental.....	42
III.4. Analyses chromatographiques.....	45
III.4.1. Chromatographie analytique sur couche mince (CCM).....	45
III.4.2. Calcul du Rapport frontal (R_f)	45
III.5.Extraction des composés phénoliques.....	46
• Mode d'opérateur	46
III.6. Dosage des polyphénols totaux	48
• Protocole expérimentale	48

CHAPITRE IV : Résultats Et Discussion

IV.1. Extraction par macération	50
IV.1.1. Calcule le rendement d'extraction des composés phénoliques	50
IV.2. Etude photochimique	52
IV.2.1. Dosage des composés phénoliques	52
IV.3.Extraction des lipides par soxhlet	55
IV.3.1.Caractéristiques physico-chimiques des lipides.....	56
IV.3.1.1.Calcule les Indice physico-chimiques des lipides	56
IV.4.Extraction des huiles essentielles	58
IV.4.1.Calcule le rendement.....	58

IV.5. Analyse par chromatographie (CCM).....	59
IV.5.1.Résultats de séparation par (CCM).....	59
Conclusion.....	62
Annexe.....	65
Référence bibliographique.....	69
Résumé	

LISTE DES ABREVIATIONS

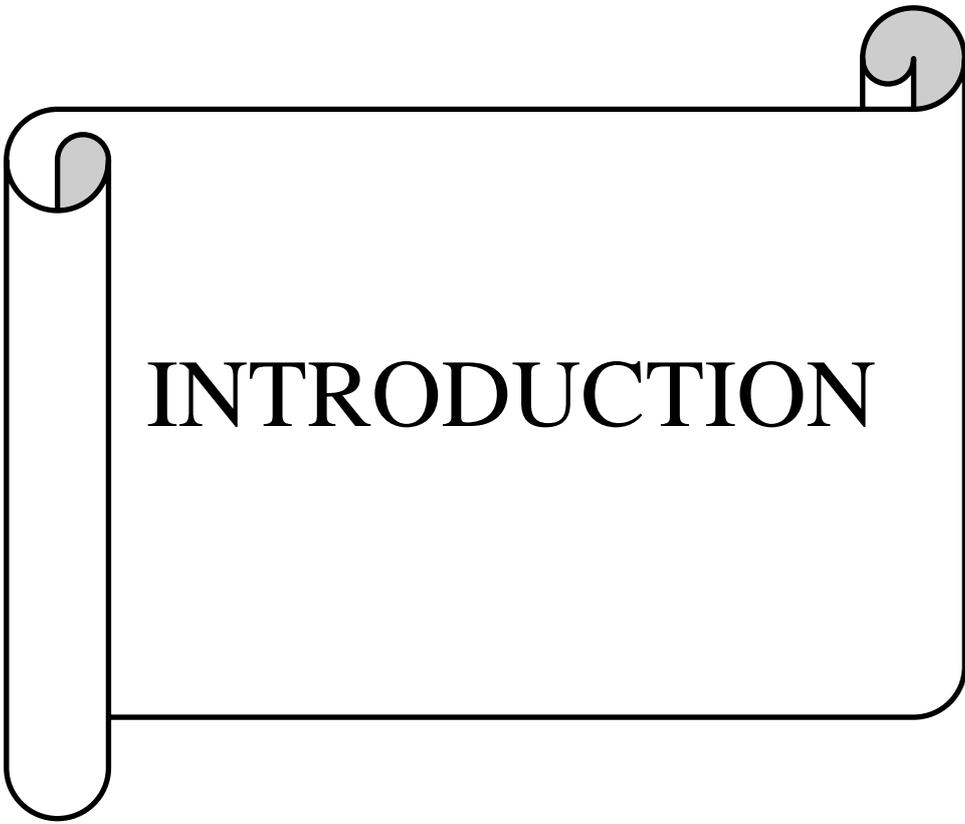
PAM	Plante Aromatique Médicinale
H.E	Huiles Essentielles
<i>H.Scoparium</i>	<i>Haloxylon Scoparium</i>
<i>L.stoechias</i>	<i>Lavandula stoechias</i>
CCM	Chromatographie sur couche mince
CPG	Chromatographie en phase gazeux
CPG/SM	Chromatographie en phase gazeux Couplée à la spectrométrie de masse
SM	Spectrométrie de Masse
UV	Ultra-violet
GEA	Equivalent acide gallique
M^{AG} moy	La masse moléculaire moyenne des acide gras constitutifs
M^{TAG} moy	La masse moléculaire moyenne des triglycérides
I_A	Indice d'acidité
I_S	Indice de Saponification
I_E	Indice d'ester
I_I	Indice d'iode
I_R	Indice de réfraction
λ	Longueur d'onde

LISTE DES TABLEAUX

Titre de Tableaux	Page
Tableau I.1 : Les principales classes de composés phénoliques dans les plantes	11
Tableau I.2 : Principaux acides hydroxycinnamiques	12
Tableau I.3 Principaux types de coumarines	13
Tableau IV.1 : le rendement de l'extrait obtenu à partir de trois solvants	50
Tableau IV.2 : calcule les concentrations des extraits de deux plants	53
Tableau IV.3 Teneur de poly phénole trouvés dans notre laboratoire	53
Tableau IV.4 : représentant le rendement des lipides	55
Tableau IV.5 : les résultats des Indice physico-chimiques des lipides	56
Tableau IV.6 : Les résultats des huiles essentielles	58
Tableau IV.7 : Les résultats de CCM des huiles et les lipides	59

LISTE DES FIGURES

Titre de figure	Page
Figure I.1: Squelette de base d'acide rosmarinique, principe actif majeur des plantes de la famille de Lamiacées.	09
Figure II.1.: Chambre de développement à cuve verticale et plaque de CCM	23
Figure II.2.: Structure de triglycérides	24
Figure II.3 : schéma d'un triglycé	25
Figure II.4 : Formule générale des acides gras	26
Figure II.5 : les constituants des phospholipides	27
Figure III.1 : photo de <i>Haloxylon scoparium</i> (Pomel)	33
Figure III.2 : photo de <i>Lavandula</i>	35
Figure III.3 : Montage de soxhlet	38
Figure III.4: Les étapes de l'extraction des lipides	39
Figure III.5 : Montage de distillation	42
Figure III.6: Les étapes de l'extraction des huiles essentielles	43
Figure III.7 : Mode de dépôt pour une plaque de CCM	45
Figure III.8 : Cuve de CCM	45
Figure III.9: Les étapes de l'extraction des polyphénols par macération	47
Figure III.10 : spectrophotomètre UV-visible	50
Figure IV.1 l'histogramme de rendement de l'extraction de polyphénole	51
Figure IV.2 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique pour le dosage des polyphénols totaux	52
Figure IV.3. : Histogramme représente La concentration de l'extrait de deux plants <i>H.scoparium</i> et <i>L.stoechias</i>	54
Figure IV.5 Histogramme représente le rendement des lipides	55



INTRODUCTION

INTRODUCTION

Si votre projet est à l'échelle d'une année, semez du blé. S'il est à l'échelle d'une décennie, plantez des arbres. Mais si votre projet est l'échelle d'une vie, cultivez, enseignez et éduquez l'être humain"

Maxime chinoise.

Les ressources végétales spontanées du Sahara constituent flore d'environ 500 espèces de plantes supérieures (Ozenda, 1983), dont une partie reste de nos jours utilisée par les populations comme plantes médicinales.

Au Maroc, en Algérie et en Tunisie, la phytothérapie est utilisée depuis toujours dans le secteur de la médecine traditionnelle. Les pharmacopées régionales s'inspirent principalement de la médecine arabe classique et de l'expérience locale des populations en matière de soins. Elles reflètent à la fois l'histoire des Maghrébins et les spécificités de leur environnement naturel. Aujourd'hui les plantes jouent encore un rôle très important dans les traditions médicales et la vie des habitants de cette région du monde, mais les règles de leur utilisation manquent parfois de rigueur et ne tiennent pas compte des nouvelles exigences de la thérapeutique moderne

Parmi, ces plantes médicinales, nous nous sommes intéressés plus particulièrement à une plante appartenant à la famille des Asclepiadaceae *Pergularia Tomentosa* .L Une plante médicinale provenant de la région de Ghardaïa le choix tactique de cette plante est basée sur quelques données ethnopharmacologiques indiquant son utilisation contre certaines maladies courantes.

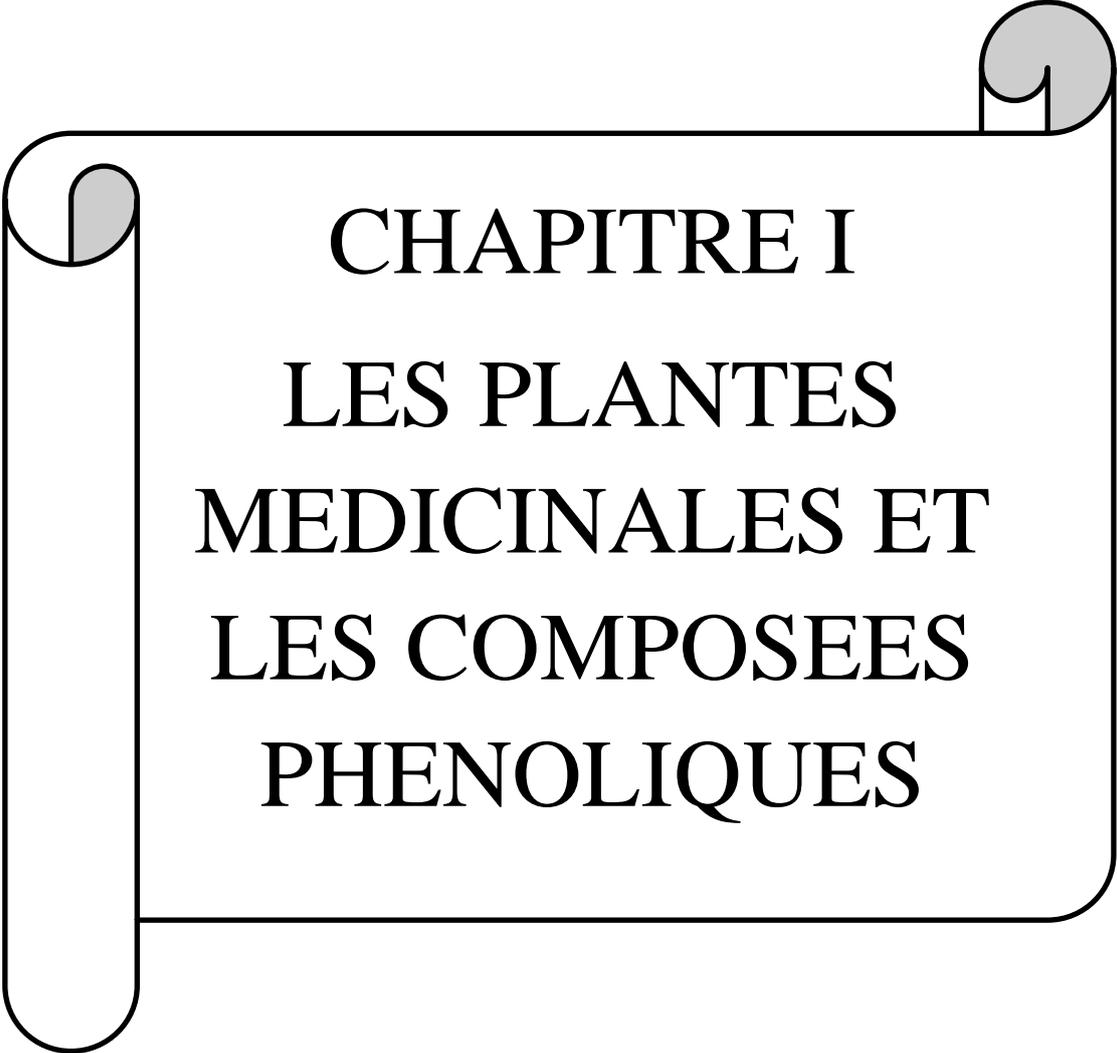
Notre travail sera donc réparti en quatre chapitres, initié par une recherche bibliographique ou apporte dans le premier et deuxième chapitre on sera consacré aux généralités sur les plantes médicinales et les polyphénols et les flavonoides. Et enfin, les huiles essentielles les lipides.

INTRODUCTION

Le troisième chapitre élucide la composition, les activités biologiques de deux groupes importants de métabolites secondaires produit par cette plante et qui sont les lipides et les polyphénols.

La quatrième nous donnera exploitation des résultats et discussions.

Nous rapportant aussi une étude comparative sur les propriétés chimique physique des différents extraits obtenus afin de choisi les composes les plus efficaces de deux plantes *Haloxylon scoparium* originaires de GHARDAIA et *lavandula stoechias* ou se trouve dans les Hautes-terres hautes de DJELFA et BAYADE ou le grand Sahara.



CHAPITRE I
LES PLANTES
MEDICINALES ET
LES COMPOSEES
PHENOLIQUES

L'histoire des plantes aromatiques ((P.A.M)) est associée à l'évolution des civilisations. Dans toutes les régions du monde, l'histoire des peuples montre que ces plantes ont toujours occupé une place importante en médecine, dans la composition parfums et dans les préparations culinaires.

La plupart des espèces végétales qui poussent dans le monde entier possèdent des vertus thérapeutiques car elle contient des principes actifs qui agissant directement sur l'organisme on les utilise aussi bien en médecine classique qu'en phytothérapie [1].

I. Les plantes médicinales :

I.1.Définition des plantes médicinales :

D'après la Xème édition de la Pharmacopée française, les plantes médicinales "sont des drogues végétales au sens de la Pharmacopée européenne dont au moins une partie possède des propriétés médicamenteuses".

Ces plantes médicinales peuvent également avoir des usages alimentaires, condimentaires ou hygiéniques.

En d'autres termes nous pouvons dire qu'une plante médicinale est une plante dont un des organes, par exemple la feuille ou l'écorce, possède des vertus curatives lorsqu'il est utilisé à un certain dosage et d'une manière précise. Au Moyen Âge, on parlait de "simples" [2].

Dans le Code de la Santé Publique, il n'existe pas de définition légale d'une plante médicinale au sens juridique [2].

C'est une plante, non mentionnée en tant que médicinale, qui est en vente libre par les pharmaciens.

Pourtant en France, une définition officielle en est donnée par la jurisprudence : "une plantée dite médicinale lorsqu'elle est inscrite à la pharmacopée et que son usage est exclusivement médicinal, c'est-à-dire que les plantes sont présentées pour leurs propriétés préventives ou curatives à l'égard des maladies humaines ou animales [2].

I.2.Caractéristiques des plantes médicinales:

- Les plantes médicinales présentent en effet des avantages dont les médicaments sont souvent dépourvus [3].

- **Caractéristiques économiques :**

Quelques centaines des plantes aromatiques, parmi d'innombrables espèces recensées dans la nature, sont exploitées à l'échelle commerciale, c'est en partie par ce que les facteurs agronomiques, climatiques, botaniques et olfactifs sont limitatifs mais d'autre critères sont aussi à prendre en compte [4].

- **Caractéristiques traditionnelles:**

Un certain nombre de plantes médicinales sont encore utilisées de nos jours sous forme de décoctions et infusion mais la plupart entre elles ont été délaissées au profit de produits pharmaceutiques de synthèse. Cependant, les connaissances actuelles permettant d'analyser ces plantes et souvent de comprendre l'activité préconisée par nos ancêtres. [5].

I.3.Utilisation des plantes médicinales :

Il faut savoir que les plantes médicinales sont utilisées par l'homme depuis près de 7000 ans et que certains animaux, comme les grands singes, les consomment dans un but thérapeutique [6].

Les plantes médicinales sont utilisées depuis longtemps comme remèdes contre plusieurs maladies. A titre d'exemple, l'ail, le gingembre, la menthe, le thym, la sauge, le fenugrec, le genévrier, l'origan et l'absinthe sont utilisés comme antiseptiques, anti-inflammatoires, antiparasitaires et pour la stimulation de la digestion et le traitement de plusieurs maladies gastro-intestinales. Récemment, le développement de la résistance microbienne aux antibiotiques disponibles ainsi que les effets secondaires négatifs infligés par les drogues modernes a mené les chercheurs à étudier l'activité antimicrobienne des plantes médicinales [7].

I.4. La phytothérapie :

Le mot phytothérapie devient de deux mots grecs qui signifient essentiellement « Soigner avec les plantes ». C'est une Traitement ou prévention des maladies par l'usage de certaines parties de

Plantes médicinales telles que les racines, les tiges ou les feuilles. Elle fait partie des médecines parallèles ou des médecines douces [8].

Il y'a différents types de phytothérapie, on site [9].

- **Aromathérapie** : est une thérapeutique qui utilise les extraits aromatiques de plantes (essences et ou huiles essentielles), ce sont des produits complexes à utiliser souvent à travers la peau.
- **Gemmothérapie** : est une thérapeutique qui utilise les extraits alcooliques des tissus embryonnaires végétaux en croissance tel que jeunes pousses, bourgeons et les radicules.
- **Herboristerie** : consiste dans la préparation et la commercialisation de plantes médicinales ou de préparations dérivées. La préparation repose sur des méthodes simples, le plus souvent à base d'eau : décoction, infusion, macération.
- **Homéopathie** : elle consiste à traiter une maladie par des substances susceptibles de produire des troubles semblables à ceux déterminées par la maladie elle-même.
- **Phytothérapie pharmaceutique** : utilise des produits d'origines végétales obtenus par extraction et qui sont dilués dans de l'alcool éthylique ou un autre solvant.

Après transformation chimique, les plantes sont vendues sous forme de tisanes, de liquide, de sachets, ou de gélules.

