

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



Université 8 Mai 1945 Guelma
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de Génie des Procédés

Mémoire de Projet de Fin d'Etudes

2^{ème} Année master

*L'huile essentielle de la plante médicinale *Lythrum Salicaria**

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie des procédés des matériaux

Présenté par :

AZAIZIA Bouchra

Sous la Direction de :

Dr. CHERAITIA Abdallah

Juillet 2021

Remerciement

*Au terme de ce travail, on tient à remercier DIEU le tout puissant de nous avoir donné la
Santé, la force, le courage, et la volonté pour achever ce travail.*

*J'exprime aussi mes profonds remerciements à ma fierté, mon exemplaire
Mon Encadreur Dr CHERAITIA Abdallah pour avoir proposé et dirigé ce travail
Ses conseils, ses orientations et qui a été la source généreuse
De l'aide tous en long de ce travail.*

*Je tiens à remercier mes chers parents pour leur encouragement et leur soutien
Moral durant toute la période de la réalisation de ce travail
Et n'oublier pas mon mari.*

*Enfin, mes remerciements vont également à l'encontre de toutes personnes
Qui ont participé de près ou de loin, directement ou indirectement
À la réalisation de ce travail.*

Merci...

Dédicace

Je dédie ce travail :

A mon cher mari alla ce qui m'a aidé à terminer mes études et à mon fils mort, que la paix soit sur ton âme rachède.

A ma mère chérie, pour son affection, sa patience, sa compréhension, sa

Confiance, sa disponibilité, son écoute permanente et pour son soutien moral et matériel sans égal.

A mon père, qui m'a toujours poussée pour aller toujours de l'avant et qui m'a appris les vraies valeurs de la vie et pour ses précieux conseils, encouragement et la confiance qu'il m'a donnée.

A mes frères qui m'a toujours aidée et qui a été toujours à mes côtés.

A mes chères sœurs kamila et Sabrina, youssra,houda ,yamina, akila,souhila et leurs maris.

A mon grand-père khmessi,mohamed et mes chères om Saad et Soraya(Allah yarhamha)

A monsieur cheraïtia, qui m'a guidée avec patience et gentillesse tout au long de la réalisation du mémoire.

A toutes mes amies surtout : rokaya, farida,bouchra, ma confidente randa, nejma.

A tous mes camarades de la promotion 2019/2020.

A tous ceux qui m'ont encouragé et qui ont contribué de loin ou de pré pour la réalisation de ce modeste travail.

Enfin, je n'oublie pas ma belle-mère et beau-père qui m'a apporté un soutien total.

الملخص :

اليثروم ساليكاريا من عائلة الليثراسيا ، هو نبات طبي منتشر على نطاق واسع في حوض البحر الأبيض المتوسط ، وقد استخدمت الزيوت الأساسية المستخرجة من هذا النبات على نطاق واسع في الطب التقليدي لعدة قرون ضد العديد من الأمراض. اليوم ، دخل النبات الطب الحديث بفضل المكونات النشطة التي تشكل الزيوت الأساسية مثل: التانينات ؛ الأنثوسيانوسيدات. جلوكوزيدات الفلافون و التربينات الثلاثية.

اخترنا في دراستنا هذه استخدام نبات اليثروم ساليكاريا من منطقة قالمة للتعرف على مردودية عمليتي الاستخلاص: باستخدام المذيبات العضوية بواسطة جهاز سوكسلي والتقطير المائي ثم تحديد الخصائص الفيزيائية والكيميائية للزيوت المستخلصة. الزيوت التي تحصلنا عليها أكثر كثافة من الماء ، و حسب قطبية المذيب المستخدم نتحصل على زيوت أساسية أكثر أو أقل قطبية. ينتج عن الاستخلاص بالإيثانول « بواسطة جهاز سوكسلي » كمية كبيرة من الزيت العطري « $\approx 12\%$ » مما يدل على ربحية إنتاج المادة الزيتية لهذا النبات.

Résumé :

Lythrum Salicaria de la famille des Lythraceae, est une plante médicinale largement répandue dans le bassin méditerranéen, les huiles essentielles extraites de cette plante sont largement utilisées, dans la médecine traditionnelle, depuis des siècles contre une multitude de maux. Aujourd'hui, la plante est entrée dans la médecine moderne grâce aux principes actifs constituants des huiles essentielles tels que : Tanins ; anthocyanosides ; glucosides de flavones et les triterpènes.

Dans notre étude nous avons choisi d'utiliser la plante « Lythrum Salicaria » provenant de la zone de Guelma pour voir la rentabilité deux procédés d'extraction : extraction par solvant en utilisant l'appareil de Soxhlet et l'hydrodistillation, puis de déterminer les propriétés physico-chimiques des huiles extraites. Les huiles obtenues sont plus denses que l'eau et selon la polarité du solvant utilisé, on obtient des huiles essentielles plus ou moins polaire.

Summary :

Lythrum Salicaria of the Lythraceae family, is a medicinal plant widely distributed in the Mediterranean basin, the essential oils extracted from this plant have been widely used in traditional medicine for centuries against a multitude of ailments. Today, the plant has entered modern medicine thanks to the active ingredients of essential oils such as: Tannins; anthocyanosides; glucosides of flavones and triterpenes.

In our study we chose to use the plant "Lythrum Salicaria" from the Guelma area to see the profitability of two extraction processes: solvent extraction using the Soxhlet apparatus and hydrodistillation, then to determine the physico-chemical properties of the extracted oils. The oils obtained are denser than water and depending on the polarity of the solvent used, more or less polar essential oils are obtained.

Sommaire

Sommaire	I
LISTE DES FIGURES	IV
LISTE DES TABLEAUX	V
LISTE DES ABREVIATIONS	VI
Introduction générale.....	1
Partie Théorique	
Chapitre I : Les huiles essentielles	
I.1. Historique :.....	3
I.2. Méthodes d'extraction :	4
I.2.1. Extraction par hydro distillation	4
I.2.2. Entraînement à la vapeur d'eau	4
I.2.3. Extraction par les solvants.....	4
I.2.4. Extraction sans solvant assistée par micro-ondes.....	4
I.2.5. Extraction au CO ₂ supercritique.....	5
I.3. Importance des huiles essentielles :	6
1.3.1. Pour les plantes :	6
1.3.2. Pour l'intérêt humain :	6
1.4. Produits naturels et synthétiques:.....	6
1.5. Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles	6
I.6. Composition chimique des huiles essentielles	7
I.6.1. Les chaînes hydrocarbures et homologues oxygénés	7
I.6.2. Les terpènes :	7
I.6.3. Les composés Aromatiques :.....	10
1.7. Variation de la composition des huiles essentielles	11
1.7.1. Les facteurs intrinsèques :.....	11
1.7.2. Les facteurs extrinsèques :.....	11

Chapitre II : La plante -Lythrum Salicaria	12
II.1. Définition.....	12
II.2. Nomenclature de la plante [19] :	12
II.3. Répartition géographique :	13
II.4. Classification des espèces de lythrum méditerranéennes :.....	13
II.5. Classification :	15
II.6. Caractéristiques.....	15
II.6.1. Morphologie générale et végétative	16
II.6.2. Fleuraison et morphologie florale	16
II.6.3. Fruits et grains.....	16
II.7. Propriétés de la plante [27-29] :	17
II.7.1. Composition chimique :	17
II.7.2. Caractéristiques chimiques des huiles essentielles.....	17
1. Indice d'acide Ia.....	17
2. Indice de saponification I _s	18
3. L'Indice d'ester I _e	18
II.7.3. Caractéristiques physiques des huiles essentielles	18
1. La densité :	18
2. L'indice de réfraction.....	18
3. Le pouvoir rotatoire.....	19
II.7.4. Spectroscopies FTIR et UV-Visible :	20
1. Spectroscopies FTIR	20
2. Spectroscopie UV-visible.....	21
Chapitre III : Partie Expérimentale	23
Objectifs	23
III -1- Méthodes d'extractions :	23
III -1- 1- Extraction par Soxhlet (par solvant)	23

III -1- 2- Extraction par hydrodistillation :	25
Etape 1 : Extraction par hydrodistillation.....	25
Etape 2 : Le relargage.....	25
Etape 3 : Extraction par le dichlorométhane	26
Etape 4 : Evaporation du dichlorométhane	26
III -2 - Caractérisation des huiles obtenus :	27
III -2 – 1- Aspect et rendement	27
III -2 – 1- 1- Aspect :.....	27
III -2 – 1- 2- Rendement :	28
III -2 – 2- Caractéristiques physico-chimiques de l'HE de Lythrum Salicaria	28
III -2 – 2- 1- Caractéristiques physiques	28
1- Indice de réfraction	28
2- La densité	29
3- Analyse par chromatographie sur couche mince (CCM) :	30
III -2 – 2- 2- Caractéristiques chimiques.....	33
1- Détermination de l'indice d'acide	33
2- Détermination de l'indice de saponification.....	34
3- Détermination de l'indice d'ester	36
III -2 – 2- 3- Analyses spectroscopiques	37
1- Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :	37
2- Spectroscopie UV-visible :	40
Conclusion générale	43

LISTE DES FIGURES

Figure I-1 : Montages d'extraction des huiles essentielles.....	5
Figure II- 1 : photo et illustrations de la plante lythrum Salicaria.....	12
Figure II- 2 : Carte de répartition géographique de la plante Lythrum Salicaria.....	13
Figure II -3 : Photos des espèces de Lythrum des mares temporaires méditerranéenne.....	14
Figure II-4 : Photos du Lythrum Salicaria au printemps –Avril (gauche) et pendant la période de fleuraison -juillet-Aout- (droite).....	15
Figure II-5 : Aspect des fleurs, fruits et grains de la plante Lythrum Salicaria.....	16
Figure II-6 : principe de mesure de l'indice de réfraction.....	19
Figure II-7 : Le pouvoir rotatoire d'huile essentielles	20
Figure II-8 : Principe de la spectrométrie infrarouge à réflectance atténuée.....	20
Figure II-9 : Les états de transition électronique en spectroscopie UV-Visible.....	21
Figure II-10 : Principe de fonctionnement du spectrophotomètre UV-Visible.....	22
Figure III-1 : Etapes et montage d'extraction par solvant (Soxhlet).....	24
Figure III-2 : Extraction de l'huile essentielle lythrum Salicaria par Hydrodistillation.....	25
Figure III-3 : Séparation des phases aqueuse (1) et organique	26
Figure III-4 : Montage de séparation du dichlorométhane par rotavap.....	27
Figure III-5 : Aspect de l'huile extraire par l'hydrodistillation et avec de l'éthanol	27
Figure III-6 : principe de mesure de l' <i>indice de réfraction</i>	28
Figure III-7 : Structure du polarimètre	29
Figure III-8 : Principe de la spectrométrie infrarouge à réflectance atténuée.....	30
Figure III-9 : Les états de transition électronique en spectroscopie UV-Visible	31
Figure III-10 : Principe de fonctionnement du spectrophotomètre UV-Visible.....	34
Figure III-11 : Mesure de l'indice de saponification.....	35
Figure III-12 : Schéma représentant la relation entre les indices I_e, I_S et I_A	36
Figure III-13 : Appareille la spectroscopie infrarouge à transformer de Fourier (FTIR).....	37
Figure III.14 : Photo appareil de Voltalab.....	37
Figure III. 15 : Spectromètre ATR de type Agilent Cary 630 FTIR.....	38
Figure III-16 : Spectres FTIR des huiles de Lythrum Salicaria	38
Figure III. 17 : Domaine spectral de la lumière Visible.....	39
Figure III-18 : Principe de la loi d'absorptiomètre.....	39
Figure III-19 : Spectromètre HACH LANGE DR 6000.....	40
Figure III-20 : Spectres UV-Visible de l'huile de Lythrum Salicaria	41

LISTE DES TABLEAUX

Tableau II-1 : Liste des espèces de <i>Lythrum</i> présentes dans les mares méditerranéennes.....	14
Tableau III -1 : l'indice de réfraction des huiles essentielles extraites.....	29
Tableau III-2 : allure des plaques CCM après révélation avec lampe UV et KMnO_4	32

LISTE DES ABREVIATIONS

AFNOR : Association Française de Normalisation.