I.5. Parties de plantes médicinales utilisées :

Les différentes parties de la même plante médicinale peuvent présenter des constituants chimiques très différents et qui n'ont pas la même action thérapeutique. Généralement, en médecine traditionnelle, la partie qui contient le plus de principes actifs est la plus employée. Les différentes parties de plantes qui peuvent être employées chez la plupart des populations comme par exemple : (les racine, rhizome, bulbe, huile essentielle, bois, graine...etc.) [10].

I.6. Mode d'emploi des plantes médicinales :

Pour assurer l'action du médicament, il est nécessaire de traiter la plante, de la transformer pour en tirer la substance ayant une action spécifique. Etant donné la multiplicité des

composants constituant les principes actifs de chaque plante et la spécificité d'action de chacun d'entre eux, il a été nécessaire d'élaborer des méthodologies diverses, qui permettent, selon le but recherché, leur extraction [7].

Ces manipulations sont au nombre de quatre : l'infusion, la décoction, la macération, et l'extraction des sucs :

I.6.1. L'infusion :

L'infusion est la forme de préparation la plus simple ; on l'applique généralement aux organes délicats de la plante : fleurs, feuilles aromatiques, sommités. Cette forme permet d'assurer une diffusion optimale des substances volatiles : essences, résines, huiles...

L'infusion est préparée en versant de l'eau bouillante sur une quantité spécifique de matière végétale en laissant reposer la mixture pendant 10-15 minutes, il s'agit d'un procédé semblable à la préparation d'un thé commun dans une théière. On emploie, en général, comme pour la décoction, un produit végétal pour dix parts d'eau [7].

I.6.2. La décoction:

Cette préparation s'opère en faisant bouillir les plantes, le plus souvent dans de l'eau, parfois dans du vin (alcool). Elle convient surtout aux écorces, aux racines, tiges et fruits [10].

Le processus d'extraction par décoction consiste à faire bouillir, une partie ou la totalité de la plante, pendant un temps déterminé (10 à 30 mn), de la laisser ensuite macérer pendant un autre laps de temps et procéder enfin au filtrage à l'aide d'un papier spécial ou d'une toile à trame fine. On prend, généralement, 10g d'eau pour un gramme de produit végétal [7].

I.6.3. La macération :

Les macérations concernent généralement les plantes dont les substances actives risquent de disparaître ou de se dégrader sous l'effet de la chaleur (par ébullition). Elles peuvent être définies comme des infusions froides de longue durée (de plusieurs jours) [7]. Cette préparation s'obtient en mettant les plantes, en contact, à froid, avec un liquide quelconque. Ce liquide peut être du vin, de l'alcool, de l'eau ou de l'huile. Le temps de contact est parfois très long, en effet, les plantes aromatiques ou amères devront macérer entre deux et douze heures. Les macérations à l'eau sont plus rarement employées, car elles ont l'inconvénient de fermenter facilement ne doivent pas de toute manière, excéder une dizaine d'heures [10].Sauf indication médicale, macérations se préparent à raison d'une de plante pour vingt parts de liquide [7].

I.6.4. L'extraction des sucs :

Ce procédé exige que les plantes soit absolument fraîches et humide. Les sucs contiennent les sels minéraux, les vitamines qu'a élaborées, ainsi que les autres substances obtenues par pression. Par cette méthode, on n'obtient pas tous les principes actifs, mais la structure des composants sensibles à la chaleur ne sera pas modifiée. Pour une utilisation domestique, on peut extraire les sucs en procédant un appareil approprié, telle une petite presse, ou grâce à une centrifugeuse moderne qui permet la récupération de presque tous les sucs contenus dans la plante [7].

I.7. Les métabolites des plantes médicinales :

On généralités, majeures des végétaux réside dans leur capacité à produire des substances naturelles très diversifiées. En effet, à côté des métabolites primaires classiques (glucides, protides, lipides, acides nucléiques), ils accumulent fréquemment des métabolites dits " secondaires" dont la fonction physiologique n'est pas toujours évidente mais qui représentent une source importante de molécules utilisables par l'homme dans des domaines aussi différents que la pharmacologie ou l'agroalimentaire [7].

I.7.1. Métabolites primaires :

Les métabolites primaires sont caractérisés par leur caractère nécessaire et vital à la survie de la cellule ou de l'organisme. Ils ont un rôle essentiel pour le métabolisme et le développement végétal se retrouvent dans toutes les espèces [7].

- Les glucides représentent une source d'énergie surtout au niveau des parois (cellulose).
- Les lipides constituent aussi une source d'énergie présente dans les membranes cellulaires.
- Les aminoacides représentent une source primaire de construction des protéines [11].

Les glucides sont des constituants universels des organismes vivants. Parfois appelés hydrates de carbone, ce sont, en première approximation, des composés organiques carbonylés (aldéhydiques ou cétoniques) polyhydroxylés. On englobe dans le groupe des glucides leurs dérivés d'oxydation ou de réduction (acides uroniques, polyols), leurs esters et leurs éthers, leurs dérivés aminés (osamines) [12].

I.7.2. Métabolites secondaires :

Une des particularités des végétaux est de former de nombreux composés dont le rôle au niveau de la plante n'est pas encore parfaitement élucidé. Le fait que beaucoup de ces composés ne se rencontrent pas chez toutes les espèces montre qu'ils n'entrent pas dans le

métabolisme général (métabolisme primaire) : ce sont des métabolites secondaires qui n'exercent aucune fonction directe aux niveaux des activités fondamentales de l'organisme végétal (croissance, développement, reproduction...) mais peuvent jouer différents rôles pour la survie du végétal lui-même (rôle de résistance) [7]

I.8. Principes actifs :

Parmi les originalités majeures des végétaux leurs capacités à reproduire des substances naturelles très diversifiées. En effet, à côté des métabolites primaires classiques, glucides, protides, lipides, ils accumulent fréquemment des métabolites secondaires. Ces derniers, représentent une source importante de molécules utilisables par l'homme dans des domaines aussi différents que la pharmacologie ou l'agroalimentaire [13].

Les principes actifs d'une plante médicinale sont les composants biochimiques naturellement présents dans une plante, ils lui confèrent son activité thérapeutique. Les principes actifs se trouvent dans toutes les parties de la plante, mais de manière inégale et ils n'ont pas les mêmes propriétés (Figure I.1). Exemple type, l'oranger ; ses fleurs sont sédatives, mais son écorce est apéritive [14].

Plus de 200.000 structures de métabolites secondaires ont été identifiées. Ces structures jouent un rôle important dans l'odorat et protection de plante contre les ravageurs et radiations ultra-violettes solaires. Ils ont aussi un rôle important dans les interactions de la plante avec son environnement, telle que l'attraction des insectes pollinisateurs, communication intercellulaire, défense et régulation des cycles catalytiques [13].

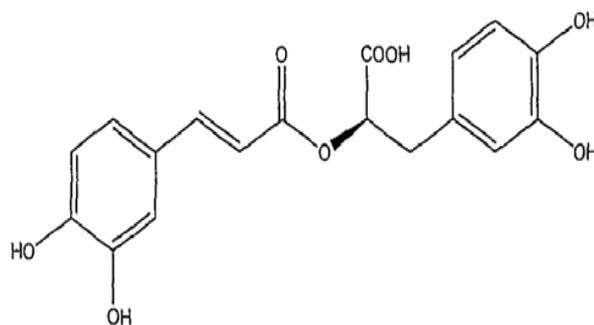


Figure I.1.: Squelette de base d'acide rosmarinique, principe actif majeur des plantes de la famille de Lamiacées [13]

I.8.2. Principaux groupes :

Les métabolites secondaires sont classés en trois grands groupes : les composés phénoliques, terpènes et alcaloïdes. Chacune de ces classes renferme une très grande diversité de composés qui possèdent une très large gamme d'activités en biologie humaine [15].

I.8.2.1. Les composés phénoliques :

Pour le chimiste, un composé phénolique est caractérisé par la présence d'au moins un noyau benzénique auquel est lié au moins un groupe hydroxyle, libre ou engagé dans une autre fonction : éther, ester, hétéroside. Et pour le photochimiste, un composé phénolique est un dérivé non azoté dont le ou les cycles aromatiques sont principalement issus du métabolisme de l'acide shikimique et/ou de celui d'un polyacétate. Ces deux voies d'aromatisation sont en effet sauf rares exceptions celles qui permettent au végétal de construire le noyau aromatique :

➤ **La voie de shikimate**

C'est souvent la voie de biosynthèse des composés aromatiques, elle joue un rôle critique pour contrôler le métabolisme de la voie de l'acide shikimique [13].

➤ La voie de l'acide shikimique conduit aux acides cinnamiques et à leurs dérivés : acides benzoïques et phénylpropanoïques, acétophenones, lignanes et lignines, coumarines.

➤ La voie de l'acétate conduit par cyclisation d'un polyacétate aux chromones, orcinols et autres quinones.

➤ La participation simultanée de ces deux précurseurs à un même processus conduit pour sa part [16].

Ils sont présents dans toutes les parties des végétaux supérieurs (racines, tiges, feuilles, fleurs, pollens, fruits, graines et bois) et sont impliqués dans de nombreux processus physiologiques comme la croissance cellulaire, la rhizogenèse, la germination des graines ou la maturation des fruits [17].

Les composés phénoliques ou polyphénols sont des métabolites secondaires largement répandus dans le règne végétal. Ils sont présents dans tous les fruits et légumes [13].

Plus de 8000 structures ont été identifiées à partir de simples molécules comme les acides phénoliques, jusqu'aux les substances hautement polymérisées comme les tanins.

Ces molécules constituent la base des principes actifs trouvées au niveau des plantes médicinales. Ils possèdent un effet antioxydant, antibactérien et antifongique et ils sont des protecteurs contre l'apparition de certains cancers [13].

En effet, une alimentation équilibrée fournit à l'homme

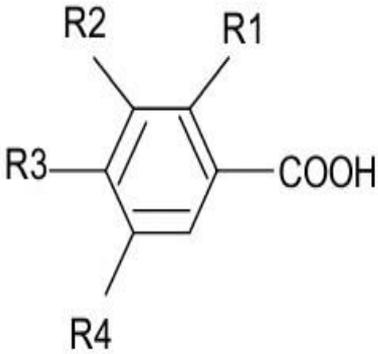
I.8.2.2.Principales classes des composés phénoliques

I.8.2.2.1. Les acides phénoliques simples :

A / Acides hydroxybenzoïques :

- Sont des dérivés de l'acide benzoïque
- Ont une structure générale de base de type (C₆-C₁)
- Existents souvent sous forme d'esters ou de glycosides
- Les acides hydroxybenzoïques les plus abondants sont représentés dans le tableau I :

Tableau I.1.: Principaux acides hydroxybenzoïques[18]

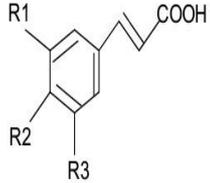
Structure	R4	R3	R2	R1	Acides phénoliques
	H	H	H	H	Acide benzoïque
	H	H	OH	H	Acide Protocatechique
	H	OH	OH	H	Acide phydroxy Benzoïque
	H	OCH ₃	OH	H	Acide vanillique
	H	OH	OH	OH	Acide gallique
	OH	OCH ₃	H	OCH ₃	Acide salicylique
	OH	H	H	OH	Acide gentisique

B / Acides hydroxycinnamiques:

- Dérivent de l'acide cinnamique
- Ont une structure générale de base de type (C₆-C₃)
- Existent souvent sous forme combinée avec des molécules organiques
- Les degrés d'hydroxylation et de méthylation du cycle benzénique, conduisent à une réactivité chimique importante de ces molécules,

Le tableau I.2 représente les principaux acides hydroxycinnamiques.

Tableau I.2. : Principaux acides hydroxycinnamiques [18]

Structure	R1	R2	R3	Acides phénoliques
	H	H	H	Acide cinnamique
	H	OH	H	Acide p coumarique
	OH	OH	H	Acide caféique
	OCH ₃	OH	H	Acide férulique
	OCH ₃	OH	OCH ₃	Acide sinapique

C / Coumarines :

Les coumarines dérivent des acides hydroxycinnamiques par cyclisation interne de la chaîne latérale

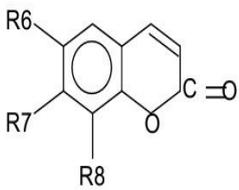
Les coumarines ont un squelette en C₆-C₃, mais ils possèdent un atome d'oxygène hétérocycle dans le cadre de l'unité C₃ [19]. Elles sont issues du métabolisme de la phénylalanine via un acide cinnamique, l'acide Pcoumarique.

Les coumarines sont cytotoxiques, antivirales, immunostimulantes, tranquillisantes, vasodilatatrices, anticoagulantes (au niveau du cœur), hypotensives ; elles sont également bénéfiques en cas d'affections cutanées.

Les coumarines libres sont solubles dans les alcools et les solvants organiques tels que l'éther ou les solvants chlorés dans lesquels ils sont extractibles. Les formes hétérosidiques sont plus ou moins solubles dans l'eau. Elles ont un spectre UV caractéristique, fortement influencé par la nature et la position des substituants. En lumière ultra-violette, les CCM présentent des tâches dont la coloration varie du bleu au pourpre en passant par le jaune.

L'odeur de foin fraîchement coupé de la coumarine est très utilisée en parfumerie et dans les produits cosmétiques [20].

Tableau I.3 : Principaux types de coumarines [18]

Structure	R8	R7	R6	Acides phénoliques
	H	OH	H	Umbelliférol
	OH	OH	H	Aesculol
	OCH3	OH	H	Scopolétole
	OCH3	OH	OH	Fraxétole
	H	OH	OH	Daphnétole

I.8.2.1.2. Les flavonoïdes :

- **Définition :**

Les flavonoïdes sont des pigments quasiment universels des végétaux. Presque toujours hydrosolubles, ils sont responsables de la coloration des fleurs, des fruits et parfois des feuilles. Tel est le cas des flavonoïdes jaunes (chalcones, aurones, flavonol jaunes), des antyocyanosides rouges, bleus ou violets. Quand ils ne sont pas directement visibles, ils contribuent à la coloration par leur rôle de Co-pigments, Dans certains cas, la zoned'absorption de la molécule est située dans le proche ultraviolet [16].

- **Structure :**

Les flavonoïdes ont tous la même structure chimique de base, ils possèdent un squelette carboné de quinze atomes de carbones constitué de deux cycles aromatiques (A) et (B) qui sont reliés entre eux par une chaîne enC₃ en formant ainsi l'hétérocycle (C) Généralement, la structure des flavonoïdes est représentée selon le système C₆-C₃-C₆en formant une structure de type diphényle propane dont dégroupements hydroxyles, oxygènes, méthyles, ou des sucres peuvent être attachés sur les noyaux de cette molécule [18].

I.8.2.2.2. Les tanins :

Les tanins sont des composés phénoliques complexes, hydrosolubles ayant un poids moléculaire compris entre 500 et 3 000 Da, ils peuvent former des complexes avec les

protéines grâce à la présence de plusieurs groupements hydroxyles phénoliques. Ils sont présents dans plusieurs plantes fourragères avec des proportions différentes, selon leur nature chimique ces composés sont divisés en deux classes : les tanins hydrolysables et les tanins condensés [18].

Les tanins sont des inhibiteurs pour plusieurs microorganismes du rumen et spécialement, les protozoaires ciliés, la flore fibrolytique et les archaebactéries méthanogènes.

Les tanins à faible poids moléculaire ont une activité inhibitrice plus importante car ils sont capables de former des liaisons plus fortes avec les enzymes et les protéines en général, comparativement aux tanins à un poids moléculaires élevé. L'inclusion des différents types de fourrages riches en tanins montre une réduction de la production de méthane in vitro et in vivo, cependant, la digestibilité est susceptible d'être fortement diminuée si la concentration de ces composés dépasse les 5% dans la ration [18].

I.8.3. Les terpènes :

La très grande majorité des terpènes sont spécifiques du règne végétal mais on peut en rencontrer chez les animaux. Tous les terpènes et les stéroïdes peuvent être considérés comme formés par l'assemblage d'un nombre entier d'unités penta carbonées ramifiées dérivées de l'IPP [16].

Selon le nombre d'entités isoprène qui sont incorporées dans leurs structures, les terpènes sont subdivisés en : monoterpènes ($C_{10}H_{16}$), sesquiterpènes ($C_{15}H_{24}$), diterpènes ($C_{20}H_{32}$), triterpènes ($C_{30}H_{48}$), tetraterpènes ($C_{40}H_{64}$) et polyterpènes (C_nH_{2n}).

I.8.4 Alcaloïdes :

Alcaloïdes sont métabolites secondaires de structure complexe et qui répondent aux critères suivants :

Molécules organiques

- Molécules azotées = caractère basique
- Insolubles dans l'eau
- Donnent des sels solubles dans l'eau en milieu acide.

Il existe de très nombreux alcaloïdes avec des propriétés pharmacologiques variées

Souvent très toxiques (marge thérapeutique étroite) [13].



CHAPITRE II
LES HUILES
ESSENTIELLES
ET LES
LIPIDES

Actuellement, les plantes aromatiques possèdent un atout considérable grâce à la découverte progressive des applications de leurs huiles essentielles dans les soins de santé ainsi que leurs utilisations dans d'autres domaines d'intérêt économique. Leurs nombreux usages font qu'elles connaissent une demande de plus en plus forte sur les marchés mondiaux.

Les lipides c'est un ensemble hétérogène de composés faisant des constitutions des êtres vivants et ayant la propriété commune d'être insoluble dans l'eau.

II.1 Définition des huiles essentielle :

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

La norme AFNOR NF T 75-006 (octobre 1987) a donné la définition suivante d'une huile essentielle : "Produit obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe des citrus, soit par distillation à sec" [21].

Les huiles essentielles sont des liquides huileux aromatiques très concentrés renfermant des mélanges complexes des substances volatils constitués de plusieurs dizaines de composés, obtenus à partir d'un type d'aromates et plantes aromatiques (fleurs, bourgeons, graines, permissions, brindilles, aboiement, herbes, bois ,fruits et racines), et dans toutes les régions climatiques du globe. Les facteurs environnementaux comme la température, l'irradiante et la photopériode peuvent jouer un rôle primordial sur la qualité et la quantité de l'huile essentielle Cette huile essentielle se compose de plus d'une centaine de composés, principalement des terpènes [21].

II.2. Localisation des HE dans les tissus :

Les HE peuvent s'accumuler dans des cellules isolées qui se distinguent des cellules banales par leur teinte plus jaune et leurs parois épaisses, légèrement subérisées. C'est le cas chez les *Lauracées*. Elles peuvent former de fines gouttelettes parsemant le protoplasme de cellules épidermiques (épiderme supérieur des pétales de Rose). Mais généralement les épidermes des pétales de fleurs odorantes ne contiennent pas de grosses réserves d'essences.

Les essences sont vaporisées de façon continue au cours de leur formation [22].

II.3. Les colorants d'origine les huiles essentielle :

Le β -carotène se rencontre dans toutes les huiles végétales. C'est un colorant particulièrement sensible à la chaleur et à l'oxydation. Il est transformé en un composé incolore par hydrogénation. La chlorophylle est présente en grande quantité dans les huiles.

Les colorants d'origine oxydative sont responsables de la couleur brune de certaines huiles. Ils sont beaucoup plus gênants que les précédents car ils ne sont que peu tenus par les produits adsorbant utilisés pour décolorer les huiles [23].

II.4. Caractères chimiques des HE :

Les HE sont avant tout des composés terpéniques. Du strict point de vue chimique, les terpènes apparaissent comme des polymères d'un carbure d'hydrogène diéthylénique, l'isoprène. Selon le nombre de résidus isoprènes que groupent les composés terpéniques, on distingue les terpènes simples, formés de deux isoprènes, $C_{10}H_{16}$.

- les sesquiterpènes, formés de trois isoprènes, $C_{15}H_{24}$.
- les diterpènes, formés de quatre isoprènes, $C_{20}H_{32}$.

Ces trois premiers groupes sont à l'origine de très nombreuses essences.

- les triterpènes (six isoprènes) qui, par oxydation, conduisent à de nombreuses résines.
- les tétraterpènes (huit isoprènes) qui conduisent aux caroténoïdes ; résines.
- les tétraterpènes (huit isoprènes) qui conduisent aux caroténoïdes.
- les polyterpènes (n isoprènes) qui comprennent, en particulier, le caoutchouc et la gutt-percha [23].

II.5. Solubilité des huiles essentielles dans les solvants organiques:

Les huiles essentielles solubles dans les solvants organiques usuels, sont liposolubles, Les huiles essentielles entraînaient à la vapeur d'eau, sont très peu solubles dans l'eau. Elles le sont toutefois suffisamment pour communiquer à celle-ci une odeur nette (on parle d'eau aromatique) [21].

A ces caractères de solubilité se limite la ressemblance avec les huiles grasses. Si les

HE forment une tache transparente sur le papier, celle-ci disparaît rapidement car les essences végétales sont très volatiles (contrairement aux résines qui, habituellement dissoutes dans les essences, laissent un résidu visqueux ou solide après évaporation des essences). Grâce à cette propriété, les essences végétales diffusent rapidement au travers des épidermes, même au travers des cuticules épaisses et se répandent dans l'atmosphère. Ce caractère, associé à la propriété qu'ont la plupart des essences végétales de posséder une odeur très prononcée, et souvent agréable, les rend responsables de l'odeur caractéristique de nombreux végétaux odoriférants [22].

II.6. Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles :

L'huile essentielles possède certaines caractéristiques physico-chimiques qu'il est possible de mesurer au laboratoire à l'aide de techniques simples ou d'appareillages plus complexes. Les huiles essentielles sont incolores ou jaune pâle à l'état liquide et à température ordinaire. Toutes les huiles essentielles sont volatiles et odorantes, elles sont peu solubles dans l'eau, solubles dans les huiles végétales, dans les alcools et dans la plupart des solvants organiques. Elles sont altérables et sensibles à l'oxydation [24].

II.7. Propriétés thérapeutiques des huiles essentielles (HE) :

Les H.E possèdent différentes propriétés diverses:

- Des effets artificiels de certaines essences, notamment des souches résistantes désormais à des antibiotiques récents. Parmi ces molécules antibactériennes les puissantes citons: le caracole, le thymol et l'eugénol (des phénols). Cette activité antivirale se retrouve surtout dans les H.E contenant des cétones; des monoterpènes ou certains aldéhydes.
- Des effets calmants et antispasmodique: les aldéhydes (citral de la verveine, cuminal du cumin, les esters (gévenyle, salicylate de méthyle,...)).
- Des effets antiparasitaires (surtout des phénols).
- Des effets anti-inflammatoires: des aldéhydes (citral, cumin, citronnelle). Les H.E peuvent être aussi fongicide, expectorantes, diurétique...etc.

Les H.E agissent sous différentes formes, suivant l'affection à traiter ou les soins à donner. Le fait est que le terme d'aromathérapie signifie littéralement le pouvoir thérapeutique olfactif par inhalation. C'est exact, mais très restrictif. L'inhalation des H.E est un moyen connu

depuis très longtemps pour favoriser la régénération, la vitalité, le bien être en cas de sinusites, de maux de gorges, de céphalées, d'infections respiratoire [25].

II.8. Toxicité des huiles essentielles:

Cet aspect de la connaissance des huiles essentielles est d'autant plus important que le développement thérapeutique telles que l'aromathérapie (définie comme le traitement des maladies par les essences de plantes ainsi que la connotation "produit naturel" attaché à ces produits conduisent à une utilisation souvent abusive.

La toxicité chronique des huiles essentielles est assez mal connue; on manque aussi des données sur leurs éventuelles propriétés mutagènes, tératogènes ou cancérogènes.

On connaît par contre beaucoup mieux le risque de toxicité aiguë lie a une ingestion massive, en particulier la neurotoxique des huiles essentielles à thuyone (thuya, absinthe, tanaïsie, sauge, officinale) ou à pinocomphone (hysope): ces cétones induisent des crises épileptiformes et tétaniformes, des troubles psychiques et sens oriels nécessitant l'hospitalisation [25].

De telles intoxications ne sont pas exceptionnelles. D'autres monoterpènes sont également toxiques à doses fortes: camphre, menthol, (risque de spasme de glotte chez le jeune enfant), cinéole, E-anéthole. Cette toxicité non négligeable conduit à adopter une attitude prudent face aux pratiques telles que l'aromathérapie lorsqu'elles utilisent des huiles essentielles -pures et à doses fortes- par voie orale et, a fortiori, en mélange [25].

II.9. Les méthodes d'extraction :

II.9.1. Hydro distillation :

L'hydrodistillation consiste à porter à ébullition un mélange d'une partie de la plante et de l'eau Sous l'action de la chaleur, les cellules éclatent et libèrent des composés organiques odorants et volatils. La vapeur d'eau formée entraine les composés organiques à l'état gazeux vers le réfrigérant.

La condensation de ce mélange gazeux, provoque sa séparation en deux phases liquides :

- Une phase liquide huileuse et très odorante, appelée huile essentielle, contenant la majorité des composés odorants.

- Une phase aqueuse, odorante, appelée eau aromatique, qui n'en contient que très [24].

II.9.2. Entraînement à la vapeur d'eau (Alambic) :

L'entraînement à la vapeur d'eau est une méthode officielle pour l'obtention des huiles essentielles. A la différence de l'hydro distillation, cette Technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter. La vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au-dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange *eau + huile essentielle*.

Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique " l'huile essentielle". L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile [24].

II.9.3 Extraction par solvant :

Ce procédé permet d'extraire les métabolites secondaires non volatiles de la plante (les extraits bruts). Elle permet de récupérer des familles chimiques variées telle que les alcaloïdes, les flavonoïdes et les tannins. Selon la polarité du solvant utilisé, on aura les composés apolaires, peu polaires, moyennement polaires ou polaires.

Le choix du solvant obéit à trois critères :

- Le solvant doit être liquide à la température et à la pression où l'on réalise l'extraction.
- Il doit être non miscible à la phase qui contient initialement le composé à extraire.
- Le composé à extraire doit être très soluble dans le solvant [24].

Les méthodes d'extraction par solvant :

II.9.4. soxhlet :

C'est une méthode classique pour l'extraction solide-liquide. L'échantillon entre rapidement en contact avec une portion de solvant pur, ce qui aide à déplacer l'équilibre de transfert vers le solvant. De plus, elle ne nécessite pas de filtration après extraction et peut être utilisée quel que soit la matrice végétale. Ses inconvénients les plus significatifs sont la durée importante

d'extraction et la grande quantité de solvant consommée (devant être ultérieurement évaporé), et aussi L'extraction à chaud peut dégrader certaines substances chimiques, ce qui limite sa rentabilité économique et la rend peu écologique [24].

II.9.5. Macération à froid :

Elle est utilisée pour les drogues dont les PA peuvent s'altérer à chaud et qui sont solubles à froid ou pour éviter la dissolution de pectines à chaud. On utilise des drogues à gommages ou mucilages (racine, bois, écorces...), On verse l'eau à température ambiante sur la plante, on laisse en contact 30 min à 4 heures (parfois jusqu'à 12 heures), on filtre et on obtient un macéré [24].

II.9.6. Ultrasons :

Méthode simple, efficace et peu coûteuse, elle offre une augmentation du rendement d'extraction. Elle permet de travailler à des températures relativement basses et d'éviter la thermodestruction des composés. L'extraction par ultrasons permet d'utiliser une large gamme de solvant afin d'obtenir différents composés naturels. Cependant, l'effet de l'extraction par ultrasons sur le rendement et la cinétique d'extraction est lié à la nature de la matrice végétale. La présence d'une phase dispersée mène à l'atténuation des ondes ultrasonores et les zones actives dans l'extracteur restent à proximité de l'émetteur d'ultrasons. Cette méthode ne permet pas de renouveler le solvant pendant le processus. L'étape limitant est la filtration et le rinçage après l'extraction [24].

II.9.7. Extraction par CO₂ super critique :

La méthode consiste à faire circuler du CO₂ supercritique, sous pression et température, à travers la matière végétale, puis d'opérer une décompression pour récupérer l'extrait. A la dépressurisation (chute de la pression), le CO₂ est libéré sous forme gazeuse (ré-exploitable) et le composé recherché sous forme liquide [24].

II.10. Les méthodes d'analyse des huiles essentielles :

L'instrumentation moderne est progressivement confrontée à des analyses de plus en plus complexes, liées au nombre important de constituant présents et aux quantités extrêmement faibles à détecter. En effet l'analyse d'une huile est complexe, de par son très grand nombre

de constituants chimiques volatils mais aussi, souvent, de par l'importance des composés à l'état de traces qui font le caractère spécifique de l'huile

La chromatographie est le procédé fréquemment utilisé pour séparer les constituants des huiles essentielles. Elle se base sur les différences d'affinités des substances à analyser à l'égard de deux phases, l'une stationnaire ou fixe, l'autre mobile. Selon la technique chromatographique mise en jeu, la séparation des composants entraînés par la phase mobile, résulte soit de leurs adsorptions et de leurs désorptions successives sur la phase stationnaire, soit de leurs solubilités différentes dans chaque phase [26]

Plusieurs méthodes existent :

II.10.1. Chromatographie sur couche mince CCM :

La CCM (Figure II.1) est utilisée comme technique de routine, pour l'analyse rapide de fractions obtenues à la suite d'une séparation initiale. L'efficacité de la CCM comme technique de séparation est souvent mise à profit dans la phase ultime de purification, au moins sur de faibles quantités, lorsque les autres techniques ont montré leurs limites (Pra d'eau et Dauphin, La chromatographie sur couche mince (CCM) repose principalement sur des phénomènes d'adsorption: la phase mobile est un solvant ou un mélange de solvants, qui progresse le long d'une phase stationnaire fixée sur une plaque de verre ou sur une feuille semi-rigide de matière plastique ou d'aluminium. Après que l'échantillon ait été déposé sur la phase stationnaire, les substances migrent à une vitesse qui dépend de leur nature et de celle du solvant. Après la migration, le repérage des molécules s'effectue soit par ultra-violet (UV), soit par un colorant spécifique ou encore par exposition aux vapeurs d'iode. La distance de migration des composés est ensuite mesurée et comparée à celle du front de la phase mobile, ceci permet de définir la référence frontale R_f caractéristique de chaque composé. On peut dire que la technique du CCM, Bien que beaucoup moins performante que la chromatographie en phase gazeuse, peut être utilisée en routine pour le contrôle de qualité des huiles essentielles [26]

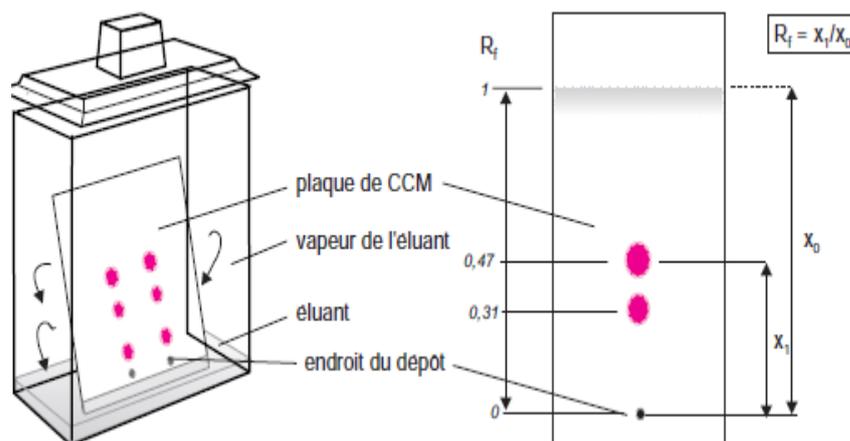


Figure II.1.: Chambre de développement à cuve verticale et plaque de CCM [26]

II.10.2. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GPC/SM) :

La chromatographie permet à elle seule de séparer correctement les différents constituants d'un mélange, Il est néanmoins délicat de se livrer à une interprétation structurale permettant une identification certaine, car les paramètres déduits de la retentions élective des solutés au travers de la colonne sont souvent lourds à manier et, dans la plupart des cas, peu relies aux édifices moléculaires organiques. L'idée de coupler une autre méthode physique d'investigation après séparation chromatographique, dans le but d'ajouter à la chromatographie une deuxième dimension analytique, s'est concrétisé des 1960 dans la combinaison entre la chromatographie en phase gazeuse et la spectrométrie de masse CPG-SM [26].

II.10.3. La chromatographie liquide à haute performance

La chromatographie liquide à haute performance utilise une phase stationnaire très fine. Les particules solides ont un diamètre pouvant atteindre jusqu'à 5 μ m. Le garnissage est tassé dans une colonne fermée. La phase mobile liquide circule sous l'effet d'une haute pression. L'injection de l'échantillon analyser est pratiquée en introduisant un faible volume de produit (quelques microlitres) dans l'éluant sous pression. Après leur séparation, les différents constituants de l'échantillon sont détectés en sortie de colonne. Un calculateur assure

l'acquisition et le traitement des données. Cette technique est peu intéressante pour les fractions volatiles, toutefois elle est efficace pour étudier les constituants non volatils des concertes et des absolues ou pour opérer des préfractionnements, on peut la coupler également à un analyseur de masse [26].

II.11. Les lipides et Corps gras :

II.11.1. Définition:

Les corps gras désignés aussi sous le nom de lipides font partie d'un ensemble complexe décomposés organiques. Les lipides sont des substances organiques insolubles dans l'eau et extractibles par des solvants apolaires tels que le chloroforme, le benzène, l'heptane, et l'hexane. Ils possèdent un minimum de 4 atomes de carbone; mais plus souvent une longue chaîne aliphatique ce qui leurs confèrent une nature hydrophobe, ils peuvent appartenir à différents familles organiques (terpènes, alcools, acide carboxyliques), de ce fait certains peuvent posséder des groupes polaires on parle alors de lipides polaires.

La majorité des lipides alimentaires sont forme de triglycérides de formules générales [28].

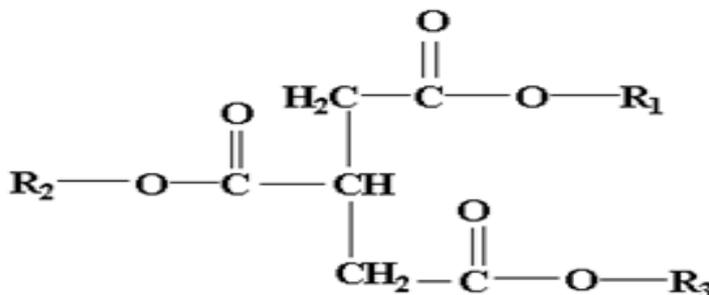


Figure II.2.: Structure de triglycérides [28]

II.11.2. Classification des lipides :

Les lipides résultent de la combinaison d'un acide organique (acide gras) avec un alcool (glycérol). Ils se composent essentiellement de carbone, d'hydrogène et d'oxygène (lipides ternaires);auxquels peuvent éventuellement s'ajouter d'autres éléments: phosphore (phospho-amino-lipides, azote cérébrosides...etc.); pour former les lipides complexes.