$(C_2H_5)_2O$: Ether diéthylique

$C_2H_2Cl_2$: le dichlorométhane

C_2H_5OH : Ethanol

CCM : Chromatographie en couche mince.

FTIR : Infrarouge à Transformée de Fourier

HE : Huile essentielle.

Ia : L'Indice d'acide

Ie : L'Indice d'ester

IR : Infrarouge.

Is : L'Indice de saponification

ISO : Organisation Internationale de Normalisation

KOH : hydroxyde de potassium

α_D^{20} : Pouvoir rotatoire spécifique de l'HE ou angle de rotation spécifique à 20° C.

R (%) : Le rendement.

Rf : Rapport frontal.

Rotavap : évaporateur rotatif

UV : Ultraviolet

Introduction générale

Introduction générale

Depuis des siècles, l'homme a utilisé les plantes dans plusieurs domaines, tels que la parfumerie, la pharmacologie et l'agroalimentaire, grâce à leurs propriétés découvertes par hasard. Les plantes produisent un grand nombre de composés. Ces composés ne sont pas produits directement lors de la photosynthèse mais résultent de réactions chimiques ultérieures d'où le nom de métabolites secondaires. C'est après le développement de la chimie que les huiles essentielles (HE) extraites de plantes commencent à livrer leurs secrets et leurs composants principaux ont été identifiés. Actuellement, plus de 100000 substances sont connues.

Les huiles essentielles sont des liquides concentrés en composés aromatiques (odorants), volatils. Leur composition chimique est assez complexe, les composés terpéniques et aromatiques représentant les principaux constituants. On y trouve également, et en faibles concentrations des acides organiques, des cétones et des coumarines volatiles. La nature de la fonction chimique du composé majoritaire (phénol, alcool, aldéhyde, cétone...) joue un rôle prépondérant dans l'efficacité de leurs activités biologiques.

Elles ont des propriétés et des modes d'utilisation particuliers et ont donné naissance d'une branche nouvelle de la phytothérapie : l'aromathérapie.

Dans notre étude nous avons choisi d'utiliser une plante connue par ses effets bénéfiques *Lythrum Salicaria* est la plante médicinale qui se trouve presque partout. Les extraits des huiles essentielles de ces plantes sont largement utilisés, dans la médecine traditionnelle, depuis des siècles contre une multitude de maux. Aujourd'hui, la plante est entrée dans la médecine moderne.

Elle vivace, de la famille des Lythracées, la salicaire commune ou *Lythrum Salicaria* se rencontre en Europe, en Asie occidentale, en Afrique et en Amérique du Nord. Sa floraison intervient à la fin de l'été, de septembre à octobre. Hémostatique et astringente, elle est indiquée dans le traitement des troubles intestinaux et circulatoires. Elle permet également de traiter certaines affections cutanées.

Les objectifs visés pour ce travail, consistent à :

- ✓ Faire l'extraction du *Lythrum Salicaria* par Hydrodistillation et par extraction avec l'éthanol comme solvant en utilisant l'appareil de Soxhlet.
- ✓ Etudier les propriétés physico-chimiques des huiles essentielles extraites.

Dans ce cadre, notre présent travail porte sur l'extraction et la détermination des propriétés physico-chimiques des huiles essentielles extraites à partir de la plante *Lythrum Salicaria*.

Ce mémoire est divisé en trois chapitres :

- Dans le premier chapitre, on donne des notions générales sur les huiles essentielles, leurs intérêts, la composition chimique, les propriétés et les techniques d'extractions.
- Le deuxième chapitre est consacré à l'étude botanique de la plante *Lythrum Salicaria*, classification, variétés, situation géographique, composition chimiques et propriétés.
- Le troisième chapitre porte sur l'étude expérimentale, nous les avons réservés pour :
 - ✓ Les différentes extractions que nous avons effectuées.
 - ✓ La caractérisation des échantillons que nous avons obtenus.
 - ✓ Les interprétations et discussions des résultats obtenus.
- Enfin des conclusions viendront dresser le bilan des travaux réalisés.

Partie Théorique

Chapitre I : Les huiles essentielles

Chapitre I : Les huiles essentielles

I.1. Historique :

Les huiles sont connues et utilisées depuis longtemps par les anciennes civilisations : les égyptiens, les chinois, les indous, les grecs, les romains et les arabes musulmans ;

- Les Egyptiens conservaient leurs momies en utilisant l'extrait de menthe et de l'hysope.
- Les chinois et les indiens ont utilisé les essences des plantes en thérapeutiques pour le traitement de diverses maladies [1].
- Les Grecs et les romains avaient connaissance des techniques d'utilisation des premières eaux de toilette.
- Les musulmans ont fait la découverte fondamentale des plantes odorantes et de leurs techniques d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau par Ibnou sina (X-XI siècle), les premières descriptions scientifiques de la distillation des huiles essentielles étaient données par Ibnou el Baytar (XII siècle)
- En 1880 on note le passage du travail individuel à l'industrialisation des méthodes d'extractions.
- Le XX^{ème} siècle a connu un énorme développement dans le domaine de synthèse organique des composés odorants et surtout avec la découverte des terpènes, en plus des produits naturels, ce qui a donné lieu à plus de 40000 molécules odorantes utilisées dans les domaines de pharmacologie, l'agriculture, parfumerie et l'agroalimentaire.

Définition : Une huile essentielle ou essence végétale (latin : *essentia*, 'nature d'une chose') est un mélange de substances aromatiques volatiles de consistance huileuse, très concentrées, offrant une forte concentration en principes actifs [2].

Selon l'organisation internationale de normalisation (la norme ISO 9235) sur les huiles essentielles et celle de l'Association de Normalisation Française, (1987) une huile essentielle est définie comme : « Produit obtenu à partir d'une matière première naturelle d'origine végétale, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicerie de fruits de citrus (agrumes), soit par distillation sèche, après séparation de l'éventuelle phase aqueuse par des procédés physiques. » [3], on a les termes suivants :

Essences (Huiles essentielles) : sont des produits généralement odorants obtenus soit par entraînement à la vapeur d'eau de végétaux, soit par pression.

Les essences concrètes : sont des produits obtenus par extraction à l'aide d'un solvant de substance végétales fraîches.

Les résinoïdes : sont des produits obtenus par extraction à l'aide d'un solvant lde substance végétales desséchés de résines, gomme-résines ou de baumes.

Les essences absolues : sont des produits résultants de l'extraction par l'alcool à basse température des résinoïdes.

Les essences déterpénées : sont des produits obtenus par distillation sous pression réduite des rétinoides (pour éliminer les fractions terpéniques les plus volatiles et de mauvaise conservation), les huiles essentielles n'existent que chez les végétaux supérieurs, elles peuvent être stockées dans tous les organes végétaux ; les fleurs, les feuilles et moins souvent tous les écorces, les bois, les racines, les rhizomes et les graines.

I.2. Méthodes d'extraction :

Différentes techniques sont utilisées pour l'extraction des huiles essentielles à partir des différentes parties des plantes [4].

I.2.1. Extraction par hydro distillation

C'est la méthode qui fournit les meilleurs rendements, l'hydrodistillation consiste à immerger directement la biomasse végétale à traiter dans un alambic rempli d'eau qui est ensuite porté à l'ébullition sous pression atmosphérique, les vapeurs hétérogènes condensées sur une surface froide se transforme à l'état liquide, le mélange huile-eau se sépare par différence de densité.

I.2.2. Entraînement à la vapeur d'eau

Cette méthode est basée sur le fait que la plupart des composés volatils contenus dans les végétaux sont entraînés par la vapeur d'eau. Le matériel végétal est placé dans l'alambic sur une plaque perforée, sous l'action de la vapeur d'eau introduite ou formée à l'extracteur, les vapeurs saturées en composés volatils qui sont condensées puis décantées sont appelées eaux de distillation (ou hydrolats eaux florales).

I.2.3. Extraction par les solvants

Le procédé consiste à immerger le matériel végétal dans un solvant à bas point d'ébullition qui sera ensuite éliminé par distillation sous pression réduite. L'évaporation du solvant donne ce qu'on appelle « concrète : mélange odorant de consistance pâteuse ». L'utilisation de l'alcool comme solvant produit l'essence absolue. Cette méthode est très coûteuse à cause du prix de l'équipement et de la grande consommation des solvants.

I.2.4. Extraction sans solvant assistée par micro-ondes

Cette méthode permet de réaliser des extractions du matériel végétal frais à pression atmosphérique, sans ajout d'eau ou de solvant. La matière végétale est placée dans une enceinte

close et chauffée par la micro-onde. Les molécules volatiles sont entraînées par la vapeur d'eau formée à partir de l'eau contenue dans le végétal. Un système de refroidissement à l'extérieur du four micro-ondes permet la condensation du distillat, composé d'eau et d'huile essentielle, par la suite facilement séparable par simple décantation.

I.2.5. Extraction au CO₂ supercritique

L'utilisation de CO₂ à haute pression dans la masse végétale (en générale les fleurs) au lieu des solvants traditionnels sert à extraire les essences des végétaux et ainsi entraîner les substances aromatiques facilement. On utilise le CO₂ car il possède de nombreux atouts : il s'agit d'un produit naturel disponible et peu couteux, n'est pas toxique, inflammable, facile à éliminer totalement, aisément et peu réactif chimiquement.