Les lipides ternaires sont les glycérides (glycérol ou glycélines + acides gras) et les cérides ou cires. Parmi les lipides complexes, on remarquera les phospho-amino-lipides (glycérol+acide phosphorique +colamine + choline), dont les plus important sont les lécithines [1].

II.11.3 Composition des corps gras :

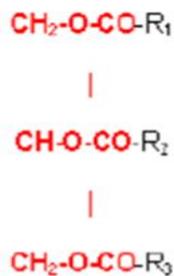
Les corps gras, qu'ils soient d'origine animale ou végétale, correspondent à la partie « graisses neutres » de la fraction lipidique totale. Du point de vue chimique, les corps gras sont constitués de carbone, d'oxygène et d'hydrogène. Ils appartiennent à la catégorie des esters, combinaison d'un trialcool (le glycérol) et d'acides organiques particuliers (les acides gras). Ils ont pour constituants majeurs les triglycérides et pour constituants mineurs les phospholipides, les cérides et les composants de l'insaponifiables [28].

II.11.3.1. Constituants majeurs :

Les constituants majeurs des corps gras sont les triglycérides

- **Triglycérides**

Les triglycérides sont les constituants les plus abondants des lipides simples et constituant la masse essentielle des corps gras. Ils résultent de l'estérification des trois fonctions alcools du glycérol par trois acides gras (Figure II.3). Ils peuvent être homogènes lorsque les molécules d'acides gras qui estérifient le glycérol sont identiques et hétérogènes ou mixtes dans le contraire [28].

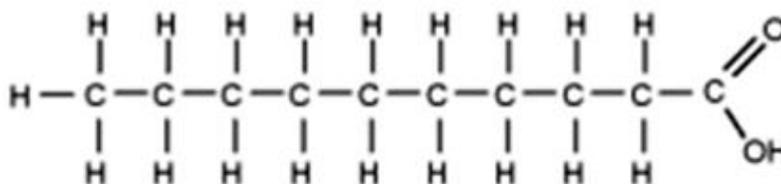


Représentation schématique d'un triglycéride

Figure II.3.:schéma d'un triglycé [28]

les acides gras:

Ce sont des acides organiques faibles qui ne possèdent qu'une seule fonction acide organique(carboxyle)par molécule et sont formé de carbone à nombre presque toujours pair, généralement compris entre 4 et 30- en raison du mode de synthèse des acides gras qui se forment par combinaison de radicaux acétiques en C_2 - d'oxygène et d'hydrogène. L'autre extrémité de la chaîne se termine par un groupe méthyle CH_3 . Ils représentent 90à 96% de la masse molaire des triacylglycérols. Plusieurs acides gras différents sont présents dans un même corps gras et des acides identiques se trouvent dans de nombreux corps gras. La composition en acides gras est souvent caractéristique de leurs sources, en particulier végétales ; cependant, on observe des variations d'origine climatique ou bien encore liées aux saisons, à l'état physiologique, à l'alimentation, etc. (Figure II.4) [1].



Acide gras

Figure II.4.: Formule générale des acides gras [1]

Les acides gras se divisent en deux groupes:

- acides gras saturées
- acides gras insaturées
- **Acides gras saturés :**

Ils ont pour formule générale $CH_3 —(CH_2)_n—COOH$, sont solides à température ambiante.

Les plus rencontrés sont l'acide palmitique ($C_{16} :0$) et l'acide stéarique ($C_{18}:0$) (28).

- **Acides gras insaturés :** Ils sont fluides à température ambiante, on a deux catégories :
 - Acides gras mono insaturés : deux atomes de carbone consécutifs de la molécule sont unis par une double liaison exemple : l'acide oléique ($C_{18} :1$).

- Acides gras polyinsaturés : plusieurs atomes de carbone consécutifs de la molécule sont unis par des doubles liaisons exemple : l'acide linoléique $C_{18}:2$; l'acide linoléique ($C_{18} :3$) [28].

II.11.3.2. Constituants mineurs :

En plus des triglycérides qui sont les constituants majoritaires, les corps gras contiennent des constituants mineurs dont la teneur est très faible et dont l'intérêt n'est pas moindre. On peut citer les phospholipides, les cérides, les substances insaponifiables [27].

- **Les phospholipides :**

Ce sont des diesters d'acides gras et de glycérol dont la troisième fonction alcoolique est liée à un acide phosphorique qui lui-même peut être associé à une base alcoolique azotée ou un acide aminé (Figure II.5). Ce sont les constituants principaux des membranes biologiques. Parmi les phospholipides nous distinguons: phosphatidylaminoalcool, Phosphatidylpolyols

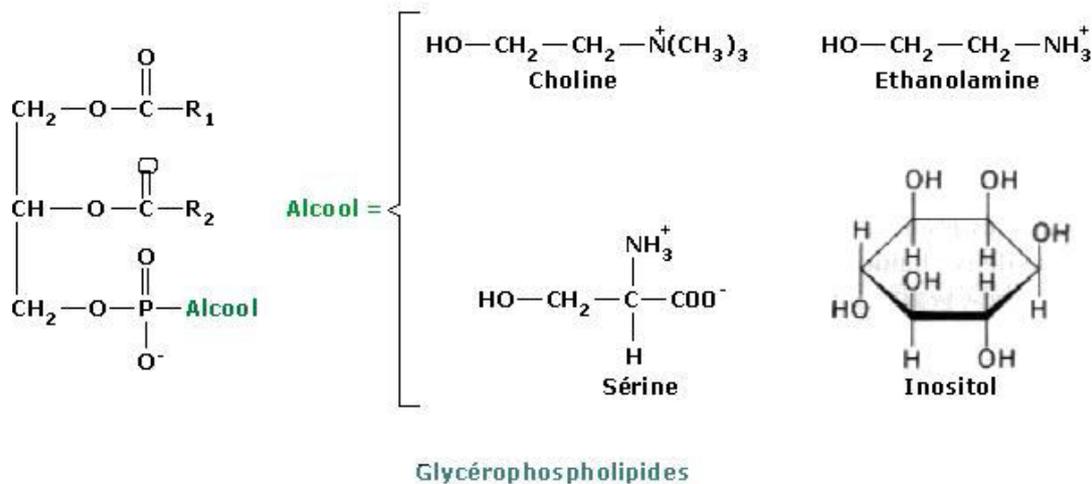


Figure II.5.: les constituants des phospholipides [27]

- **Cérides :**

On désigne par ce nom général des esters d'acides gras et de mono ou dialcools de masse moléculaire suffisamment élevée pour que ces alcools soient insolubles dans l'eau.

[28].

II.11.4. Propriétés physiques des lipides :

Les principales caractéristiques physiques des corps gras sont :

II.11.4.1. Etat physique:

Les corps gras sont liquides ou solides à la température ambiante suivant leur composition chimique. Les glycérides sont d'autant plus solides qu'ils sont saturés et que leur poids moléculaire est élevé [27].

II.11.4.2. Point de fusion :

La valeur de point de fusion d'un acide gras diminue avec le degré d'insaturation et augmente avec la longueur de la chaîne carbonée. Les graisses et les huiles naturelles ne présentent jamais un point de fusion, mais une zone de fusion à cause de la diversité de triglycérides qu'elles contiennent [27].

II.11.4.3. Viscosité :

La viscosité d'un corps gras augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation du nombre d'insaturation (doubles liaisons) et de la température [27].

II.11.4.4. La solubilité :

Elle croît avec l'augmentation du degré d'insaturation. Les corps gras sont insolubles dans l'eau même à chaud et solubles dans les solvants organiques (hexane, éther...) mais peu solubles dans quelques alcools à froid [27].

II.11.4.5. la densité :

Elle augmente au fur et à mesure que le poids des acides constituant le corps gras diminue et que leurs insaturations augmentent. La densité des huiles végétales varie de 0,915 à 0,964 et celle des corps gras animaux varie de 0,866 à 0,933 [27].

II.11.6. Les Indices physico-chimique :

Les industries utilisant les essences naturelles et les arômes se préoccupent. Comme toute industrie, des matières premières, qu'elles achètent, ainsi que de celle des produits qu'elles commercialisent. Aussi, les services de contrôles réalisent couramment un très grand nombre

de dosages chimiques visant à vérifier la conformité du produit par rapport à des normes définies la réglementation ou les usages [29].

II.11.6.2. Indice d'acide IA :

C'est le nombre de milligrammes de potasse (KOH) dans l'éthanol nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans 1 g d'huile. C'est un dosage qui a souvent une grande importance commerciale, il nous renseigne sur le pourcentage en acides gras libres contenus dans l'huile, ainsi la susceptibilité à la conserver.

II.11.6.3. Indice de Saponification IS:

D'après l'association française des normes (AFNOR), l'indice de saponification est

- Inversement proportionnel à la masse moléculaire moyenne des triglycérides.
- Inversement proportionnel à la masse moléculaire des acides gras.

Proportionnel à la quantité des acides gras, et inversement proportionnels à la longueur de la chaîne de carbone. Par définition: il est exprimé par le nombre de milligramme de potasse (KOH) nécessaire pour transformer en savon les acides gras et les glycérides d'un gramme d'huile.

II.11.6.4. Indice d'ester IE:

L'indice d'ester d'un lipide est la masse de potassium (KOH) (exprimée en mg) nécessaire pour saponifier les acides gras estérifiés contenus dans 1g de matière grasse.

L'indice d'ester est égal à l'indice de saponification pour les glycérides purs. Il permet de déterminer la masse molaire (donc la structure) des glycérides.

Cette indice n'est pas mesuré, il est calculé : l'indice d'ester = indice de saponification – indice d'acide.

II.11.6.6. Indice de réfraction η_{20D} :

C'est le Rapport du sinus de l'angle d'incidence au sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'huile essentielle maintenue à une température constante.

- Il a été déterminé par la lecture directe à l'aide d'un réfractomètre (Bellingham + Stanley limited) en employant la lumière diffuse du jour.

- La température a été maintenue à 20 C° à l'aide d'un Thermostat [29].

Note: la longueur d'onde spécifiée est de 589,3 nm \pm 0,3nm, correspondant aux radiations D1 et D2 du spectre du sodium [29].

II.11.6.7.Indice d'iode :

Cet indice nous renseigne sur les liaisons éthyléniques qui contiennent dans les chaînes carbonées des matières grasses et aussi sur la composition et la qualité des matières grasses ainsi le degré de siccativité et leur utilisation dans l'industrie des peintures [30].



CHAPITRE III
MATERIELES ET
METHODES

III.1. Matériel végétale :

III.1.1 *Haloxylon scoparium* (Pomel) (Remth) :

a)- Origine Et Representation Du *H. Scoparium* :

H. scoparium a été décrite en 1875 par Auguste Pomel dans la 2 partie de son Ouvrage Nouveaux matériaux pour la Flore Atlantique, sous le nom *Haloxylon scoparium*

H. scoparium appartient à la famille des chénopodiacées, contient 120 genres et plus de 1300 espèces. Les plantes sont des herbes, des arbustes et des arbres, rarement petits. Le genre *Haloxylon* (incl. Hammada) comprend environ 25 espèces.

Le genre *Haloxylon* est plus répandu en Europe occidento-méridionale (Espagne, Portugal), Afrique subtropicale (Afrique du nord). Sols salins et contiennent des substrats caillouteux ou argileux [25].

b)- Position systématique :

Règne: Végétal

Embranchement: Phanérogames

Sous Embranchement: Angiospermes

Classe: Eudicots

Ordre: Caryophyllales

Famille: Amaranthaceae

Genre: *Haloxylon*

Nom Latin: *Haloxylon scoparium* Pomel

➤ Noms vernaculaires

Nom français : Bunge, Saligne à balai

Nom arabe : Remt, Rimth, Remth

c)- Autre nomenclature :

Haloxylon scoparium: Haminadascoparia (Pomel) Jjin., Arthrophytam scoparium (Pome Oilfin., Salsola articulata 2av. *Haloxylon articulatum* (Cav.) [31].

d) -Description botanique :

Les espèces du genre *Haloxylon*, sont trouvées dans Ghardaïa, sont des arbustes ou de petits arbres à rameaux cylindriques, buisson bas ne dépassant pas 50 cm de haut, souvent articulés, sans feuilles distinctes, assez proches des *Anabasis* par leurs caractères botaniques. [7].

Elle est un Arbrisseau, à tiges grêles dressées, très rameuses. Rameaux secondaires rapidement érigés, verts foncés noircissant sur le sec. Périanthe fructifère à ailes en général striées de rose ou de pourpre de 7 mm de diamètre. Inflorescences courtes, groupées au sommet des rameaux. Les fleurs sont dépourvues de pétales. Floraison en novembre et décembre.



Figure III.1 : photo de *Haloxylon scoparium* (Pomel) A.E (2018)

e)- Composition et propriétés biologiques :

Haloxylon scoparium renferme des polyphénols, des saponosides et plus particulièrement des alcaloïdes, ainsi des dihydroisocoumarines. *Haloxylon scoparium* de l'Algérie contient la cargénine, et la N-méthylisosalsoline comme alcaloïdes majoritaires type tétrahydroisoquinoline et l'isosalsoline, salsolidine, isosalsolidine, déhydrosalsolidine, tryptamine et la N-méthyltryptamine comme alcaloïdes minoritaires.

Les parties aériennes sont utilisées en médecine traditionnelle pour traiter les désordres et les problèmes de l'oeil et la vision, les problèmes de digestion, les dermatoses, les piqûres des scorpions [13].

Les extraits aqueux ont un pouvoir anticancéreux, anti-spasme et larvicide. In vivo, ont démontré que les extraits aqueux des feuilles de *H. scoparium* exercent une activité hépato protectrice chez le rat [7].

F)-Utilisation :

- *H.scoparium* utilisé pour traiter les troubles oculaires
- Perfusion de la poudre de la partie aérienne de *H. scoparium* sont utilisés au Maroc pour leurs effets antidiabétiques antiseptique et anti-inflammatoire.
- A Oman, les tiges de cette espèce sont utilisées comme mordant pour la teinture de la laine dans le tissage traditionnel. L'extrait à l'éthanol de *H scoparium* s'est avéré avoir antidiabétique et activité anticoagulante des animaux de laboratoire *l'H.scoparium* est utilisé comme un cataplasme pour le moule.

En Algérie la tisane de la partie aérienne utilisée pour leur effet antidiabétique et, la poudre de *H.scoparium* pour les inflammations [31].

III.1.2.Lavandula stoechas:

Règne : Plante

Embranchement : Spermatophytes

Sous embranchement : Angiospermes

Classe : Dicotylédones

Ordre : Lamiales

Famille : Lamiaceae

Sous famille : Nepetoideae

Tribu : Ocimeae

Genre : *Lavandula*

a)- Classification :

Le genre est encore divisé en 3 sous-genres selon les caractéristiques morphologiques :

Lavandula, *Fabricia* et *Sabaudia*. Le sous-genre qui nous intéresse est divisé lui aussi en 3 sections: *Dentatae*, *Lavandula* et *Stoechias*. Enfin, la section *Lavandula* est-elle même partagée en 4 espèces: *L. latifolia*, *L. officinalis*, *L. x*

Intermedia et *L. lanata*. Il existe également des hybrides inters et intra-section provenant du croisement naturel ou artificiel d'espèces différentes. C'est le cas par exemple du Lavandin, croisement entre *Lavandula officinalis* et *Lavandula latifolia* [32].



Figure III.2: photo de *Lavandula*

b)- Caractéristiques de la famille *Lamiacée* :

Il s'agit d'une famille homogène dans ses caractères anatomiques.

- Appareil végétatif
- herbacée, arbrisseau de petite taille, 20 à 80cm
- multiplication végétative fréquente
- tige quadrangulaire
- feuilles simples et opposées décussées
- odorante car riche en huiles essentielle
- Inflorescence en cyme (w-2) (w-3) [32].

c)- Caractéristiques du genre *Lavandula* :

Le genre *Lavandula* se retrouve généralement sous forme d'herbacée annuelle ou d'arbrisseau ligneux, touffu et vivace, haut de 20 à 80cm, aux feuilles persistantes opposées, entières ou dentées, grisâtres ou argentées.

Ce genre se distingue des autres Lamiacées grâce à la morphologie de ses fleurs:

- calice monophylle, persistant, ovale et cylindrique, strié, bordé de cinq petites dents
- corolle monopétale, renversée, à tube plus long que le calice, à limbe partagé en cinq lobes inégaux, arrondis, imparfaitement divisés en deux lèvres
- quatre étamines dont deux plus courtes
- un ovaire supère à quatre lobes, surmonté d'un style filiforme, terminé par un stigmate bifide
- quatre petites graines ovoïdes au fond du calice
- fleur de couleur violette à pourpre, en verticilles denses formant un épi cylindrique

terminal, serré et muni de bractées [32].

d)-Description botanique :

En général, *les lavandes* poussent et s'épanouissent mieux dans des terrains secs, bien drainés, légers, sablonneux et pierreux en plein soleil [33].

En Algérie, Les espèces du genre *L.stoechias*, sont trouvées dans les Hautes-terres hautes de DJELFA et BAYADE ou le grand Sahara algérienne.

e)-Intérêt commercial et pharmacologique :

La plupart des espèces du genre *Lavandula* sont très odorantes. Certaines sont même cultivées pour leurs HE. Commercialement, plus de 462 tonnes d'HE sont produites annuellement à partir d'espèces du genre *Lavandula* [33].

Les lavandes sont parmi les plantes médicinales les plus utilisées comme agent thérapeutique remontent jusqu'aux anciens Romains, Etaient utilisées pour conserver le linge et parfumer les bains [33].

La plupart *des lavandes* ont certains usages en médecine traditionnelle. Par exemple, utilisée contre les maux de tête .Par ailleurs, les infusions des parties aériennes d'un certain nombre d'espèces de *lavande* sont utilisées comme antiseptiques, sédatives, spasmolytiques, antidouleurs

III.2.Extraction Solide –liquide :

L'extraction par Soxhlet, qui a été employé pendant longtemps, est une technique standard et la référence principale pour évaluer la performance d'autres méthodes d'extraction solide liquide.

L'extraction par Soxhlet est une technique générale et bien établie, et qui dépasse en mordant pour la teinture de la laine dans le tissage traditionnel. L'extrait à l'éthanol de performance les autres techniques conventionnelles d'extraction, excepté dans le cas de l'extraction des composés thermolabiles [27].

Dans un système conventionnel de Soxhlet comme montré dans la figure10, la matière végétale est placée dans une cartouche, et remplie de solvant frais condensé à partir d'un ballon à distiller. Quand le liquide atteint le niveau de débordement, un siphon aspire la solution de la cartouche et la décharge de nouveau dans le ballon à distiller, portant les corps dissous extraits dans le liquide en bloc. Dans le ballon, le corps dissous (soluté) est séparé du

Solvant par distillation. Le soluté reste dans le flacon et le solvant frais passe de nouveau dans le lit de solide. L'opération est répétée jusqu'à ce que l'extraction complète soit réalisée.

Les avantages et les inconvénients de l'extraction par Soxhlet :

- **Avantage :**

Le déplacement de l'équilibre de transfert en mettant à plusieurs reprises le solvant frais en contact avec la matrice solide.

Le maintien d'une température relativement élevée d'extraction

Le maintien d'une température relativement élevée d'extraction avec la chaleur du ballon à distiller.

Aucune nécessité de filtration après l'extraction. En outre, la méthode de Soxhlet est très simple et bon marché [27].

- **Inconvénients :**

Le temps d'extraction est long et une grande quantité de solvant est nécessaire, Il est impossible d'accélérer le processus par agitation, La grande quantité de solvant utilisée exige une étape d'évaporation /concentration.

La possibilité de dégradation thermique des composés cible ne peut pas être ignorée vu que l'extraction s'opère habituellement au point d'ébullition du solvant pendant un temps assez long.

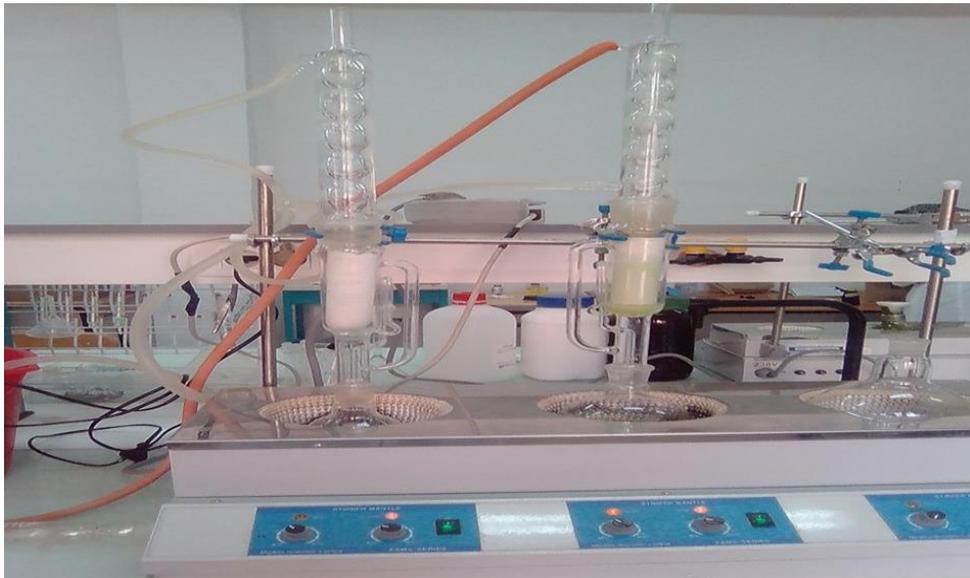
La grande quantité de solvant ainsi que la longue durée de l'opération ont conduit à de larges Critiques de cette méthode [27].

III.2.1. Extraction des lipides par (Hexane) :**• Principe :**

L'extraction de la matière grasse total (MGT) effectuée par les solvants organiques (Hexane) a été réalisée avec le temps d'extraction (5h à 6h) par un appareil de type Soxhlet. Après évaporation de solvant.

Mode opératoire :

- Placer, dans l'appareil à extraction la cartouche contenant la prise d'essai broyée (40g)
- Verser dans le ballon la quantité nécessaire (200ml) de solvant (Hexane).
- Adapter le ballon à l'appareil à extraction sur le bain à chauffage électrique.
- Après une extraction d'une durée de 5 h à 6h éteindre l'appareil et laisser refroidir.
- Eliminer le solvant par évaporation dans un rotavapeur et peser le ballon contenant le résidu huileux.



FigureIII.3 : Montage de soxhlet A.E(2018)

On déduire le Rendement des lipides par la relation suivante

$$R\% = \frac{\text{la masse de lipide (en g)}}{\text{la masse de végétale (en g)}} \times 100 \quad (\text{éqIII.1})$$

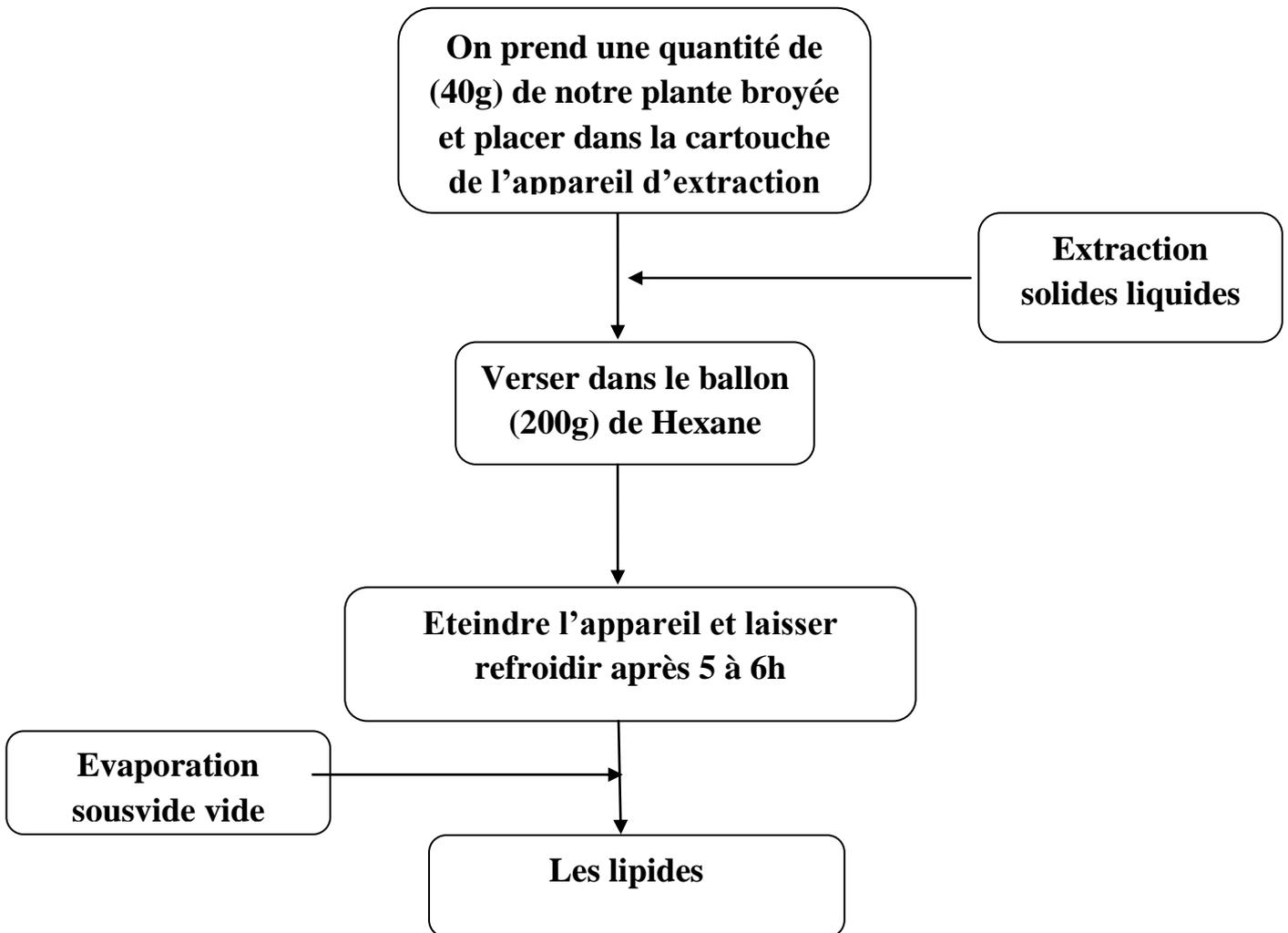


Figure III.4: Les étapes de l'extraction des lipides

III.2.1. 1. Caractéristiques physico-chimiques des lipides:

Nous avons déterminé quelques indices chimiques qui caractérisent les matières grasses, Ces indices permettent par des méthodes rapides et normalisées d'évaluer la qualité d'une huile.

Nous avons déterminé les indices : d'acidité, saponification, et estérification qui sont en relation directe avec la nature chimique d'huile.

Leur détermination a été effectuée en appliquant les méthodes conformes à la norme française

III.2.1.2. Indice d'acidité:

On dissous une quantité de 0.2-0.5g de l'huile dans 5ml de ttra chlorure de carbone (CCl₄) on l'ajoute 2 à 3 gouttes de phénol phtaléine, et la Titration se fait avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (0.1N).

En tenant compte que 1ml de solution normale de KOH correspond à 56.1 mg de KOH.

L'indice d'acidité est calculé par la relation suivante:

$$I_A = \frac{N.V \times 56.1}{m} \quad (\text{éqIII.2})$$

I_A: Indice d'acidité.

V: Volume de la solution éthanolique de **KOH** exprimé en **ml**.

N: Normalité de la solution éthanolique de **KOH**

m:masse en gramme de la prise d'essai

III.2.1.3. Indice de saponification:

On pèse 1gde l'huile dans un ballon de 100ml, On ajoute 20ml exactement mesure d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium **KOH** (0.5N). Adaptons un réfrigérant, le ballon contenant la prise d'essai et la solution éthanolique, est portée à ébullition avec agitation.

Après 1 heure on arrête le chauffage, et on ajoute quelques gouttes de Phénophtaléine.

Puis on titre la solution savonneuse avec la solution aqueuse d'acide chlorhydrique **HCL** (0.5N).

Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions, l'indice de saponification est calculé par la relation suivante :

$$I_S = \frac{N.(V_0 - V).56.1}{M} \quad (\text{éqIII.3})$$

V₀: volume en ml de la solution HCl utilisée pour l'essai à blanc.

V: volume en ml de la solution HCl utilisée par la neutralisation de l'excès de potasse.

M: masse de l'huile en gramme.

N: normalité de la solution potassique.

III.2.1.4. Indice d'estérification:

On peut déterminer l'indice d'estérification à partir de la relation suivante :

$$I_E = I_S - I_A \quad (\text{éqIII.4})$$

III.2.1.5. Indice de réfraction η_{20}^D :

La détermination de ce dernier est reliée à la loi suivante:

$$\eta_{20}^D = \eta_{\theta}^D + (\theta - 20) 0,00035 \quad (\text{éqIII.5})$$

θ : température de travail.

D: la raie de sodium (589,6nm).

0,00035: la variation d'indice de réfraction quand la température varie de 1°C.

Les indices de réfraction des huiles étudiées ont été mesurés à l'aide d'un réfractomètre

III.3. Extraction des huiles essentielles :

III.3.1. L'hydro distillation:

L'hydro distillation, variant de cette méthode consiste à placer la matière végétale directement dans l'eau portée en suite à l'ébullition. Les vapeurs hétérogènes sont condensées sur surface froide et l'huile est séparée par différence de densité.

Les huiles essentielles ont été extraites de la partie aérienne sèche par l'hydrodistillation à l'aide d'un appareil de distillation (Figure III.4)



Figure III.5: Montage de distillation A.E (2018)

- **Protocole expérimental:**

Le matériel végétal séché est soumis à une hydrodistillation au moyen d'un dispositif d'extraction par distillation (Figure III.4)

Cette technique se base sur le pouvoir que possède la vapeur d'eau à transporter les huiles essentielles L'opération consiste à introduire 200 g de masse végétale séchée dans un grand ballon en verre de 1L, on y ajoute une quantité suffisante d'eau distillée sans pour autant remplir le ballon pour éviter les débordements de l'ébullition. Le mélange est porté à ébullition à l'aide d'une chauffe ballon. Les vapeurs chargées d'huile essentielle passent à travers le tube vertical puis dans le serpentin de refroidissement où aura lieu la condensation. Les gouttelettes ainsi produites s'accumulent dans le tube rempli auparavant d'eau distillée. L'huile essentielle de faible densité par rapport à l'eau, surnage à la surface de cette dernière.

L'huile ainsi obtenue est récupérée puis traitée par un déshydratant, le sulfate de sodium, pour éliminer le peu d'eau susceptible d'avoir été retenue dans l'huile.

Enfin, les huiles conservée dans des flacons opaques bien scellés à température basse (4-5 C°). L'opération d'extraction dure trois heures à partir du début d'ébullition.

Protocole d'extraire les H.E

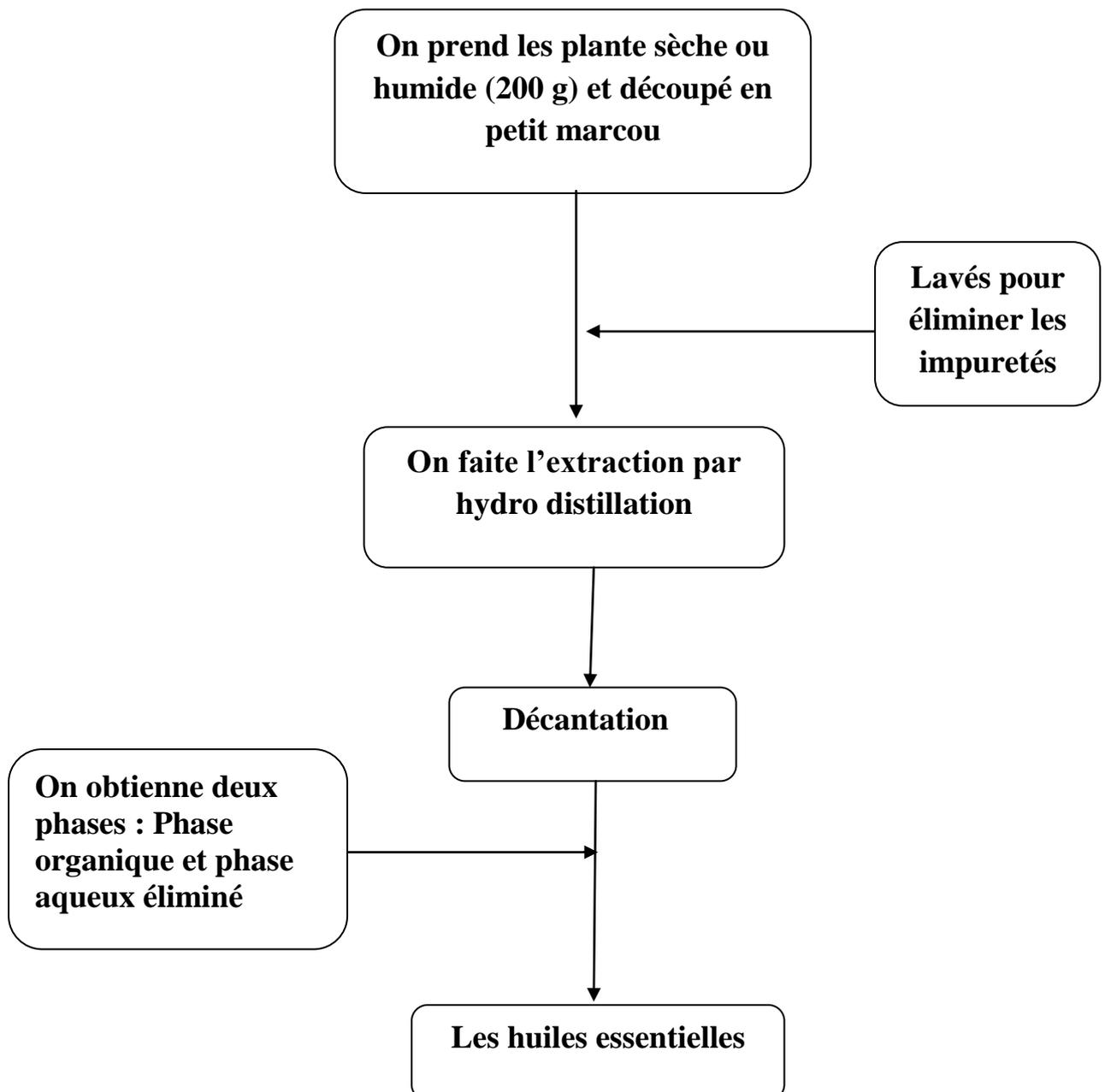


Figure III.6: Les étapes de l'extraction des huiles essentielles

III.4. Analyses chromatographiques :

III.4.1. Chromatographie analytique sur couche mince (CCM) :

La chromatographie est une méthode analytique largement utilisée pour la séparation, identification et dosage des constituants chimiques dans des mélanges complexes. Cette technique repose principalement sur des phénomènes d'absorption et d'interaction. La phase mobile est un solvant ou un mélange de solvants, qui progresse le long d'une phase stationnaire fixée sur une plaque de verre ou sur une feuille semi-rigide de matière plastique ou aluminium. L'échantillon à analyser doit se trouver dans un solvant volatil. Après que l'échantillon ait été déposé, les substances migrent par capillarité. La vitesse dépend des forces électrostatiques retenant le composant sur la phase stationnaire et de sa solubilité dans la phase mobile. Les composés se déplacent alternativement de la phase stationnaire à la phase mobile. Les substances de faible polarité migrent plus rapidement que les composants polaires [13].