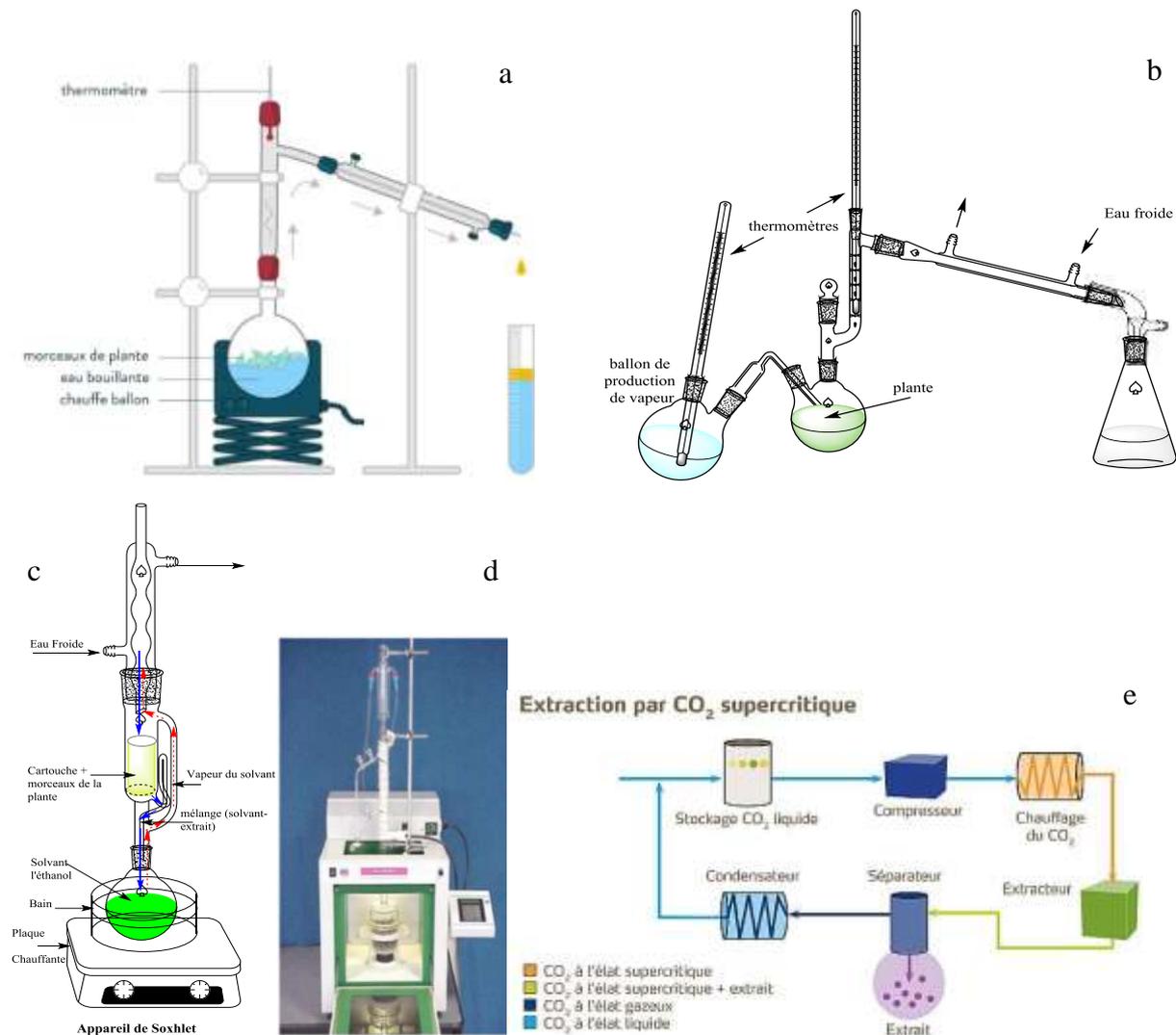


Figure I-1 : Montages d'extraction des huiles essentiels : hydrodistillation (a), entrainement à la vapeur d'eau (b), extraction par soxhlet (c), extraction assisté par micro-ondes (d) et par CO₂ supercritique (e) [4].

I.3. Importance des huiles essentielles :

Les huiles essentielles présentent beaucoup d'avantages et d'intérêts :

1.3.1. Pour les plantes :

Les huiles essentielles grâce à leurs volatilités et odeurs jouent le rôle d'un moyen de communication (pour la pollinisation) , ils constituent aussi un moyen de défense contre les micro-organismes , les champignons , les insectes et les herbivores.

1.3.2. Pour l'intérêt humain :

Les huiles essentielles sont utilisées dans plusieurs domaines.

1- En pharmacologie : les huiles essentielles sont largement utilisées grâce à leurs [5].

- ✓ **Pouvoir antiseptique** :qui s'exerce vis à vis des bactéries pathogènes variées , des champignons , et même des levures comme la lavande, eucalyptus et girofle.
- ✓ **Propriétés irritantes:** déclenchant le phénomène d'irritation au niveau de l'arbre bronchique comme l'eucalyptus.
- ✓ **Propriétés spasmolytiques sédatives :** diminuant ou supprimant les spasmes gastro-intestinaux comme la verveine et la menthe.
- ✓ **Propriétés neuro- sédatives :** comme la lavande
- ✓ **Propriétés anti inflammatoires, cicatrisantes.....etc.**

2- En parfumerie : sont utilisées soit comme huile essentielle brute [6], comme essence concrète , résinoïdes, ou absolue.

3- En alimentation : les huiles essentielles sont utilisées comme épice ou aromate.

Epice : est d'origine végétale aromatique ou piquante destinée à l'assaisonnement.

Aromate : est d'origine naturelle qui exhale une odeur pénétrante et agréable.

Condiment : est une substance simple ou composé de saveur prononcée destinée à être incorporée aux aliments (son origine n'est pas exclusivement d'origine végétale).

4- En Industrie : surtout chimique, les isolats sont alors des matières premières de base pour la synthèse de principe actifs thérapeutique, de vitamines et d'intermédiaires de bon marché [7].

1.4. Produits naturels et synthétiques:

L'arôme des huiles essentielles qui se bonifie avec le temps, malgré que plus de 40000 substances odorantes ou gustatives artificielles sont fabriquées, mais certains composants chimiques des huiles essentielles n'arrivent pas toujours à être imités [8].

1.5. Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles

Les huiles essentielles possèdent en commun un certain nombre de propriétés physique [9] :

- Volatiles (odorantes) et entraînable à la vapeur d'eau.

- Généralement liquide à la température ambiante.
- Incolores ou transparente lorsqu'elles viennent d'être préparées.
- Les huiles essentielles ne se dissolvent pas dans l'eau, elles ont en revanche une affinité toute particulière avec les graisses de toute nature (solubles dans les huiles végétales), ainsi qu'avec l'alcool de titre élevé et la majorité des solvants organiques.
- Inflammable et nécessitent de connaître leur point éclair pour leur stockage et leur transport.
- Présentent une densité proche de l'eau, (généralement inférieur à 1 ce qui permet leur distillation. cette densité sera utilisée pour détecter la falsification et convertir les masses en volume ou inversement lors de l'utilisation de petites quantités d'huile essentielle.
- Les huiles essentielles s'oxydent facilement et sont à la fois photosensibles et thermosensibles. C'est pourquoi, il faut les conserver à l'abri de lumière, de la chaleur mais surtout de l'oxygène de l'air, prévenant les risques d'acidification dès ses composés (aldéhydes, cétones, phénols...).

I.6. Composition chimique des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes et très variés de constituants qui forment un mélange composé de trois principaux groupes [10] :

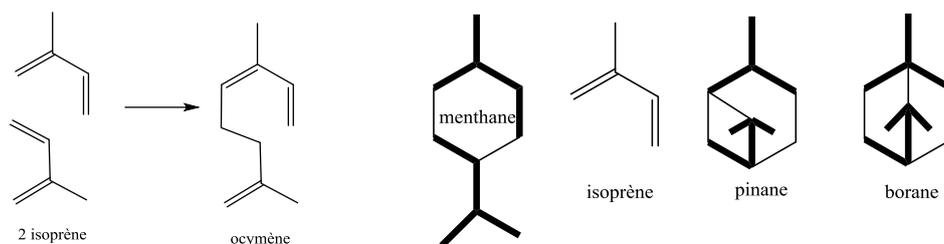
- 1- Les chaînes hydrocarbures et leurs homologues oxygénés (les alcools, les aldéhydes, les cétones, les éthers, les acides et les esters).
- 2- Les terpènes
- 3- Les dérivés de benzènes (aromatiques).

I.6.1. Les chaînes hydrocarbures et homologues oxygénés

Compte tenu de leur mode d'extraction les huiles essentielles peuvent renfermer divers composés aliphatiques généralement de faible masse moléculaire (carbure, acide, alcool, aldéhyde, esters etc...) ces produits résultant de la transformation de molécules non volatiles

I.6.2. Les terpènes :

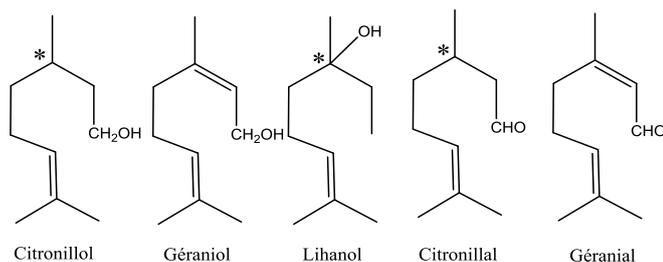
Les terpènes se trouvent dans les huiles essentielles sous forme d'hydrocarbures aliphatiques et à cycles saturés d'alcools, d'aldéhydes, de cétones, d'éthers, d'acides et d'esters. Les carbures terpéniques renferment une ou plusieurs doubles liaisons dérivées de l'isoprène C_5H_8 , la plupart de ces composés sont optiquement actifs à cause de la présence de carbones asymétriques [11].



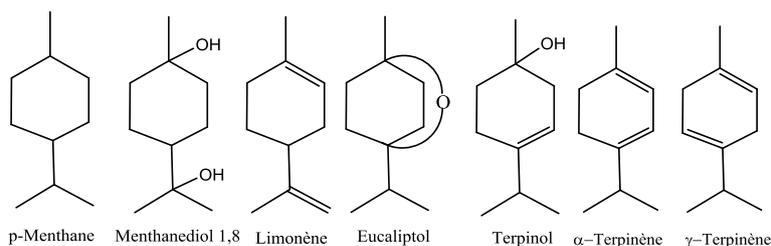
Les terpènes sont classés selon leur condensation en isoprène (inexistant dans la nature), les terpènes qui existent dans la nature comprennent :

a. **Les terpènes** proprement dit $C_{10}H_{16}$ ($n=2$) divisés en trois groupes :

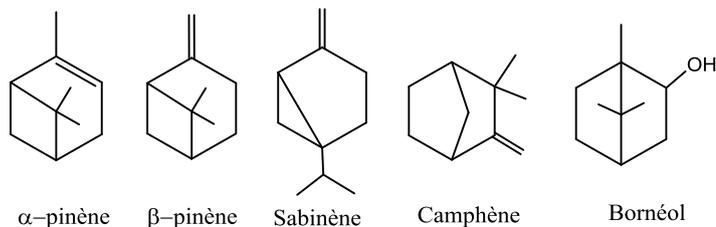
✚ **Les terpènes acycliques** (3 doubles liaisons) : On rencontre surtout dans les essences végétales les alcools et les aldéhydes dérivés des terpènes acycliques, les majorités contiennent un carbone asymétrique [12].