- **Mode opératoire :**

Plusieurs systèmes de solvants sont exploités durant cette manipulation, le choix de système est basé sur ceux qui donnent les meilleures séparations (migrations).

- **Dépôt :**

Le dépôt est réalisé linéairement de façon ponctuelle avec une pipette capillaire à usage unique. La pipette doit être posée perpendiculairement et prudemment sur la plaque pour ne pas la gratter. Plusieurs dépôts sont réalisés du même échantillon au même endroit pour

Figure III.5). [13].

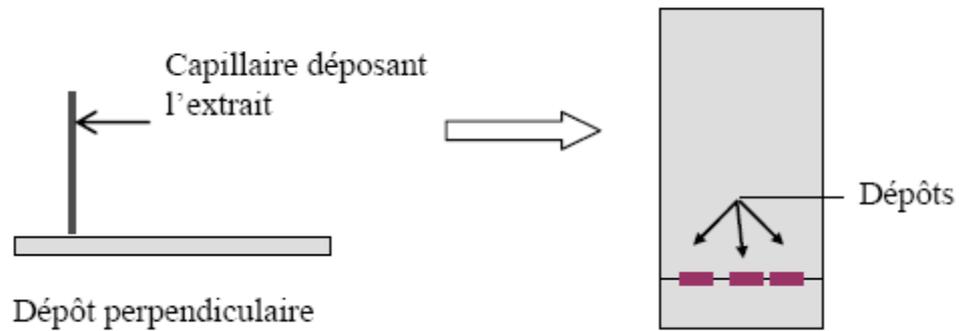


Figure III.7: Mode de dépôt pour une plaque de CCM [13]



Figure III.8: Cuve de CCM A.E(2018)

III.4.2. Calcul du Rapport frontal (R_f) :

Pour chaque spot on a calculé le facteur de rétention qui est égal à la distance parcourue par le constituant divisé par la distance parcourue par le solvant

$$R_f = d/D \quad (\text{éqIII.6})$$

d : Distance parcourue par le constituant

D : Distance parcourue par le front de l'éluant

III.5.Extraction des composés phénoliques :

L'objectif de cette extraction est de libérer les polyphénols présents dans des structures vacuolaires par rupture du tissu végétal et par diffusion. Ces derniers sont extrais par extraction liquide-liquide en utilisant l'eau comme solvant, mais d'autres solvants peuvent être utilisés tels que le méthanol, acétonitrile, l'acétone et l'acétate d'éthyle

Nous avons utilisé trois solvants de polarités différentes, à savoir le méthanol, l'acétone et le dichlorométhane. A partir d'une quantité de 40g de plante broyée mise en contact avec 70 méthanols, la même opération a été faite avec l'acétone et le dichlorométhane [27].

- **Mode d'opérateur :**

40 g de la poudre introduit dans un flacon et macérés dans 100 ml dans mélange (30 ml d'eau et 70 ml de méthanol) pendant 24 heures.

Filtre sur papier filtre, après on fait une autre macération sur la même poudre utilisée, filtrer après 24 heures.

Les deux filtrats sont remplis dans un flacon en verre. Le filtrat a été concentré au rota vapeur sous vide à une température de 50 C (pour récupérer le méthanol).

On ajoute 20 ml d'éther de pétrole à filtrat et fait l'extraction après l'agitation de ce dernier (l'extraction fait 3 fois). Puis on ajoute 50 ml d'acétate d'éthyle +2ml de sulfate d'ammonium +2ml d'acide orthophosphorique et fait une petite agitation, et on fait extraction (laisser certains temps), met cette extrait sur la rotavapeur jusqu'à sèche pour récupérer l'acétate d'éthyle.

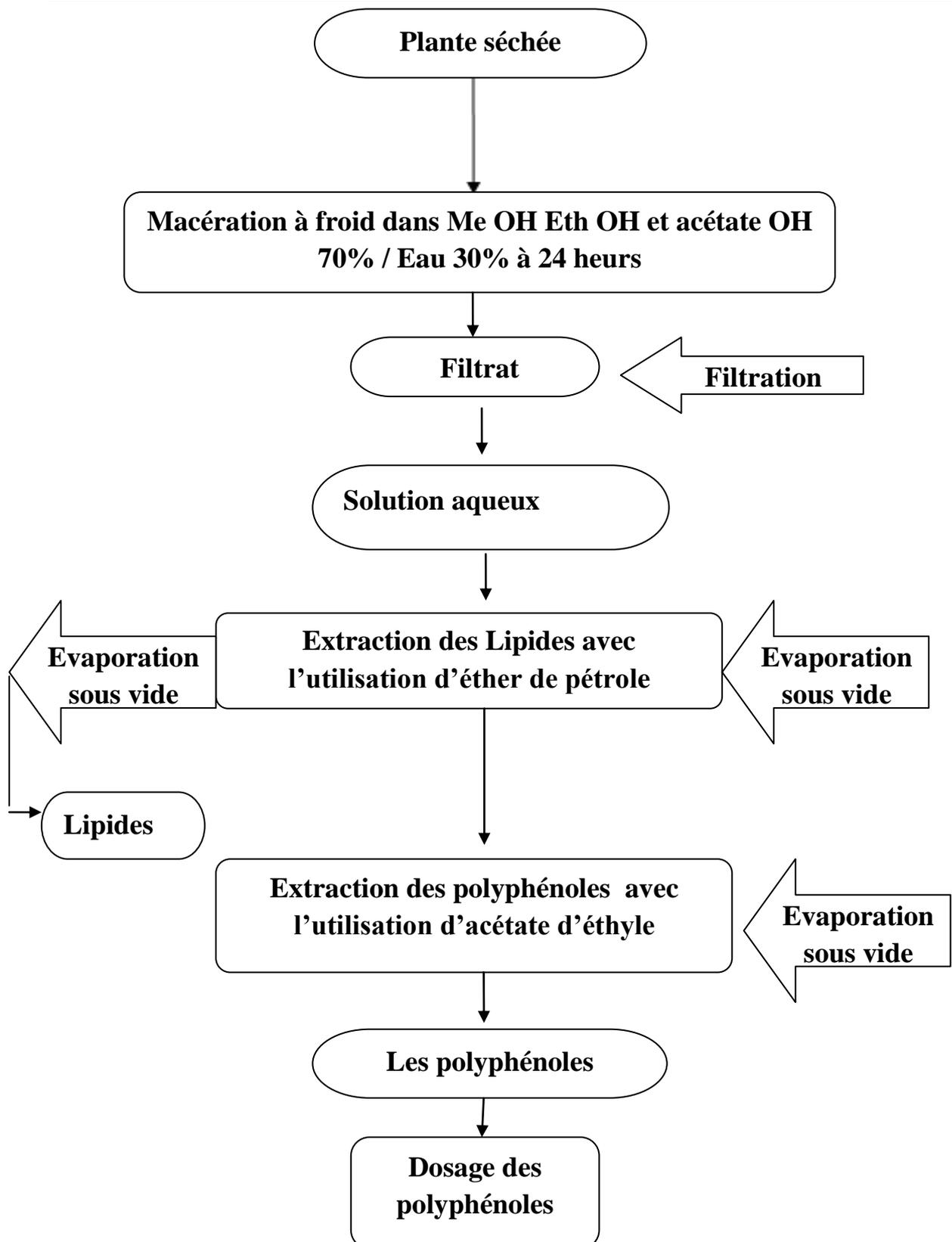


Figure III.9: Les étapes de l'extraction des polyphénols par macération.

III.6. Dosage des polyphénols totaux :

Les polyphénols produits par les végétaux en tant que métabolites secondaires constituent une large gamme de molécules chimiques, dont leur nature chimique et teneur sont extrêmement

variables d'une espèce à autre. Plusieurs méthodes analytiques peuvent être utilisées pour la quantification des polyphénols totaux. L'analyse par le réactif de Folin-Ciocalteu est la plus utilisée

- **Principe :**

Le dosage des polyphénols totaux a été effectué par une méthode adaptée par Singleton et Ross (en 1965) avec le réactif de folin-Ciocalteu. Le réactif est formé d'acide phosphotungestique $H_3PW_{12}O_{40}$ et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMO_{12}O_4$) qui sont réduits lors de l'oxydation des phénols en oxydes bleus de tungstène (W_8O_{23}) et de molybdène (MO_8O_3), ce qui nous aide à doser les phénols dans le visible à une longueur d'onde de l'ordre 760 nm[33]

- **Protocole expérimentale :**

Pour faire le dosage de l'extraits phénoliques on utilise la méthode de Folin-Ciocalteu avec de l'acide gallique comme étalon. La courbe d'étalonnage était obtenue par des solutions d'acide gallique de concentration de 0,05, jusqu'à 0,25

g/L, 100 μ L de chaque solution a été introduit à l'aide d'une micropipette dans des tubes à essai, suivis de l'addition de 0,5 ml d'une solution de réactif de **Folin-Ciocalteu** dilué 10 fois dans l'eau distillée et 2 ml d'une solution de carbonate de sodium (Na_2CO_3) à 20%. Les solutions ont été secouées immédiatement et bien mélangées, puis ils sont maintenus l'obscurité pendant 30 mn. L'absorbance de chaque solution a été déterminé à 760 nm contre un blanc. Les lectures de la densité optique à 760 nm, des solutions ainsi préparées ont permis de tracer la courbe d'étalonnage de l'acide gallique

❖ Le total des composés phénoliques est déterminé selon l'équation suivante :

$$T = C \cdot V / M \quad (\text{éqIII.7})$$

T: Représente le total des composés phénoliques (mg EAT / g d'extrait sec de la plante)

C: Concentration d'extrait éthanolique équivalente à l'acide gallique, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage (mg/ml)

V: le volume d'extrait éthanolique (ml)

M : poids sec d'extrait éthanolique de la plante (g)



Figure III.10:sepectrophotomètre UV-visible A.E (2018)



CHAPITRE IV
RESULTATS
ET
DISCUSSION

IV.1. Extraction par macération :**IV.1.1. Calcule le rendement d'extraction des composés phénoliques :**

La masse de l'extrait sec est déterminé par la différence entre le poids du ballon plein qui utilisé dans l'évaporation de l'extrait, et le poids du ballon vide

Les rendements des extractions ont été déterminés par la formule suivante :

$$R\% = \frac{\text{la masse de l'extrait(en g)}}{\text{lamasse de poudre végétale (en g)}} \times 100 \quad (\text{éqIV.1})$$

Tableau IV. 01.: Les rendements des extraits obtenus à partir des trois solvants :

Matériel végétale	Extrait	Les couleurs	Masse(g)	Rendement
<i>Lavandula : stoechias</i> 20g	Méthanol	Jaune	5.8g	0.29%
	Dichlorométhane	marron	3.5g	0.175%
	Acétate d'éthyle	Jaune	4.6g	0.23%
<i>Haloxylon scopruim</i> 40g	Méthanol	Jaune	14.7g	0.3675%
	Dichlorométhane	Marron	3.9g	0.0975%
	Acétate d'éthyle	Jaune foncé	6.1g	0.1525%

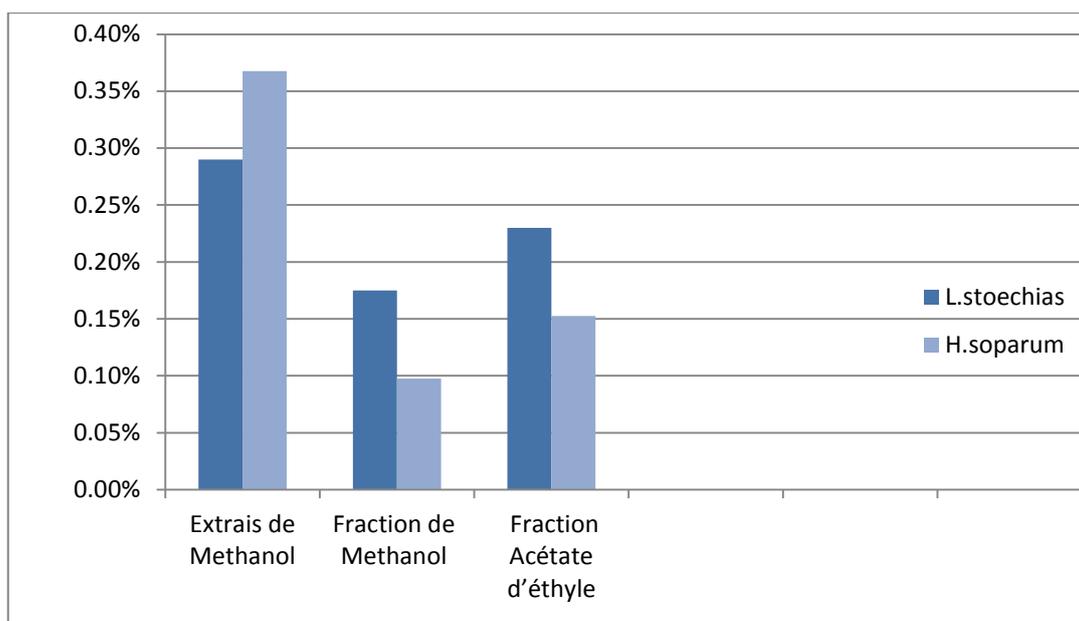


Figure IV.1: le Rendement de l'extraction de polyphénol

Les résultats obtenus pour les extraits montrent que le rendement le plus élevé est celui de l'extrait de méthanol qui donne une proportion plus élevée de 0.29 *L.stoechias* ; 0.367 *Haloxylon scopruim* suivi par l'extrait d'acétate éthyle de 0.23 *L.stoechias*; 0.1525 *Haloxylon scopruim*. En parallèle, l'extrait de dichlorométhane présente la valeur la plus faible varie entre 0.175 *L.stoechias* et 0.0975 *Haloxylon scopruim*.

Nous pouvons conclure que le méthanol extrait de quantité plus élevés de composé phénolique.

Donc, On peut utiliser les solvants polaires plus importants que les solvants apolaires ou moyen polaire

L'extraction des parties aériennes de *Haloxylon scopruim* et *Lavandula stoechias* par

Macération dans le mélange méthanol / eau, dichlorométhane/eau et l'acétate/eau (70/30 : v/v) et la partition entre les deux solvants : éther de pétrole et l'acétate d'éthyle

Nous ont permis d'obtenir les phases suivantes :

- Phase éther de pétrole : obtenue après affrontement par l'éther de pétrole mais elle est éliminée car elle ne contient que des matières grasses, des chlorophylles, et des impuretés.

- Phase acétate d'éthyle : obtenue après affrontement par l'acétate d'éthyle, ce dernier qui permet d'extraire les poly phénols (les flavonoïdes), en entraînant les aglycones, les mono-Glycosides et partiellement les di -O- glycosides

Les extraits méthanoïques pour chaque plante récupérés après l'évaporation à sec et sous pression réduite ont été pesés pour déterminer le poids sec résultant, cet extrait renferme les composés phénoliques.

IV.2. Etude photochimique :

IV.2.1. Dosage des composés phénoliques :

Le dosage des phénols totaux a été effectué par la méthode spectrophotométrie qui adapté avec le réactif de Folin-Ciocalteu. C'est l'une des méthodes les plus anciennes conçue pour déterminer la teneur en polyphénols, des plantes médicinales et les nourritures

Les résultats obtenus sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique par 100 gramme de la matière végétale sèche (mg/g), en utilisant l'équation de la régression linéaire ($y = Ax$) de la courbe d'étalonnage tracée de l'acide gallique.

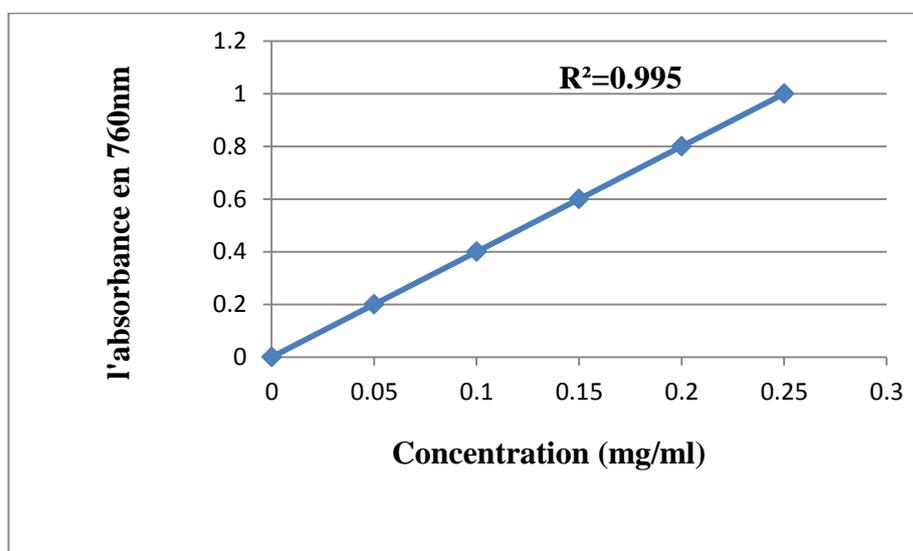


Figure IV.2. : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique pour le dosage des polyphénols totaux

Pour les trois solvants étudiés nous avons remarqué une variabilité des teneurs en phénols totaux (**figure IV.2**).