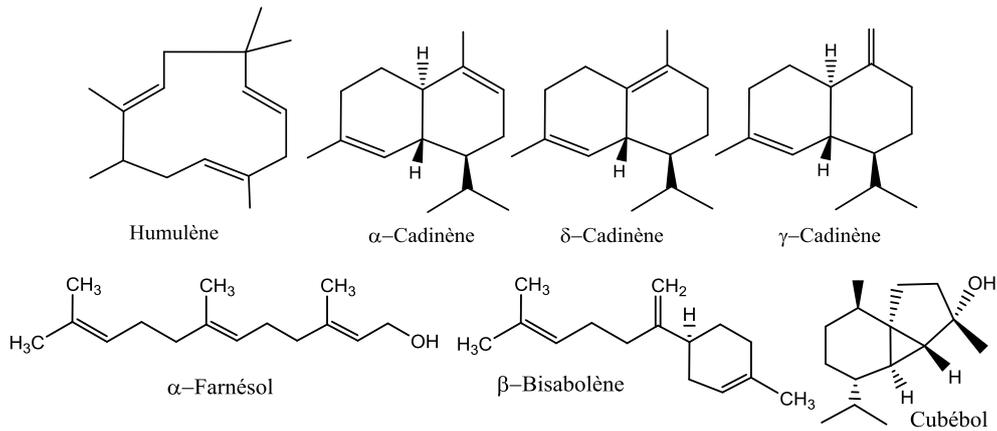
✚ **Les terpènes monocycliques** (2 doubles liaisons) : Les terpènes monocycliques sont des dérivés de la p-menthane (méthyl-1 isopropyl-4 cyclohexane) les termes les plus importants sont les alcools et leurs dérivés [13].



✚ **Les terpènes bi-cycliques** (1 double liaison) :

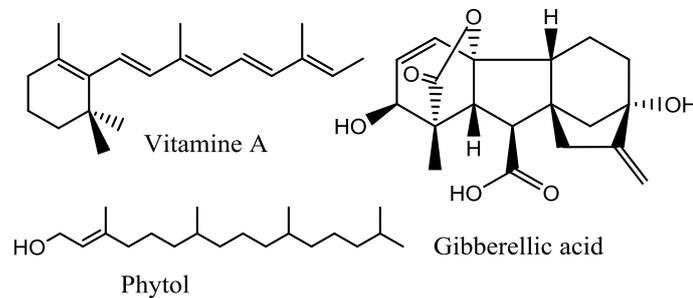


b. **Les sesquiterpènes** : Leur formule moléculaire est $C_{15}H_{24}$, $n=3$: Il s'agit de la classe la plus diversifiée des terpènes qui se trouvent en plus faibles proportions que les monoterpènes dans les huiles essentielles tels que : α , δ et γ -Cadinène, β -bisabolène, humulène, α -bisabolol, farnesol.

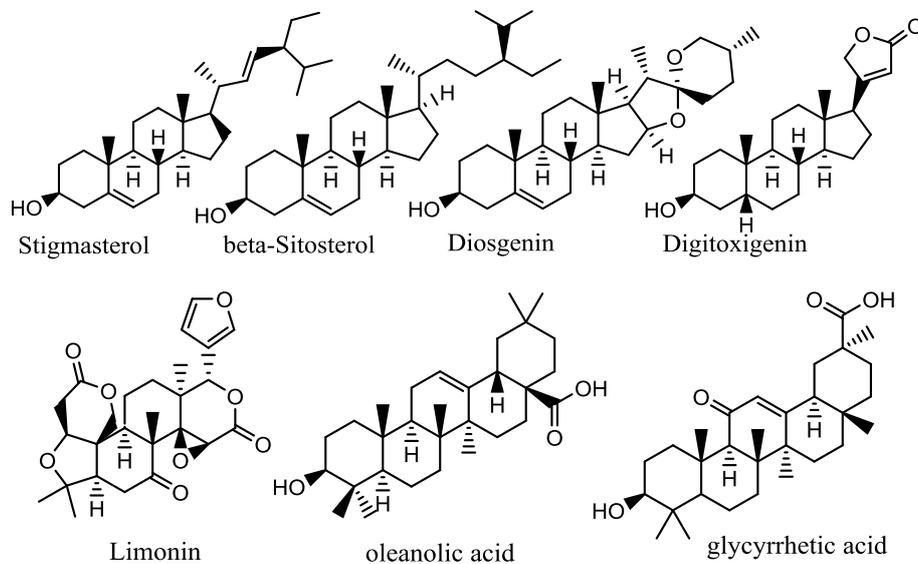


c. **Les terpènes supérieurs** (polyterpènes) ; Ce sont des produits naturels, formés de l'assemblage d'un nombre entier d'unités isopréniques, on a :

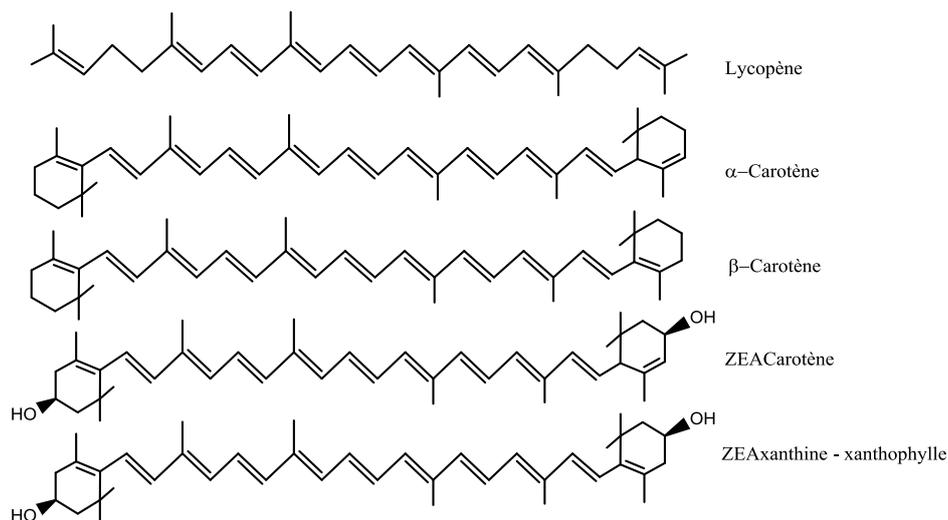
✓ **Les diterpènes** (C₂₀H₃₂) (n=4) tels que : Le phytol, la vitamine A, les acides résiniques des conifères, les gibbérellines.



✓ **Les triterpènes** (C₃₀) et dérivés (Stéroïdes) tels que : les Stérols (stigmastérol, sistostérol), les Stéroïdes (diosgénine, digitoxigénine), la Limonine, L'acide oléanolique et L'acide glycyrrhétic.

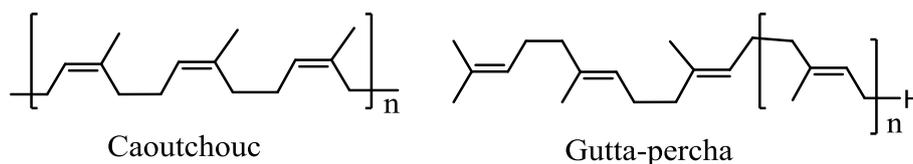


✓ **Les tétraterpènes (C40)** (caroténoïdes) tels que : carotène (Carotte) zéacarotène (Maïs) Xanthophilles (Tissus verts) et Lycopène (Tomate)



✓ **Les polyterpènes** (jusqu'à C4000)

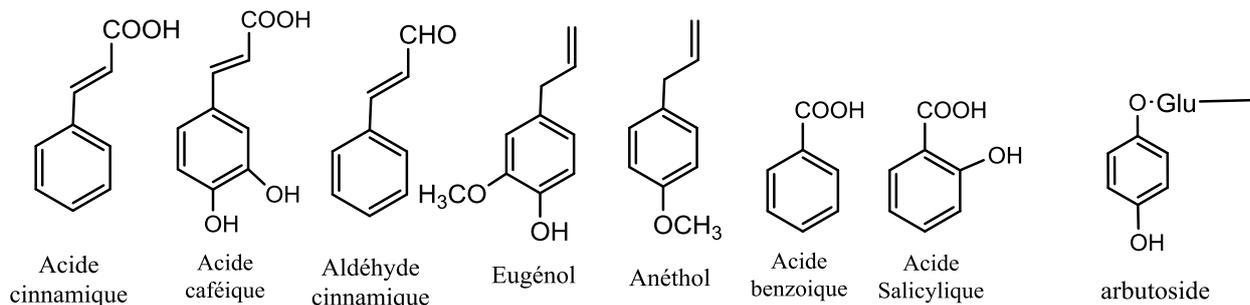
✓ **Les polyterpènes** : sont des macromolécules présentant une structure linéaire, les polyterpènes hautement polymérisés sont les composants du latex rencontrés dans trois cents espèces végétales environ : Le caoutchouc et la gutta-percha sont des composés macromoléculaires importants de cette classe.



I.6.3. Les composés Aromatiques :

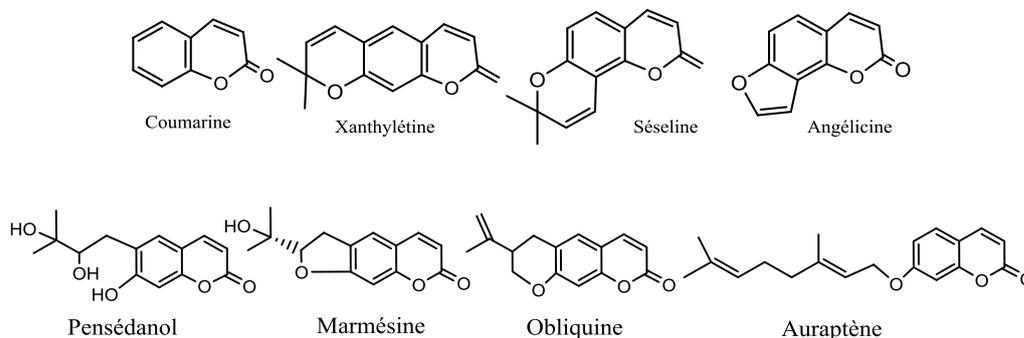
Les composés aromatiques sont beaucoup moins fréquents que les terpènes, ils sont en majorité des dérivés du phényle propane, issues des acides cinnamiques et de leurs dérivés, les principaux dérivés du phényle propane sont :

- 1- **Les acides – phénols** : Les acides cinnamiques et benzoïques se trouvent souvent simultanément dans les végétaux avec des propriétés physiques et chimiques communes [14].
- 2- **Les phénols simples** : sont rares dans la nature sous forme d'hétérosides (arbutoside) :

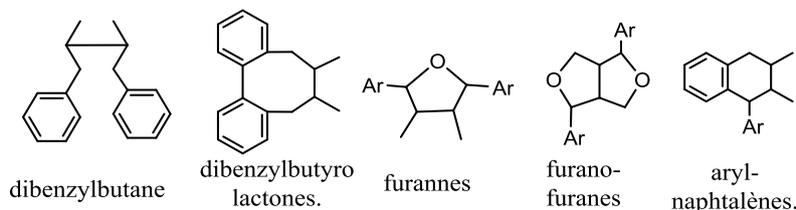


3- **Les baumes** : sont un mélange d'acides benzoïques libres, d'acides cinnamiques libres, et de leurs esters, des traces d'eugénol et de vanilline...etc [15].

4-**Les coumarines** : isoler en 1820 à coumarou, les coumarines ont une structure très variable à partir des benzo [b] pyrane-2 ones, ou des lactones d'acide ortho hydroxy-2 cinnamique.



5- **Les lignanes** : Le terme lignanes désigne un ensemble de composés naturels dont le squelette résulte de la liaison par les C_β de leurs chaînes latérales de deux unités dérivés du phényl-1 propane.



1.7. Variation de la composition des huiles essentielles

La quantité et la composition des huiles essentielles varie selon deux groupes de facteurs :

1.7.1. Les facteurs intrinsèques :

La différence de composition des huiles essentielles est due à la plante [16] :

- La nature de la partie de la plante utilisée pour l'extraction (tiges, racines, feuilles, fleurs)
- Leur l'interaction avec l'environnement (type de sol ou climat, température, l'humidité ...)
- Au degré de maturité du végétal concerné,
- La période et le temps de la récolte.

1.7.2. Les facteurs extrinsèques :

La différence de composition des huiles essentielles est due aussi à des facteurs externes [17] :

La méthode d'extraction

Le stockage des matières premières avant distillation.

Chapitre II : La plante - Lythrum Salicaria

Chapitre II : La plante - Lythrum Salicaria

II.1. Définition

Lythrum Salicaria est un Vivace portant des vésicules velues, les feuilles de 15 à 25 cm de long (**Fig.1**), sont ovales, oblongues, échancrées, irrégulièrement dentées, gaufrées. Elles sont vert moyen, avec la base cordiforme ou perfoliée. Au printemps et en été apparaissent des panicules ou des grappes terminales, formées d'une abondance de fleurs de 2 à 3 cm de long, crème et lilas à rose ou bleu, avec de grosses bractées lilas, dont les tiges, roses, portent des épis de fleurs blanc rosé, elle se trouve généralement dans les milieux humides et résiste à une température de -15°C.



Figure 11-1 : Photo et illustrations de la plante : lythrum Salicaria [18]

II.2. Nomenclature de la plante [19] :

- **En arabe** : Rihan el-ma
- **Synonymes français** : salicaire, salicaire officinale, herbe aux coliques, lysimaque rouge, salicaire à épis, lythrum salicaire, ortie rouge, rougette, plumet rose, pêcher, thé rouge des ruisseaux, thé des pauvres, lythrum salicaire, lysimaquie rouge, salicaire pourpre (ca) ;
- **Nom(s) anglais, local(aux) et/ou international(aux)** : purple loosestrife, red Sally, purple lythrum, spiked loosestrife, striped loosestrife , blut Weiderich (de), Blut-Weiderich (de), Blutkraut (de), Weidenkraut (de), coda rossa (it), riparella (it), salcerella comune (it), verga rossa (it), salicaria (it), grote Kattesstaart (nl), hierba lacharera (es), salicaria (es), salicària (cat),

qian qu cai (cn transcrit), miso-hagi (jp romaji), are-o-sol (pt,br), erva-da-vida (pt,br), quebra-arado (pt,br), vassourinha (pt,br), fackelblomster (sv) ;

II.3. Répartition géographique :

C'est une plante originaire d'Europe, d'Asie, du nord-ouest de l'Afrique, et le sud-est de l'Australie, elle est présente aussi en Amérique du Nord. Dans notre cas, elle est particulièrement représentée en Algérie dans les milieux humides est bien pourvue en tanins (10 %). Elle est devenue une plante invasive ; elle est classée parmi les espèces les plus invasives au xxi^e siècle.



Figure II-2 : Carte de répartition géographique de la plante *Lythrum Salicaria* [20]

II.4. Classification des espèces de lythrum méditerranéennes :

Plusieurs groupes taxonomiques sont particulièrement diversifiés dans les zones humides temporaires, de par le monde, le genre *Lythrum* (ou famille Lythraceae), comprend 35 espèces dans le monde qui se trouvent dans des zones humides temporaires et également des mares temporaires méditerranéennes, où une dizaine d'espèces du genre *Lythrum* peuvent être présentes dans le bassin méditerranéen [21].

Tableau II -1 : Liste des espèces de *Lythrum* présentes dans les mares du bassin méditerranéen

	Espèces Méditerranéenne	Distribution
<i>A</i>	<i>Lythrum borysthenicum (a)</i>	Centre et Ouest du Bassin
<i>B</i>	<i>Lythrum hyssopifolia (b)</i>	Tout le bassin
<i>C</i>	<i>Lythrum portula (c)</i>	Rare, Ouest du bassin
<i>D</i>	<i>Lythrum thesioides (d)</i>	Très rare, France et Italie
<i>E</i>	<i>Lythrum thymifolia (e)</i>	Tout le bassin
<i>F</i>	<i>Lythrum baeticum (f)</i>	Extrême ouest
<i>G</i>	<i>Lythrum tribracteatum</i>	Tout le bassin
<i>H</i>	<i>Lythrum acutangulum</i>	Extrême ouest
<i>I</i>	<i>Lythrum flexuosum</i>	Péninsule ibérique
<i>J</i>	<i>Lythrum junceum</i>	Tout le bassin



Figure II-3 : Photos des espèces de *Lythrum* des mares temporaires méditerranéennes (**a** : *L. borysthenicum* ; **b** : *L. hyssopifolia* ; **c**) : *L. portula* ; **d** : *L. thesioides* ; **e**) : *L. thymifolia*, **f**) : *L. tribracteatum*). **g**) : *L. tribracteatum* et **j**) : *L. junceum* [22]

II.5. Classification :

La classification de *Salvia sclarea* a été réalisée selon Interagency Taxonomic Information System (ITIS), et elle est comme suit [23] :

Règne : *Plantae*

Sous-règne : *Tracheobionta*

Superdivision : Embryophyte

Division : Tracheophyta

Subdivision : Spermatophytina

Classe : *Magnoliopsida*

Sous-classe : *Rosidae*

Ordre : *Myrtales*

Famille : *Lythraceae*

Genre : *Lythrum*

Espèce : *Lythrum salicaria*

Synonymes : *Salicaria hyssopifolia Moench ;*

II.6. Caractéristiques

Elles sont distribuées partout à travers le monde à l'exception des régions très froides et de la forêt tropicale.



Figure II-4 : Photos du Lythrum Salicaria au printemps –Avril (gauche) et pendant la période de floraison -juillet-Aout- (droite)

II.6.1. Morphologie générale et végétative

Plante assez haute, dépassant souvent un mètre. La tige, velue, de couleur brun rougeâtre, porte quatre lignes longitudinales saillantes. Feuilles le plus souvent opposées, les supérieures sessiles, assez étroites et lancéolées.

II.6.2. Fleuraison et morphologie florale

La floraison dure tout l'été durant la période Juillet-Aout, l'inflorescence est une sorte d'épi formé d'une succession de glomérules (fleurs sessiles insérées au même niveau sur la tige). Les fleurs sont de couleur rouge-pourpre ou rouge-violet à aspect un peu froissé de 10 à 20 mm de diamètre, avec six pétales (parfois cinq) libres et douze étamines en deux verticilles de six. Ovaire supère. Style dépassant ou non les étamines, terminé par un stigmate en forme de tête de clou. Il y a trois différents types de fleur, les étamines et le style de longueurs différentes, à court, moyen ou long ; chaque type de fleur ne peut être fécondée par l'un des autres types, pas le même type, assurant ainsi la pollinisation croisée entre les différentes plantes, les fleurs sont visitées par de nombreux types d'insectes, et peut être caractérisée par la généralisation de la pollinisation syndrome.

II.6.3. Fruits et grains

Le fruit est une petite capsule de 3-4 mm contenant de nombreuses poches de grains. Chaque plante peut produire jusqu'à 2,7 millions de minuscules grains (ce qui explique son potentiel d'invasive). Facilement transportées par le vent et l'eau, les grains germent dans les sols humides après l'hivernage. La plante peut aussi germer de nouveau à partir de morceaux de racines laissées dans le sol ou l'eau. La floraison dure tout l'été (juillet-aout). Lorsque les grains sont mûrs, les feuilles se tournent souvent rouge vif par la déshydratation au début de l'automne ; la couleur rouge peut durer près de deux semaines. [24-26].



Figure II-5 : Aspect des fleurs, fruits et grains de la plante Lythrum Salicaria

II.7. Propriétés de la plante [27-29] :

- Astringent, analgésique et antiseptique intestinal (propriétés antivirales vis-à-vis des entérovirus le plus souvent responsables des diarrhées aiguës hydriques)
- Anti-diarrhéique par effet anti sécrétoire, modère le péristaltisme intestinal même à fortes doses sans le bloquer
- Anti-infectieux, antifongique, anticandidosique, activité anti-*Helicobacter pylori*.
- Anti-inflammatoire par les C-hétérosides de flavones et les anthocyanosides, antioxydant, antalgique.
- Antitussif, bronchodilatateur (association polysaccharides-polyphénols).
- Astringent veineux et cicatrisant, hémostatique mais présence de composés anticoagulants (polysaccharides : arabinogalactane, arabinane, rhamnogalacturonane, homogalacturonane, hexosanes) et mélange polysaccharides-polyphénols)
- Potentialités antidiabétiques, augmente la concentration plasmatique d'insuline
- Utilité en dermatologie, cicatrisant et restructurant
- L'extrait hydro-méthanolique (20/80%) a montré des propriétés antioxydantes, antimicrobiennes et antidiabétiques.
- Les tanins sont des antifongique, antioxydants, piègeurs de radicaux libres, inhibiteurs de la peroxydation lipidique, inhibiteurs de mutagénicité et de la promotion tumorale

2.4 Caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles du *Lythrum Salicaria*

II.7.1. Composition chimique :

Les principes actifs du *salvia sclarea* sont plus de 250 constituants, les plus importants sont : Tanins ; anthocyanosides ; glucosides de flavones (orientine, vitexine) ; triterpènes (acides oléanolique et ursolique) ; résine ; mucilage. [30]

II.7.2. Caractéristiques chimiques des huiles essentielles

Les caractéristiques chimiques essentielles sont :

1. Indice d'acide Ia

L'indice d'acide témoigne de la « fraîcheur » d'une huile essentielle et permet de vérifier sa qualité, notamment en ce qui concerne sa dégradation avec le temps durant le stockage. Cette méthode convient pour toutes les H.E, sauf pour celles qui sont riches en Lactones. L'indice d'acide correspond à la masse nécessaire d'hydroxyde de potassium KOH (en milligramme) à ajouter à un gramme d'huile, afin de neutraliser tous les acides libres se trouvant dans la prise d'essai [31].

2. Indice de saponification I_s

L'indice de saponification (I_s) correspond à la masse d'hydroxyde de potassium KOH (exprimée en milligrammes) nécessaire pour saponifier les esters et neutraliser les acides non estérifiés contenus dans un gramme de l'huile essentielle [32].

3. L'Indice d'ester I_e

L'indice d'ester correspond à la masse en mg d'hydroxyde de potassium KOH nécessaire pour neutraliser les acides libérés par l'hydrolyse des esters en milieu basique contenus dans 1g d'huile essentielle, à l'aide du dosage en retour de l'excès de potasse par une solution (initialement titrée) d'acide chlorhydrique [33].

II.7.3. Caractéristiques physiques des huiles essentielles

Les huiles essentielles ont aussi des propriétés physiques communes, elles ne sont pas solubles dans l'eau mais en revanche elles le sont dans les solvants organiques et huiles végétales. Par contre elles ont des caractéristiques essentielles :

1. La densité :

Selon la norme ISO 279/1998

La densité relative à 20 °C (d_{20}^{20}), c'est le rapport de la masse d'un certain volume d'une huile essentielle à 20 °C, à la masse d'un volume égal d'eau distillée à 20 °C, Cette grandeur est sans dimension.