La concentration des polyphénols totaux est calculée à partir de l'équation de régression de la gamme d'étalonnage établie avec différentes concentrations d'acide gallique

TableauIV.2 : Calcule les concentrations des extraits des deux plants *H.scoparium* et *lavandula* :

Matériel	Echantillons	Concentrations (mg/100g)
<i>H.scoparium</i>	Méthanol	55.53
	Dichlorométhane	34.81
	Acétate d'éthyle	45.44
	Totale	135.78
<i>Lavandula stoechias</i>	Méthanol	67.27
	Dichlorométhane	40.54
	Acétate d'éthyle	50.02
	Totale	157.83

TableauIV.3 : Teneur de polyphénol trouves dans notre laboratoire

Espèce de plante	Extrait	Teneur de polyphénol (mg/100g)
<i>H.scoparium</i>	Méthanol	4.164
	Dichlorométhane	1.000
	Acétate d'éthyle	4.0328
<i>L.stoechias</i>	Méthanol	26.098
	Dichlorométhane	24.324
	Acétate d'éthyle	13.755

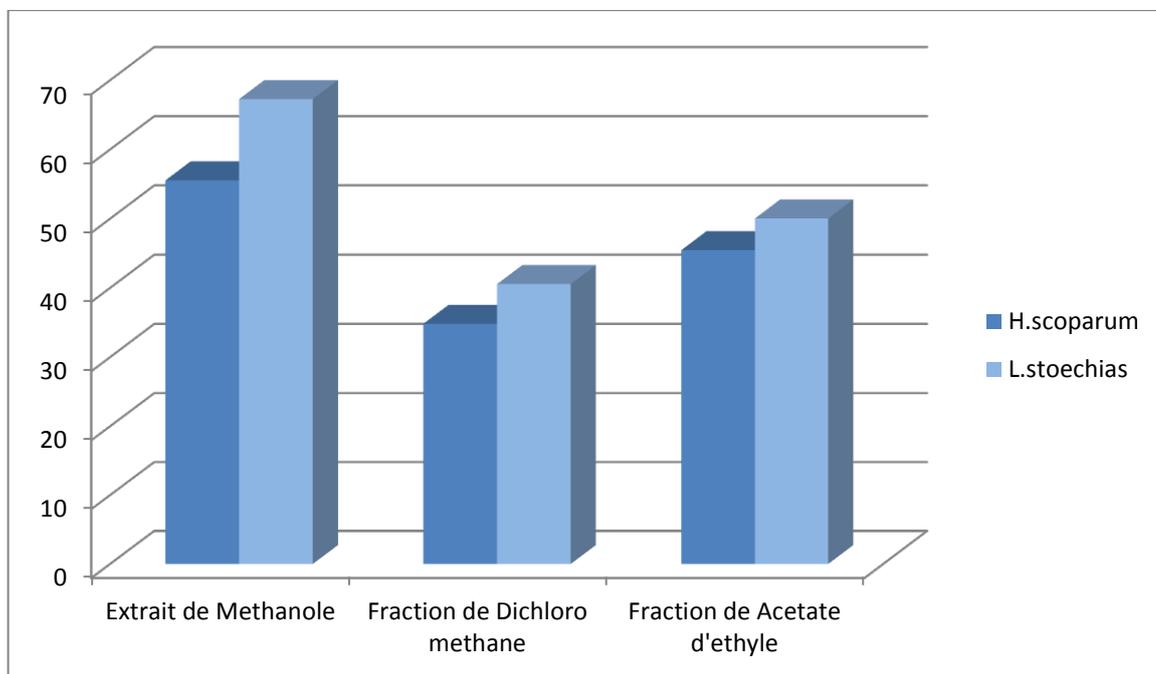


Figure IV.3. : Histogramme représente La concentration de l'extrait de deux plants *H.scoparium* et *L.stoechias*

IV.3.Extraction des lipides par soxhlet :

Extraction par soxhlet a été faite pour déterminer la teneur en lipides (Rendement) de notre plantes et pour étudier les paramètres chimiques (indice d'acidité; Saponification ;estérificationetc.)

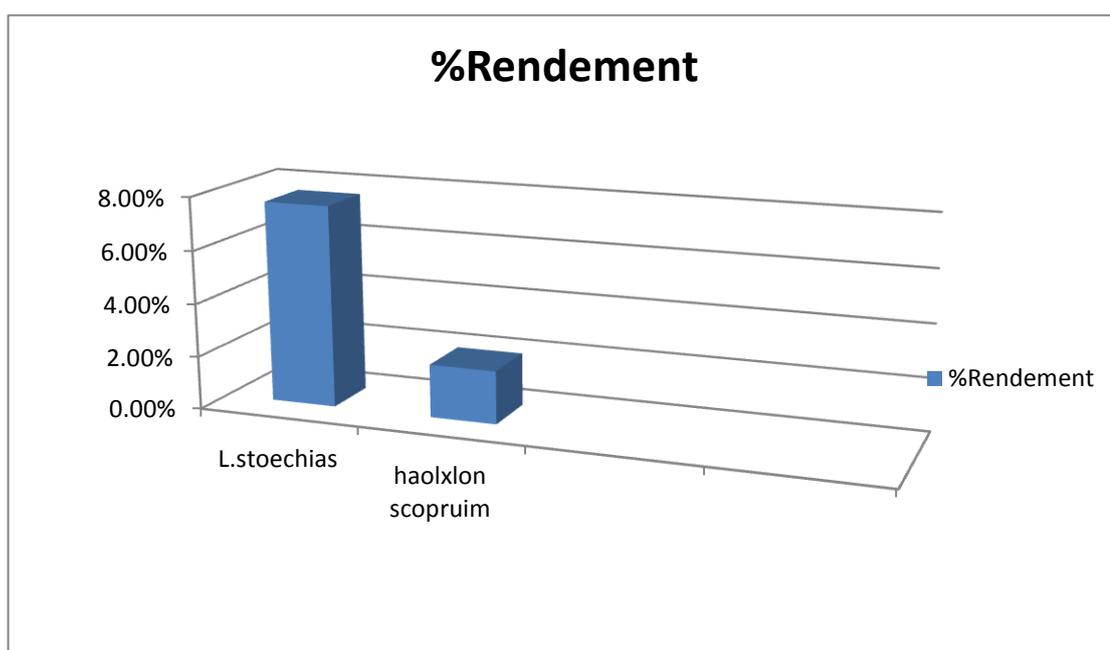
On déduit le Rendement des lipides par la relation suivants :

$$R\% = \frac{\text{la masse de lipides (en g)}}{\text{la masse de végétale (en g)}} \times 100 \quad (\text{éqIV.2})$$

Pour chaque plante, nous avons calculé le rendement des lipides, les résultats obtenus sont présente dans le tableau suivant :

TableauIV.4 : représentant le rendement des lipides

Espèce de plants	Rendement %
<i>Lavandula stoechias</i>	7.62%
<i>Haloxylon scopruim</i>	2%

**Figure IV.4:** le Rendement des lipides

Ce résultat exprime ainsi la bonne capacité du l'hexane à faire extraits les composés lipidique obtenu. Mais l'opération est très lente à cause du T° d'ébullition de l'hexane qui est très élevée, L'extrait est de couleur verte due à la présence de chlorophylle

Les résultats obtenus pour les extraits aussi, montrent que le rendement de *Lavandula* : est le plus élevé de **7.62%**

Cela, Nous pouvons dire que la plante de *Lavandula stoechias* est contient plus des composé lipidique que *Haloxylon scopruim*.

IV.3.1.Caractéristiques physico-chimiques des lipides:

IV.3.1.1. Calcule les Indice physico-chimiques des lipides :

Résultats:

Les résultats de quelques indices chimiques qui caractérisent nos huiles étudiées nous avons utilisé la norme (AFNOR) les résultats consignés dans le Tableau:

Tableau IV.5: les résultats des Indice physico-chimiques des lipides

		M^{TAG} (g/mol)	M^{AG} (g/mol)	IA	IS	IE	IR
<i>L.stoechias</i>	Hexane	1002	321.33	14.6	168	153.42	1.46546
<i>Halxoylon</i>	Hexane	4001	1321	13.5	42	28.61	1.45465

:

Nous constatons que la valeur de MAG moy d'huile étudiée ne contient pas des acides gras ayant un nombre de carbone compris entre 16 et 18 car leur masse moléculaire sont très loin aux masse moléculaires des acides : stéarique, oléique, linoléique qui sont respectivement 284, 282, et 280 leurs MAG moy de 1002 et 4001 respectivement

Ces indices permettent de faire quelque estimation sur la masse moléculaire moyenne des acides gras et le nombre d'insaturation et la teneur en acide gras libre et nous avons également mesure l'indice de réfraction.

D'après les résultats mentionnés dans le tableau ci-dessus on déduit la valeur d'indice d'acidité entre 14.6 -13.5 pour l'extraction de la plante par hexane.

Cela exprime une acidité faible de lipide étudié

L'indice d'iode les résultats nous donnons une estimation que les acides gras insaturés sont très élevé.

En effet, seuls les composés insaturés sont susceptibles de fixer l'iode par addition, cet indice augmente en même temps que la proportion des acides gras non saturés.

L'indice d'iode permet de classer nos lipides selon la siccativité

- ✓ Huiles siccatives $130 < II < 180$
- ✓ Huiles demis siccatives $100 < II < 130$

✓ Huiles non siccatives $95 < II < 100$

La valeur d'indice de saponification pour notre extrait entre 168 et 42 qui donne une estimation sur la masse moléculaire moyenne des triglycérides M^{TAG}_{moy} et sur la masse moléculaire moyenne des acides gras constitutifs M^{AG}_{moy} .

Ces masses sont calculées par les deux relations suivantes :

$$M^{TAG}_{moy} = \frac{3 \times 56110}{I_s} \quad (\text{éqIV.3})$$

$$M^{AG}_{moy} = \frac{M^{TAG}_{moy} - 38}{3} \quad (\text{éqIV.4})$$

Ce résultat exprime que les constituants essentiels des glycérides ne contiennent pas des acides gras à chaîne moyenne et on peut estimer que les acides gras dans notre matière végétale sont des acides gras à une chaîne longue à moyenne du carbone.

Ces informations fournis par les indices d'acidité, saponification et d'estérification sont insuffisants pour rendre compte de la nature des différents AG présente dans l'huile.

Il faut approfondie notre étude par l'analyse de chromatographie HPLC, pour déterminer la composition de nos huile en acides gras.

IV.4.Extraction des huiles essentielles :

Les huiles essentielles ont été extraites de la partie aérienne sèche de notre plante par l'hydro distillation.

IV.4.1.Calcule le rendement :

Pour déterminé le rendement en huiles essentielles nous avons pesé la matière végétale avant l'extraction ; l'huile essentielles obtenus récupérée et séparée de l'eau de distillation par décontraction puis séchée par sulfate de sodium anhydre; le rendement a été calculé à partir de relation suivante:

$$R\% = \frac{\text{la masse de l'H.E(en g)}}{\text{la masse de végétale (en g)}} \times 100 \quad (\text{éqIV.5})$$

Les résultats obtiennent dans le tableau suivant :

TableauIV.6: Les résultats des huiles essentielles

Espèce végétale	Rendement de H.E
<i>L.stoechias</i>	0.105%
<i>Haloxylon scopruim</i>	0.054%

A partir le tableau nous peuvent dire que *Lavandula* est plus riche des huile par rapport *Haloxylon scopruim*.

IV.5. Analyse par chromatographie (CCM)

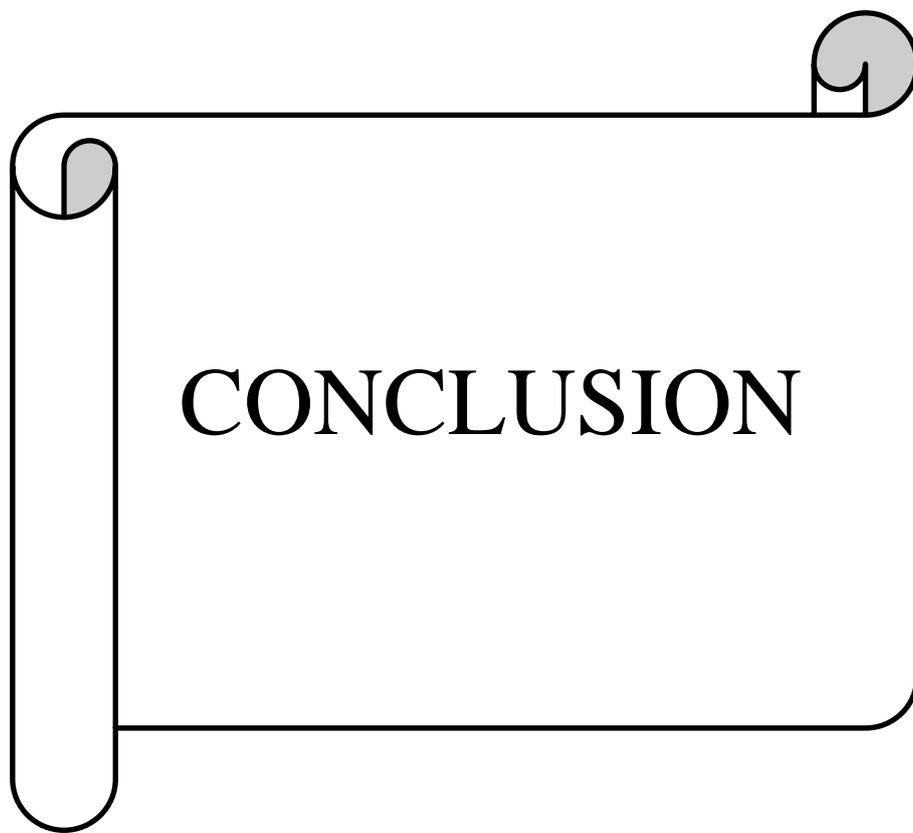
IV.5.1.Résultats de séparation par (CCM) :

Tableau IV.7 : Les résultats de CCM des huiles et les lipides

Plante	Système de solvant	Nombre de taches	Valeurs de Rf	Couleurs de taches
	Acétate d'éthyle (10ml)	3	1.05 1.09 1.08	-jaune claire -jaune claire -jaune claire
	Chloroforme (10ml)	3	1.34/1.12 1.38/1.15 1.30//1.11	-violet -jaune -jaune
	Méthanol (10ml)	3	1.32/1.05 1.28//1.05 1.25/1.05	-jaune claire -jaune claire -jaune claire
	Dichlorométhane (10ml)	3	1.34/1.16/1.05 1.36/1.18/1.05 1.32/1.15/1.05	-violet -jaune claire -jaune claire

<i>Lavandula stoechias</i>	Hexane (10ml)	3	3.46 3.60 4.09	-jaune -jaune -jaune
	Dichlorométhane+ Acétate d'éthyle (5ml/5ml)	3	1.04 1.05 1.05	-jaune claire -jaune claire -jaune claire
	Dichlorométhane + Méthanol (5ml/5ml)	3	1.26/1.05 1.30/1.05 1.34/1.05	-jaune -jaune -jaune
	Dichlorométhane + Chloroforme (5ml/5ml)	3	1.38/1.15/1.03 1.30//1.18/1.03 1.28/1.13/1.03	-violet -jaune -jaune
	Dichlorométhane + Hexane (5ml/5ml)	3	2.5 2.72 2.57	-jaune -jaune -jaune
	Chloroforme + Méthanol (5ml/5ml)	3	1.05 1.07 1.09	-jaune -jaune -jaune
	Chloroforme + Hexane (5ml/5ml)	3	1.9 1.97 1.75	-jaune -jaune -jaune
	Méthanol + Acétate d'éthyle (5ml/5ml)	3	1.09 1.11 1.12	-jaune -jaune -jaune
	Méthanol+ Hexane (5ml/5ml)	3	1.05 1.05 1.05	-jaune -jaune -jaune
		Chloroforme (10ml)	3	6.25/3.12/1.06 6.25/3.22/1.02 6025/3.18/1.04
Hexane (10ml)		3	5 5 5	-orange -orange -orange

H.scoprium (lipide)	Acétate d'éthyle (10ml)	3	1.07 1.06 1.04	- oronge - oronge - oronge
	Dichlorométhane (10ml)	3	10/5/1.25 8.33/4.54/1.19 8.33/4.34/1.16	- oronge - oronge fonce -jaune
	Hexane + Acétate d'éthyle (8ml/2ml)	3	2.94/1.31/1.02 3.12/1.35/1.02 2.77/1.38/1.02	- oronge fonce - oronge claire -jaune
	Hexane + Acétate d'éthyle (5ml/5ml)	3	5.55/2.27/1.02 6.25/2.27/1.04 8.33/2.27/1.02	-jaune claire - oronge -jaune



CONCLUSION

CONCLUSION

CONCLUSION

Les plantes médicinales présentes une source inépuisable de substances et composés naturels bioactifs. L'étude des propriétés microbiologique à concerner deux plantes *Haloxylon scoparium* originaires de GHARDAIA et *lavandula stoechias* ou se trouve dans les Hautes-terres hautes de DJELFA et BAYADE ou le grand Sahara. Sélectionne parmi celles poussant à l'état spontané.

La détermination des rendements en huiles essentielles ont montré une rentabilité volatile chez les espèces *Lavandula stoechias* 1.05 %, alors qu'il s'affabilité en passant de *Haloxylon scoparium* (Extrêmement faible ; le rendement tend vers le zéro) ,alors pour les lipides est de 7.62 % pour *Lavandula stoechias* et encore faible pour *Haloxylon scoparium*

Les indices physicochimique (indice acidité estérification, indice de saponification) donnant des valeurs similitudes avec celles des huiles connues .En ce qui concerne la composition des acides gras en estime que sont des chaîne lentes.

Le dosage des composés phénolique contenus dans les six extraits a révélé de teneurs considérables en polyphénols chez *Haloxylon scoparium* originaires de GHARDAIA et *lavandula stoechias* ou se trouve dans les Hautes-terres hautes de DJELFA et BAYADE ou le grand Sahara.

Comporte des teneurs plus importante de polyphénols que *Haloxylon scoparium*

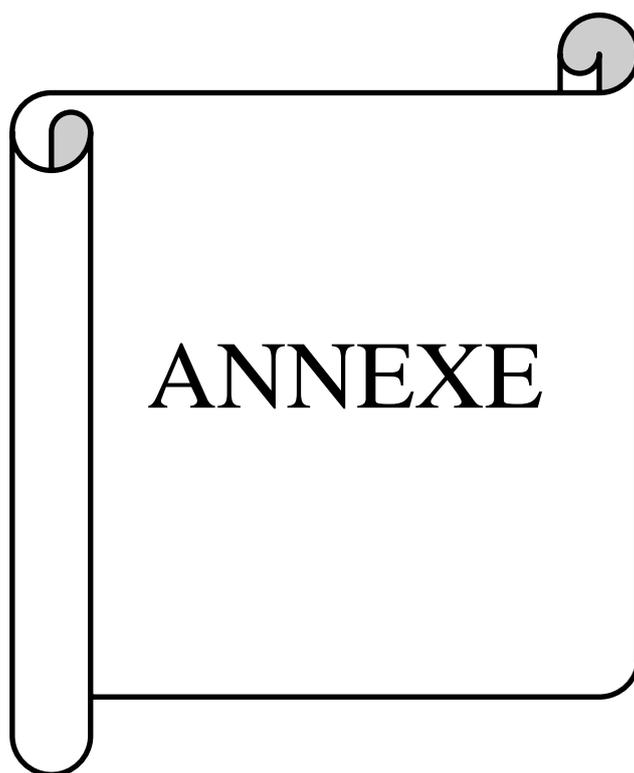
Qualitativement, les analyses effectuée par la chromatographie par couche mince sur gel silice avec deux systèmes de solvants différents ont montré, sous UV, la présence des variétés des ces composés dont les flavonols, des flavones et anthocyanidine 3-glicosides.

On se basant sur des études bibliographiques les plantes étudiées contient de très faible quantité d'acide gras à chaîne longue pas des d'acide gras à chaîne moyenne par exemple C16 :0 l'acide palmitique et les constituants major dans ces plantes en acide gras sont des acides à chaîne carbonique lente par exemple C32,C30 ceci à été vérifier par les calculs des MTAG et MAGou on ne peut pas les détecte par CPG il faut approfondie notre étude par

CONCLUSION

l'analyse de chromatographie HPLC, RMN, pour déterminer la composition de nos huile en acide gras

En fin, l'ensemble des ces résultats obtenus ne constitue qu'une première étape dans la recherche de substances de source naturelle biologiquement active. Des essais complémentaires seront nécessaires et devront pouvoir confirmer les performances mises en évidence.





Montage de hydro distillation A.E(2018)



L'apparielle de rota vapeur

A.E(2018)



Montage de soxhlet A.E(2018)



La décantation(l' extraction liquide-liquide)

A.E(2018)



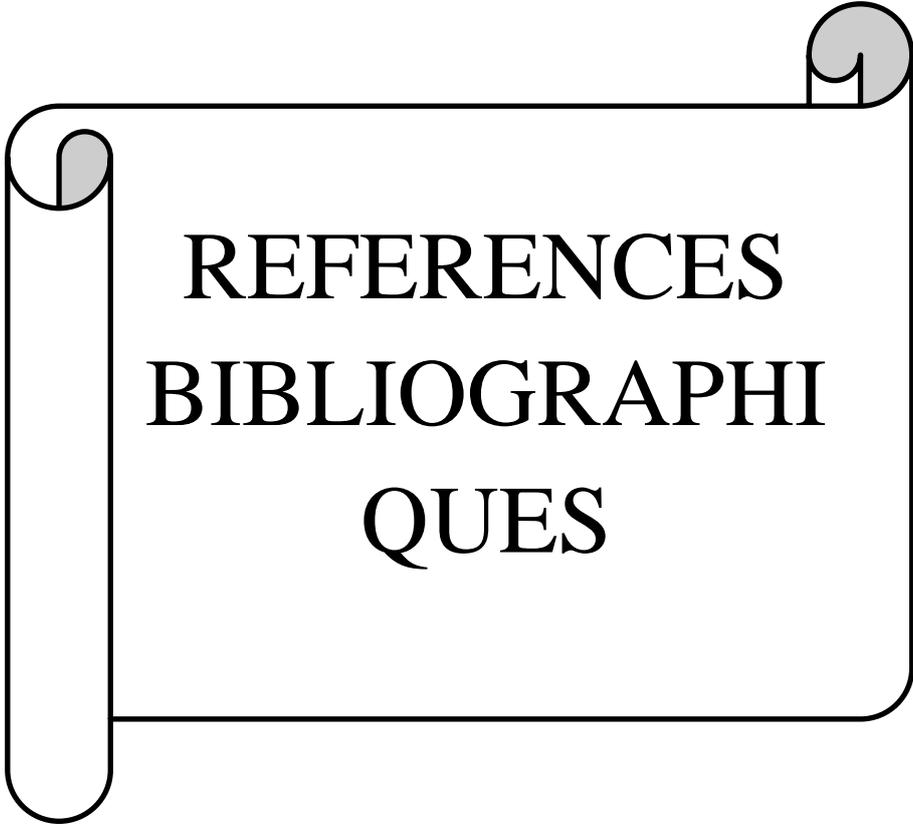
Les cuve de CCM A.E(2018)

Tableau I : les produits chimique et les réactives

Produits	Propriétés
Méthanol	Me OH, M=32.4
D'éthyle éther	$C_4H_{10}O$, M =74.12
Ether de pétrole	40-65°, BIOCHEM Chemopharma
Dichlorométhane	Ch_2Cl_2 , M=84.93, BIOCHEM Chemopharma
Hexane	C_6H_{14} , M=86.18
Acétate d'éthyle	$C_4H_8O_2$, M=88.1, 99.8%, International BIOCHEM Chemopharma
Sulfat de sodium anhydrid	Na_2SO_4 , PM=142.04g, 99.8%
Chlorure ferrique	$FeCl_3$, d=162.21 ,99% BIOCHEM Chemopharma
Folin	d=1.22
Carbonates de sodium	Na_2SO_3 , PM=105.99, 99.8%
Acide gallique monohydrat	$C_7H_6O_5H_2O$, MM=358.18, 99%,
Eau distillée	M=18g/mol
HCL	M=36g/mol

Tableau II : les appareils et les instruments

Les appareille	Propriétés
Balance électrique	OHAUS, 0.0000g
Etuve sous vide	LDO-080N, Tmax=320° C, DLa Btech
Rotavapeur	R-210BUCHI, T max =95° C
Spectrophotomètre UV-visble	Spectro Scan80DV
Micropipette	SL-plus100
Bicher,papier filter,burette...	/



REFERENCES
BIBLIOGRAPHI
QUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] OZENDA P, 1983, flore de Sahara C.N.R.S; PARIS
- [2] Jean-Yves c, PLANTES MÉDICINALES ET FORM .Mémoires de doctorat. UNIVERSITÉ Henri Poincaré, NANCY 1, France.pb 28 Mai 2010.
- [3] Encyclopédie des plantes médicinales ,Ed ; Larousse-Bordas, 1997
- [4] Léon Raul Hernandez substitution de solvants matière active N° d'ordre 2264.
- [5] C.Bourel.1993.Analyse chimique, activité bio statiques et antioxydants d'extraits de plantes aromatiques sélectionnées; Thèse de l'institut National polytechnique de Toulouse; Fran .
- [6] HORDÉ P., 2014- Plantes médicinales. p1. SEBAI M. et BOUDALI M., 2012 - La Phytothérapie entre la confiance et méfiance. Mémoire professionnel d'infirmier de la sante publique. Institut de formation paramédical, Alger, p 9.
- [7] ZEGHABI K , Contribution à l'étude biochimique de quelques plantes médicinales dans le Sahara Septentrional algérien , fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme de Master Académique ,UNIVERSITÉ ECHAHID HAMMA LAKHDAR D'EL-OUED 18 Octobre 2015.
- [8] Zeghad N.(2009) Etude du contenu polyphénolique de 2 plantes médicinales d'intérêt économique (*Thymus vulgaris*, *Rosmarinus officinalis*) et évaluation de leur activité antibactérienne. *Thèse de magister*. University Mentouri Constantine.
- [9] .Gurib-Fakim A. (2006) Medicinal plants Traditions of yesterday and drugs of tomorrow , *Molecular Aspects of Medicine* 27: 1-93.
- [10] DJABOU N., 2006- sambucus nigra l., une plante de la pharmacopée traditionnelle nord-africaine Thèse de magister en chimie. Université Abou Berk Belkaid – Tlemcen .p14-15.

- [11] BADIAGA M., 2011- Etude ethnobotanique, phytochimique et activité biologique de *Nauclea latifolia* smith une plante médicinale africaine récoltée au mali. Thèse de doctorat en chimie organique. Université de bamaco Mali. p1832
- [12] BOUAL Z., 2009- Contribution à l'étude des polysaccharides de quelques plantes spontanées à caractère médicinal de la région de Ghardaïa (Sahara septentrional Est algérien). Mémoire de magister. Université Kasdi Merbah Ouargla. p80
- [13] ADOUANE .S ,Eude ethnobotanique des plantes méridionale des Aurès , Mémoire , de magistère en sciences agronomiques , Université Mohamed Khider - Biskra-2015/2016.
- [14] SEBAI M. et BOUDALI M., 2012 - La Phytothérapie entre la confiance et méfiance. Mémoire professionnel d'infirmier de la sante publique. Institut de formation paramédical, Alger, p 9.
- [15] MANSOUR A., 2009 - Investigation photochimique de l'extrait n-butanol de l'espèce centaure africain. Mémoire de magister, Univ. Constantine, 8 p.
- LAGINIKA L., 2005 - Étude photochimique et activité biologique de substances naturelle isolée de béninoise. Thèse de doctorat, Univ. Louis Pasteur ,Strasbourg, Bénin, 267 p
- [16] 3rd international Conference on Polyphenols Applications (2006). The International Society for Antioxidants in Nutrition and Health (ISANH).
- [17] Orgogozo et al. (1997), "Wine consumption and dementia in the elderly: A prospective community study in the Bordeaux area", Rev. Neurol. 153: 185-192.
- [18] Zeghad . N , Etude du contenu polyphénolique de deux plantes médicinales d'intérêt économique (*Thymus vulgaris*, *Rosmarinus officinalis*) et

évaluation de leur activité antibactérienne , Mémoire de magister (Ecole doctorale) , Université Mentouri Constantine 2008/2009.

[19] W. Vermerris, R. Nicholson (2006), Phenolic compound biochemisry, Springer, The Netherlands.

[20] M. M. R. Kansole, Etude ethnobotanique, phytochimique et activités

biologiques de quelques Lamiaceae du Burkinafaso : cas de Leucas

Martinicensis(Jacquin) R. Brown, HOSLUNDIA OPPOSITA VahET

ORTHOSIPHON PALLIDUS Royle ex Benth. Diplôme d'Etudes Approfondies, Université de Ouagadougou.

[21] ALI .K , Etude et valorisation des principes actifs de quelques plantes du sud algérien : (Pituranthos scoparius, Rantherium adpressum et Traganum nudatum), Mémoire de Doctorat en Sciences , L'UNIVERSITE MENTOURI – CONSTANTINE 04-10-2012.

[22] BENAYAD. N, Évaluation de l'activité insecticide et antibactérienne des plantes aromatiques et médicinales Marocaines.

Extraction de métabolites secondaires des champignons endophytiques isolés de plantes Marocaines et activité anticancéreuse , THESE DE DOCTORAT, UNIVERSITÉ MOHAMMED V – AGDAL 21-12-2013.

[23] LAMAMRA. M , Contribution à l'étude de la composition chimique et de l'activité antimicrobienne des huiles essentielles de *Tinguarra sicula* (L.) Parl. et de *Filipendula hexapetala* Gibb ,du Diplôme de MAGISTER , UNIVERSITE FERHAT ABBAS-SETIF.

[24] El-Azrak. H, Extraction et distillation d'une plante aromatique et médicinale : Rosmarinus officinalis , *RAPPORT DE FIN D'ETUDES* , Université Sidi Mohamed Ben Abdellah ,07-06-2017.

[25] BOUKHALFA.M , Étude de [l'activité antioxydante (test 'BTIY) des

huiles essentielles et la pédologie d'*Haloxylon Scoparium pome1*(Remth) de la région de Naâma , Mémoire de mastère II , Université Abou BakrBelkaid-Tlemce 05-06-2014.

[26] Hamsi .N, Contribution à l'étude de l'optimisation de l'extraction solide-liquide des lipides par Soxhlet du caroubier (*Ceratonia siliqua*) de la région de Tlemcen , Mémoire de master en biologie , UNIVERSITE ABOU BAKKR BELKAID-TLEMCEN 03/07/2013

[27] DJADOUN SADIA, (2012). Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive assistée par micro-ondes. Mémoire de Magister. Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou. Pp 4-13

[28] Naudet.M ; Manuel des corps gras Edition Technique et documentation Lavoisier 1992, paris Tome 2.

[29] Association français de normalisation (AFNOR) français des corps gras oléagineuse produits dérivés 3^{eme} édition ; 1984.

[30] Manuel des corps gras ,Tome 1,2 ; paris ,1992.

[31] OTMANI. F, Étude de (activité anti-oxydante des huiles essentielles d'*Haloxylon scoparium pome1* de la région de Naâma), Mémoire de mastère II en agronomie, Université Abouïkr Belkaid-Tlemcen 10-06-2014.

[32] Florine H, l'huile essentielle de lavande officinale etat des connaissances sur ses potentialites thérapeutiques, Thèse de Doctorat , Université de Strasbourg Faculté de Pharmacie 15-06-2013.

[33] BENABDELKADER .T, Bioactivité et biosynthèse des composés terpèniques volatils des lavandes Ailées (*lavandula stoechas sensu lato*, un complexe d'espèces Méditerranéennes d'intérêt Pharmacologique),These de Doctorat, Université Jenan- Monnet Sanit – Etienne,Farance 10-2012

الملخص:

تهدف دراستنا إلى تأكيد قيمة النباتات الطبية الجزائرية في مختلف مناطق الوطن و الإحاطة بكمية المركبات الفينولية و الزيوت الطيارة لنبتي *Haloxylon scoparium* و *lavandula stoechias*

إستخلاص المركبات الفينولية قد تم بإستعمال الميثانول ، ديكلوروميثان و الأسيتون كمذيب و تقدير الفينولات قد تم بواسطة طريقة foulin-ciocalteau ، اللبييدات قد قيمت بطريقة soxhlet و الزيوت الطيارة بواسطة hydrodistilation

بينت النتائج أن هذه النباتات تحتوي على كمية معتبرة من المركبات الفينولية ، اللبييدات و الزيوت الطيارة . حيث أن هته الأخيرة موجودة في *lavandula stoechias* أكثر من *Haloxylon Scoparium*

مما يسعنا القول أن كلتا النبتتين يمكن إستخدامها في المجال الصيدلاني بإهتمام أكثر

الكلمات الدالة: نباتات طبية، الإستخلاص ، المركبات الفينولية ، اللبييدات ، الزيوت الطيارة .

Résumé

Notre étude a pour objectif de confirmer la valeur des plantes médicinales algériennes dans différentes régions du pays et à observer la quantité de composés phénoliques et les huiles volatiles d'*Haloxylon scoparium* et *lavandula stoechias*

Les composés phénoliques ont été extraits en utilisant du méthanol, du dichlorométhane et de l'acétone comme solvant, et les phénols ont été évalués par la méthode du foulin-ciocalteau, L'estimation des lipides ont été faite par la méthode de extraction solide-liquide (soxhlet) et la quantification des huiles par la méthode del' hydrodistillation.

Les résultats ont montré que ces plantes contiennent une quantité importante de composés phénoliques, de lipides et d'huiles volatiles. Lorsque ce dernier est présent à *lavandula stoechias* plus de *Haloxylon Scoparium* .

Nous pouvons dire que les deux plantes peuvent être utilisées dans le domaine des produits pharmaceutiques plus d'attention

Mots-clés: plantes médicinales, extraction, composés phénoliques, lipides, huiles volatiles.

Abstract

Our study aims to confirm the value of Algerian medicinal plants in different regions of the country and to observe the amount of phenolic compounds and the volatiles oils of **Haloxylon scoparium** and *lavandula stoechias*

the phenolic compounds were extracted using methanol, dichloromethane and acetone as the solvent, and the phenols were evaluated by the ciocalteau fouling method. The lipid estimation was made by the solid-extraction method. Liquid (soxhlet) and the quantification of oils by the hydrodistillation method.

The results showed that these plants contain a large amount of phenolic compounds, lipids and volatile oils. When the latter is present in *lavandula stoechias* more than **Haloxylon Scoparium**.

We can say that both plants can be used in the field of pharmaceuticals more attention

Keywords: medicinal plants, extraction, phenolic compounds, lipids, volatile oils.