La densité Absolue à 20 °C d'une huile essentielle, c'est le rapport de la masse d'un certain volume de cette huile à 20 °C, à ce volume : Cette grandeur est exprimée en grammes par millilitre.

2. L'indice de réfraction

Chaque huile a un indice de réfraction spécifique mesuré à une certaine température, ce qui permet de les différencier, l'indice de réfraction d'une huile essentielle (changement de direction de la lumière au passage d'un milieu à un autre) est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air à l'huile essentielle maintenue à une température constante.

La longueur d'onde monochromatique spécifiée est $(589,3 \pm 0,3)$ nm, correspondant aux radiations du sodium. = + 0,0004($t' - t$) : valeur lue, à la température t' , à laquelle a été effectuée la détermination. Cet indice est mesuré à l'aide d'un réfractomètre. [31]

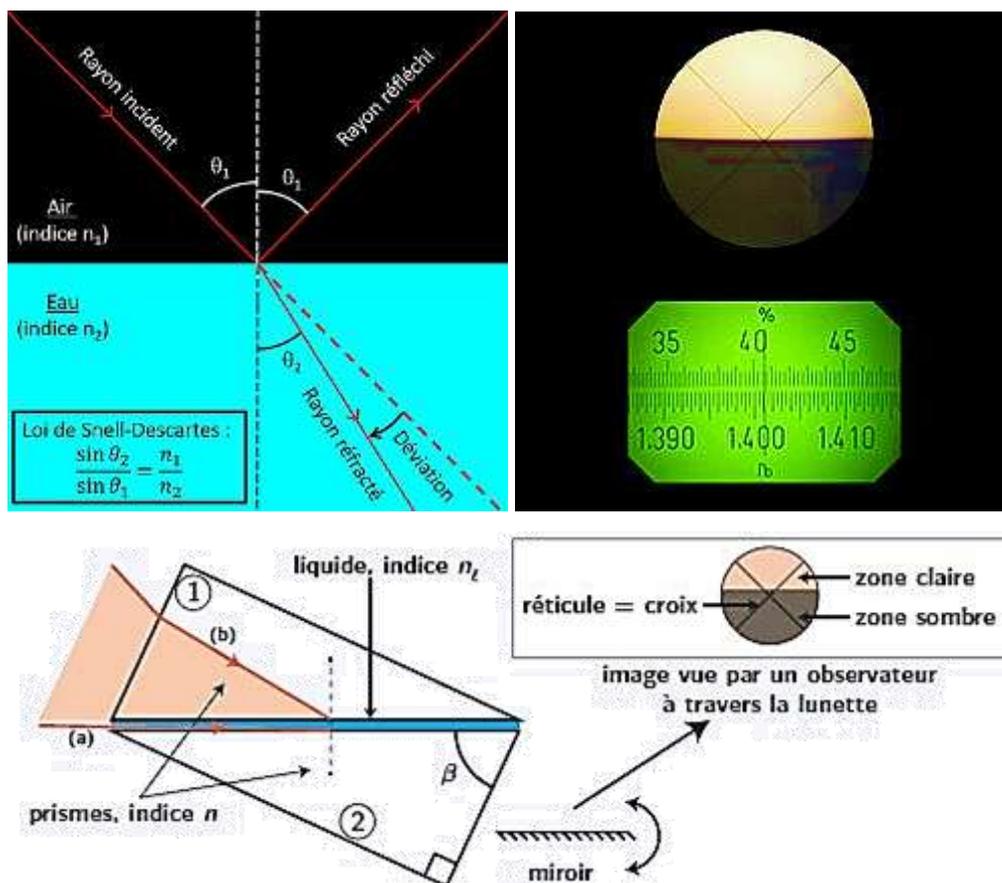


Figure II-6 : Principe de mesure de l'indice de réfraction

L'indice de réfraction est utilisé pour l'identification et comme critère de pureté des huiles essentielles et de composés liquides divers. Chaque substance a son indice de réfraction spécifique. Plus l'indice de réfraction d'un produit est près de la valeur attendue, plus sa pureté est grande. Cette pureté est définie dans des intervalles considérés comme acceptable.

Voici à titre indicatif d'intervalles d'acceptation relevés des indices de réfractons, pour les huiles essentielles suivantes : [32]

Eucalyptus : 1,458 à 1,470

Lavande (aspic) : 1,463 à 1,468

3. Le pouvoir rotatoire

Le pouvoir rotatoire d'une huile essentielle est l'angle exprimé en milli radians et /ou degrés d'angle dont tourne le plan de polarisation d'une radiation lumineuse de longueur d'onde $\lambda = (589,3 \pm 0,3)$ nm, lorsque celles-ci traversent une épaisseur de 100 mm d'huile essentielle dans des conditions déterminées de température. On peut mesurer le pouvoir rotatoire avec un polarimètre appareil de mesure de (la polarisation) l'angle d'activité optique d'une lumière polarisée passant à travers un échantillon de liquide ou solide. [33]

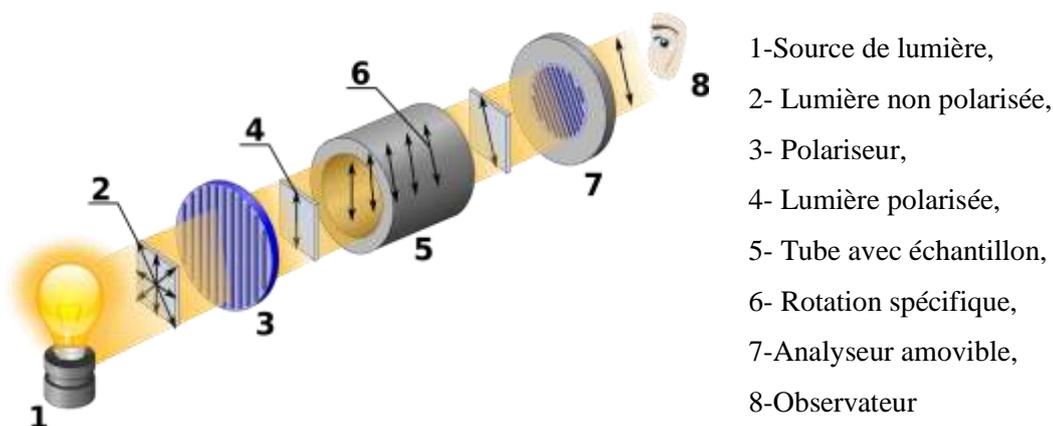


Figure II-7 : Structure du polarimètre

II.7.4. Spectroscopies FTIR et UV-Visible :

1. Spectroscopies FTIR

Des bases de données ont été élaborés pour les différentes huiles essentielles étudiés par un nombre très important de chercheurs afin de la facilité de contrôle de qualité des huiles essentielles, en plus, les nouvelles techniques telles que la spectroscopie infrarouge à réflexion atténuée ou la NIR-FT spectroscopie Raman, ouvrent une nouvelle voie d'analyse des huiles essentielles puisque l'on peut identifier les composants des huiles essentielles en utilisant des références spectrographiques de composés chimiques purs In-Situ sur du matériel végétal vivant (sans isolation préalable).

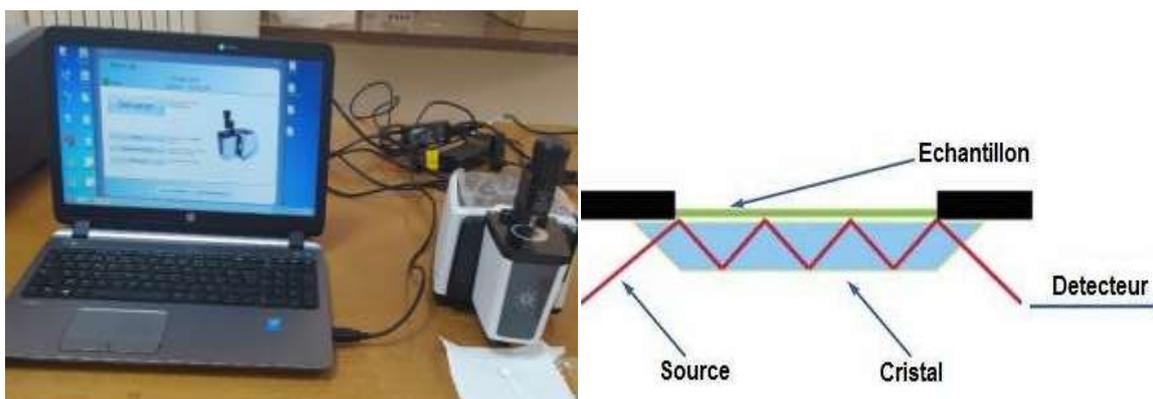


Figure II-8 : Principe de la spectrométrie infrarouge à réflectance atténuée

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse qualitative et quantitative qui permet d'identifier et de caractériser les différents pics correspondants aux groupements fonctionnels. Pour identifier les liaisons de vibration existant dans la matière organique, on fait une comparaison entre les bandes de vibration de nos spectres IRTF et celle de la bibliographie.

Principe de la spectrométrie infrarouge à réflectance atténuée :

Le principe des dispositifs ATR est de faire subir au faisceau optique plusieurs réflexions à l'interface entre l'échantillon et un cristal parallélépipédique, transparent en IR mais avec un indice de réfraction (diamant) et dans la plupart des cas, supérieur à celui de l'échantillon (n1). Le faisceau IR initial d'intensité I(source) traverse le cristal et subit une réflexion totale à l'interface cristal- échantillon puis est dirigé vers le détecteur.

2. Spectroscopie UV-visible

L'utilisation de la spectroscopie UV-visible pour l'analyse des huiles essentielles est assez restreinte dans la mesure où l'on ne peut pas obtenir d'information sur un composé chimique Individuellement, mais elle peut nous donner des indications sur quelques molécules qui ont des absorbances dans le domaine UV-Visible, c'est pour cela elle est recommandée par la Pharmacopée Européenne pour l'analyse de quelques huiles essentielles.

Principe

La spectrophotométrie UV-visible permet la mesure de la quantité de la lumière absorbée à chaque longueur d'onde de bandes ultraviolettes et visibles du spectre électromagnétique. L'absorbance de la lumière fait passer des électrons d'un niveau d'énergie plus bas, état stable, à un niveau d'énergie plus élevé à l'état excité.

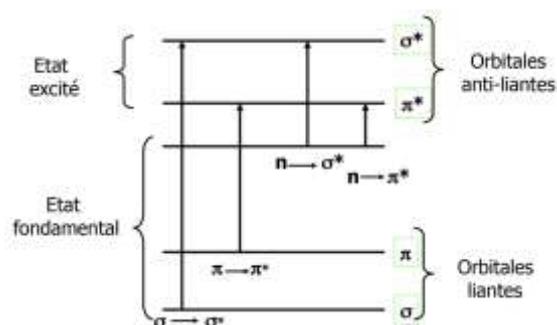


Figure II-9 : Les états de transition électronique en spectroscopie UV-Visible

Dans le spectrophotomètre, l'échantillon est traversé par un faisceau lumineux et un détecteur mesure, pour chaque longueur d'onde, l'intensité avant et après absorption (I_0 et I). C'est une spectroscopie quantitative, qui est régie par la loi de Beer-Lambert si la solution est suffisamment diluée :

$$A = \text{Log } I/I_0 = \epsilon l c$$

A : absorbance

ϵ : coefficient d'absorbance ($\text{mol}^{-1} \cdot \text{l} \cdot \text{cm}^{-1}$)

l : longueurs de la cuve en cm

C : concentration de la solution en mol. L⁻¹

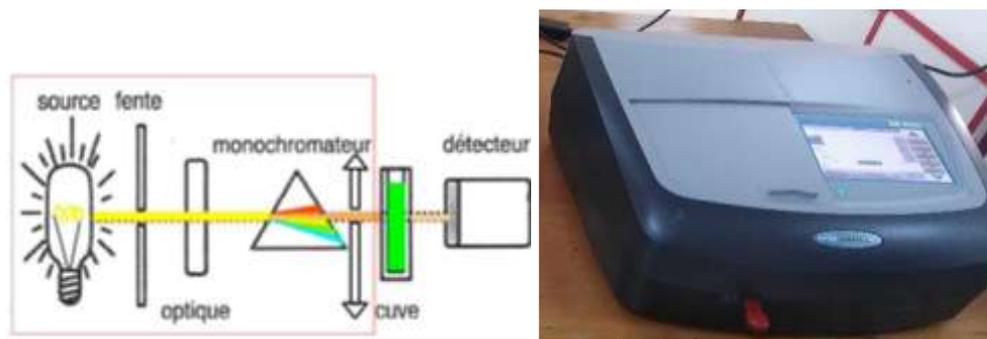


Figure II-10 : Principe de fonctionnement du spectrophotomètre UV-Visible

Le spectre UV-visible est constitué par la courbe d'absorbance en fonction de la longueur d'ondes : $\text{Log}(I/I_0) = f(\lambda)$, λ étant exprimé en nm.

Il se présente sous la forme de larges bandes que l'on caractérise par leurs longueurs d'onde au maximum d'absorption (λ_{max}) et leurs coefficients d'absorbance (ϵ).

Chapitre III : Partie Expérimentale

Objectifs

La partie expérimentale de ce travail a été effectuée au sein des laboratoires pédagogiques du département de génie de procédé à l'université de 8 Mai 1945 Guelma.

L'objectif de ce travail est l'extraction des huiles essentielles de la plante de *Lythrum Salicaria* rafraîchir récolter et d'étudier les propriétés physico-chimiques de ces huiles extraites.

III -1- Méthodes d'extractions :

On a fait l'extraction de l'huile essentiel du *Lythrum Salicaria* par deux techniques : l'extraction par solvant (l'éthanol) avec l'appareille de Soxhlet et avec Hydrodistillation.

III -1- 1- Extraction par Soxhlet (par solvant)

Cette méthode est efficace et plus coûteuse pour l'obtention d'une quantité d'huile essentielle que l'hydrodistillation ou l'entraînement à la vapeur d'eau. Le Montage est constitué de l'appareil Soxhlet est représenté sur la figure suivante est composé d'un corps en verre, dans lequel est placée une cartouche en papier-filtre épais pénétrable pour le solvant, d'un tube siphon et d'un tube de distillation. Dans le montage, l'extracteur est placé sur un ballon contenant le solvant (300ml d'éthanol). Le ballon est chauffé afin de pouvoir faire bouillir son contenu. La cartouche contenant la plante à extraire (*lythrum Salicaria* 20g) est insérée dans l'extracteur, au-dessus du quel est placé un réfrigérant servant à liquéfier les vapeurs du solvant.

Le ballon étant chauffé, le liquide est amené à ébullition, les vapeurs du solvant passent par le tube de distillation et rentrent dans le réfrigérant pour être liquéfiées. Ensuite, le condensat retombe dans le corps de l'extracteur sur la cartouche, faisant ainsi macérer les morceaux dans le solvant. Le solvant(C_2H_5OH) condensé s'accumule dans l'extracteur jusqu'au sommet du tube-siphon, suivi par le retour dans le ballon du liquide de l'extracteur accompagné de substances extraites.

Ainsi, le solvant dans le ballon s'enrichit progressivement en composants solubles. L'extraction continue jusqu'à l'épuisement de la plante chargée dans la cartouche. Donc la durée de distillation être fait après 4h.

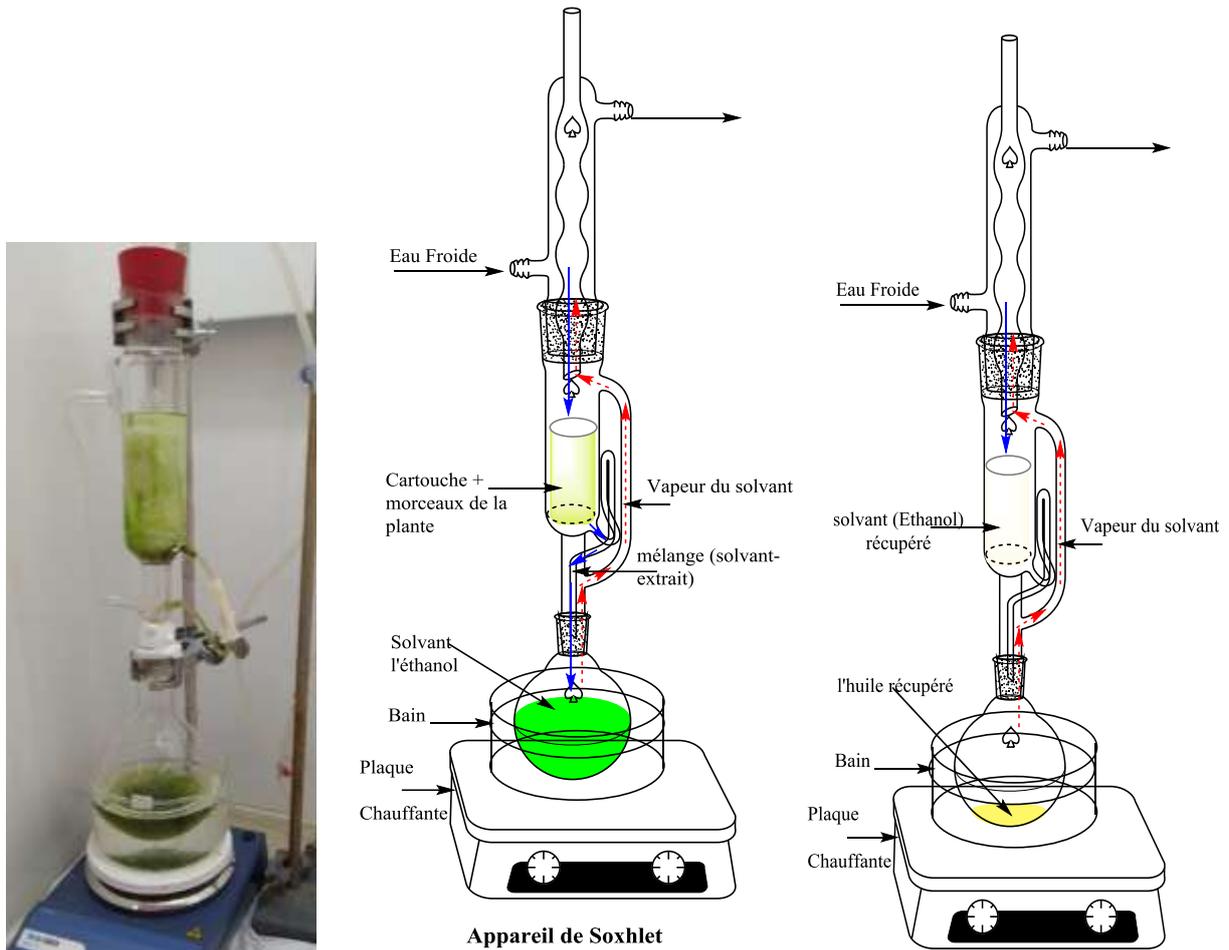


Figure III-1- : Etapes et montage d'extraction par solvant (Soxhlet)

La séparation du solvant de l'extrait est faite dans le même montage, on ferme l'issue de retours du mélange huile solvant (éthanol) et on enlève la cartouche qui contient la plante (*Lythrum Salicaria*). L'éthanol qui se trouve dans le mélange s'évapore et passe vers le condenseur pour être recueilli dans l'appareil de Soxhlet, on refait l'opération plusieurs fois jusqu'à ce qu'il n'y a plus de solvant qui s'évapore et se condense. L'huile obtenue est filtrée et pesée.

III -1- 2- Extraction par hydrodistillation :

Etape 1 : Extraction par hydrodistillation

Parmi les techniques d'extraction d'une huile essentielle, est parmi les plus anciennes et les plus utilisées, elle est très facile à mettre en œuvre et ne nécessite pas beaucoup de moyens. Le principe est le suivant : après avoir découpé en petits morceaux les feuilles de la plante de lythrum Salicaria fraîchement récolté, on introduit ces derniers dans le ballon surmonté d'un vigreux et d'un condenseur équipé d'un réfrigérant. On ajoute ensuite au ballon l'eau chaude afin d'éviter la dégradation enzymatique des huiles essentielles qui se trouvent dans la plante dont le niveau dépasse légèrement la surface de ces morceaux de plante. Le mélange est ensuite porté à ébullition à l'aide d'un chauffe ballon. Au cours de la distillation les cellules végétales de la plante éclatent et libèrent les huiles essentielles, lesquelles sont ensuite entraînées par la vapeur d'eau créée. Elles passent par un réfrigérant à eau où elles sont condensées, puis sont récupérées dans un béccher. L'huile essentielle se sépare de l'eau par différence de densité en formant ainsi deux phases liquides dans le récipient récepteur.



Figure III-2- : Extraction de l'huile essentielle lythrum salicaria par Hydrodistillation

Etape 2 : Le relargage

La phase aqueuse contient toujours une certaine quantité d'HE, pour la séparer de l'eau on emploie la technique de relargage.

Les huiles essentielles que l'on désire extraire sont des composés organiques en partie solubles dans l'eau. Le relargage consiste à les rendre moins solubles dans l'eau. De cette façon il sera plus aisé de récupérer ces huiles essentielles. Pour ce faire on ajoute une spatule du chlorure de sodium au distillat et nous agitons jusqu'à dissolution complète du sel, puis on place le mélange

dans une ampoule à décanter. On agite et on laisse décanter. Cette étape permet ainsi de mieux séparer l'huile essentielle de la phase aqueuse puisque l'huile essentielle est moins soluble dans l'eau salée que dans l'eau.

Etape 3 : Extraction par le dichlorométhane

On choisit le dichlorométhane comme solvant extracteur puisqu'il est non miscible avec l'eau salée et que l'huile essentielle du *Lythrum Salicaria* est très soluble dans le dichlorométhane. Le distillat étant déjà dans l'ampoule à décanter avec l'eau salée, nous rajoutons 15 mL du dichlorométhane. Nous agitons, dégazons et laissons décanter. Toute l'huile essentielle contenue dans la phase aqueuse passe dans la phase organique.

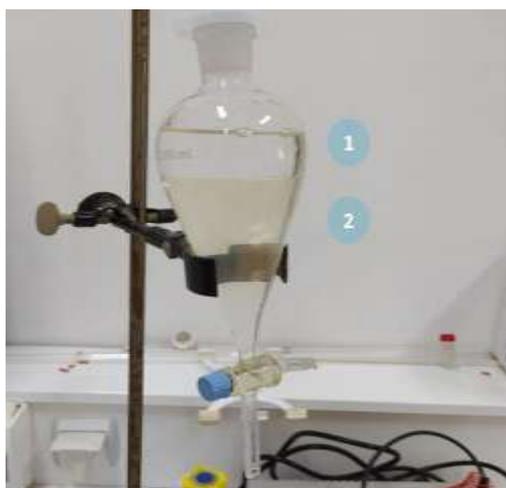


Figure III-3- : Séparation des deux phases : La phase aqueuse (1) et la phase organique (dichlorométhane et huile essentielle) (2)

Le mélange précédent se sépare en deux phases non miscibles. Une phase organique, plus dense, se situe dans la partie inférieure et une phase aqueuse, de densité plus faible, car le dichlorométhane est plus dense que l'eau ($d=1,33$).

Etape 4 : Evaporation du dichlorométhane

La séparation du solvant de l'extrait est faite à l'aide de l'appareil appelé Rotavap (évaporateur rotatif). Dans cet appareil on réalise une évaporation sous vide en utilisant une pompe à vide avec une vanne de contrôle. Pendant l'évaporation le ballon est mis en rotation et plongé dans un bain liquide chauffé. L'appareil est muni d'un réfrigérant avec un ballon-collecteur de condensat. La rotation du ballon crée une surface d'échange plus grande et renouvelée permettant donc d'effectuer une évaporation rapide. L'abaissement de la pression permet d'évaporer le solvant à température réduite, évitant ainsi la dégradation thermique éventuelle des composés. C'est une méthode d'évaporation simple, utile, douce et rapide.



Figure III-4- : Montage de séparation du dichlorométhane par rotavap

III -2 - Caractérisation des huiles obtenus :

III -2 – 1- Aspect et rendement

III -2 – 1- 1- Aspect :

L'huile obtenue par hydrodistillation, a l'aspect d'une pâte très visqueuse qui présente une certaine transparence qui colle sur les parois interne du ballon après évaporation du solvant (dichlorométhane).



Figure III-5 : Aspect de l'huile extraire par l'hydrodistillation (gauche) et par extraction avec de l'éthanol (droite)

L'huile obtenue par extraction avec l'appareil de Soxhlet en utilisant l'éthanol comme solvant est de couleur jaune doré, avec un aspect moins visqueux que celle obtenue par hydrodistillation.

On a effectué plusieurs fois l'extraction de l'huile essentielle du *Lythrum Salicaria* par hydrodistillation, mais la quantité de l'huile obtenue était très petite de telle façon qu'on a pas pût faire les différentes analyses sauf celui de l'indice de réfraction.

Par contre on a obtenu par extraction avec l'appareil de Soxhlet une quantité assez importante qui nous a permis de faire les analyses physicochimiques.

III -2 – 1- 2- Rendement :

Le rendement massique c'est le rapport massique de l'huile essentielle obtenue à la masse de la plante utilisée pour l'extraction.

La masse de plante fraîchement récolté = 20 grammes

$$m_{\text{huile essentielle obtenue}} = m_{\text{ballon+huile extraite}} - m_{\text{ballon vide}} = 2.235\text{g}$$

Donc : la masse de l'huile essentielle obtenue = 156,185 - 153,950 = 2,235g

$$\text{Le rendement massique} = \frac{2,253}{20} = 11,175\%$$

On remarque une quantité très importante de l'huile qui est extraite par solvant ce qui nous indique la rentabilité de la production en matière huileuse de cette plante ce qui peut être un facteur important dans le cas de l'utilisation à large échelle d'huile de cette plante.

III -2 – 2- Caractéristiques physico-chimiques de l'huile essentielle de *Lythrum Salicaria*

L'objectif de la présente étude est de déterminer d'abord les caractéristiques physiques (indice de réfraction et densité) et les caractéristiques chimiques (Indice d'acide, indice d'ester), des différentes huiles essentielles et de faire ensuite une étude comparative entre ces différentes propriétés des HE.

III -2 – 2- 1- Caractéristiques physiques

1- Indice de réfraction

L'indice de réfraction est une valeur sans grandeur qui caractérise la vitesse de la lumière dans une solution. Cet indice est un indicateur de pureté des huiles essentielles.

L'indice de réfraction de l'huile essentielle est généralement élevé, il est supérieur à ceux de l'appareil employé pour mesurer l'indice de réfraction est le réfractomètre Abbe de marque PI qui nous donne des valeurs avec une précision de quatre chiffres après la virgule.

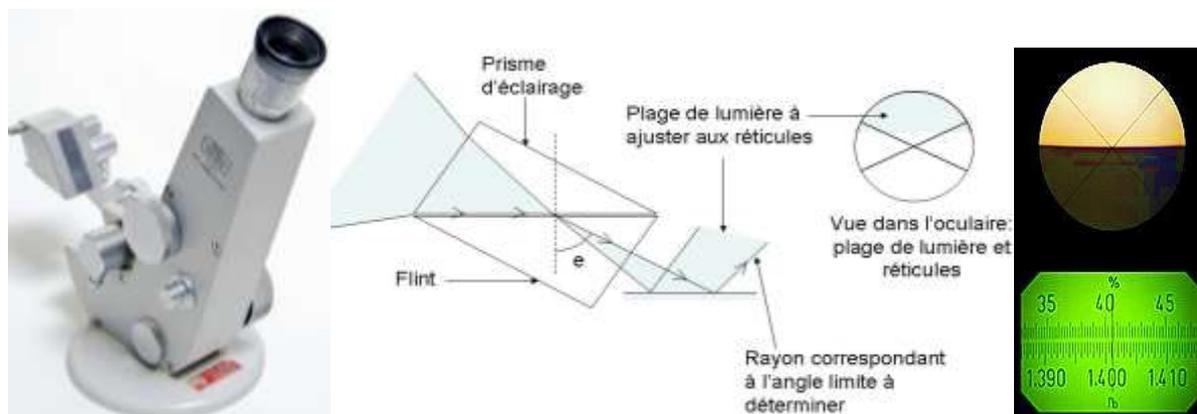


Figure III-6 : Principe de fonctionnement du réfractomètre Abbe de marque PI

L'indice de réfraction est utilisé pour l'identification et comme critère de pureté des huiles essentielles et de composés liquides divers. Chaque substance a son indice de réfraction spécifique. Plus l'indice de réfraction d'un produit est près de la valeur attendue, plus sa pureté est grande.

Tableau III-1 : l'indice de réfraction des huiles essentielles extraites

L'huile essentielle	Mode d'extraction	
	Hydrodistillation	Par Soxhlet
L'indice de réfraction	1,3375	1,3651

Remarque :

On remarque que l'huile obtenue par extraction avec l'appareil de Soxhlet (extraction par solvant) présente un indice de réfraction plus important que celle obtenue par hydrodistillation.

2- La densité



Figure III-7- : Pycnomètre de mesure de la densité

La mesure de la densité est effectuée à l'aide d'un pycnomètre d'un millilitre de volume, à la température de 20°C. Comme le laboratoire n'est pas équipé d'un pycnomètre de telle dimension, nous avons procédé à la mesure de la densité avec les moyens disponibles au laboratoire de la façon suivante : à l'aide d'une pipette de 1mL on retire un certain volume d'HE qu'on pèse à l'aide d'une balance analytique de haute précision dont la plage de lecture se situe jusqu'à 1mg. On calcul ainsi la densité par le rapport entre la masse de l'HE et son volume. La densité (sauf pour les gaz) est égale à la masse volumique sans unité.

$$d_{He} = \frac{m_{He}}{V_{He}}$$

Avec d_{He} : densité de l'huile essentielle

m_{He} : masse de l'huile essentielle

V_{He} : volume de l'huile essentielle

$$d = \frac{m_{He}}{V_{He}} = \frac{1,1050}{1} = 1.105 \text{ g/cm}^3$$

L'huile essentielle obtenue est plus dense que l'eau.

3- Analyse par chromatographie sur couche mince (CCM) :

3- 1. Principe et appareillage.

La chromatographie sur couche mince (CCM) repose principalement sur des phénomènes d'adsorption : la phase mobile qui représente l'éluant, c'est un solvant ou un mélange de solvants, qui progresse par capillarité le long d'une phase stationnaire fixée sur une plaque de verre ou sur une feuille semi-rigide de matière plastique ou d'aluminium.

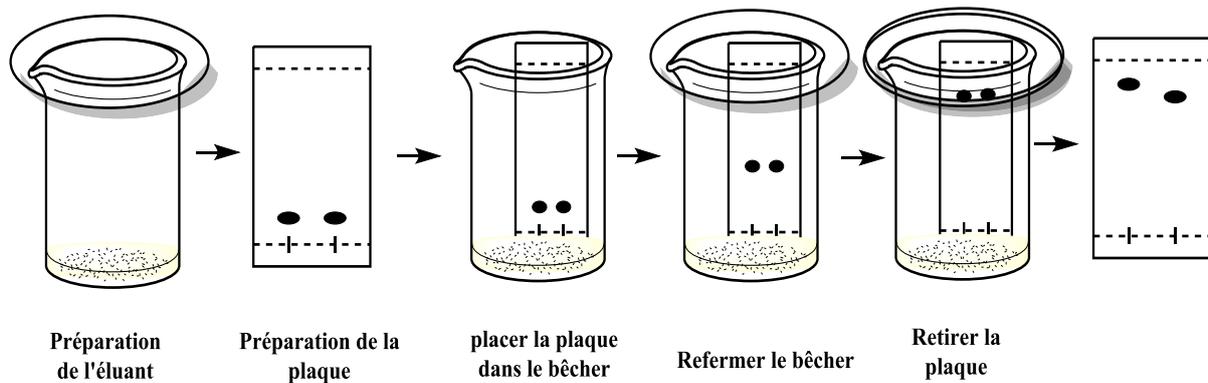


Figure III-8- : Étapes de de l'analyse par CCM

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.

3- 2. Description de l'analyse par CCM :

Préparation de la cuve chromatographique.

- ✓ Introduire l'éluant ou le mélange de solvants.
- ✓ Ajuster le niveau à environ 0,5 cm du fond de la cuve.
- ✓ Fermer le récipient (la cuve doit être saturée de vapeur de solvant)

Dépôt de l'échantillon sur la plaque.

- ✓ Déposer environ 0,5 ml de la solution en un point situé à 1 cm de l'extrémité inférieure de la plaque ; le diamètre de la tache 2 mm pour la disposition de plusieurs produits.
- ✓ Sécher à l'aide d'un séchoir ; éventuellement faire de nouvelles applications.

Développement du chromatogramme.

- ✓ Placer la plaque dans la cuve en position verticale.
- ✓ Refermer le récipient qui ne doit plus être déplacé.

- ✓ Lorsque le front du solvant se trouve à environ 1 cm de l'extrémité supérieure de la plaque, la retirer et marquer cette position. (Le trait peut être tracé à l'avance et servir de repère pour arrêter l'élution).

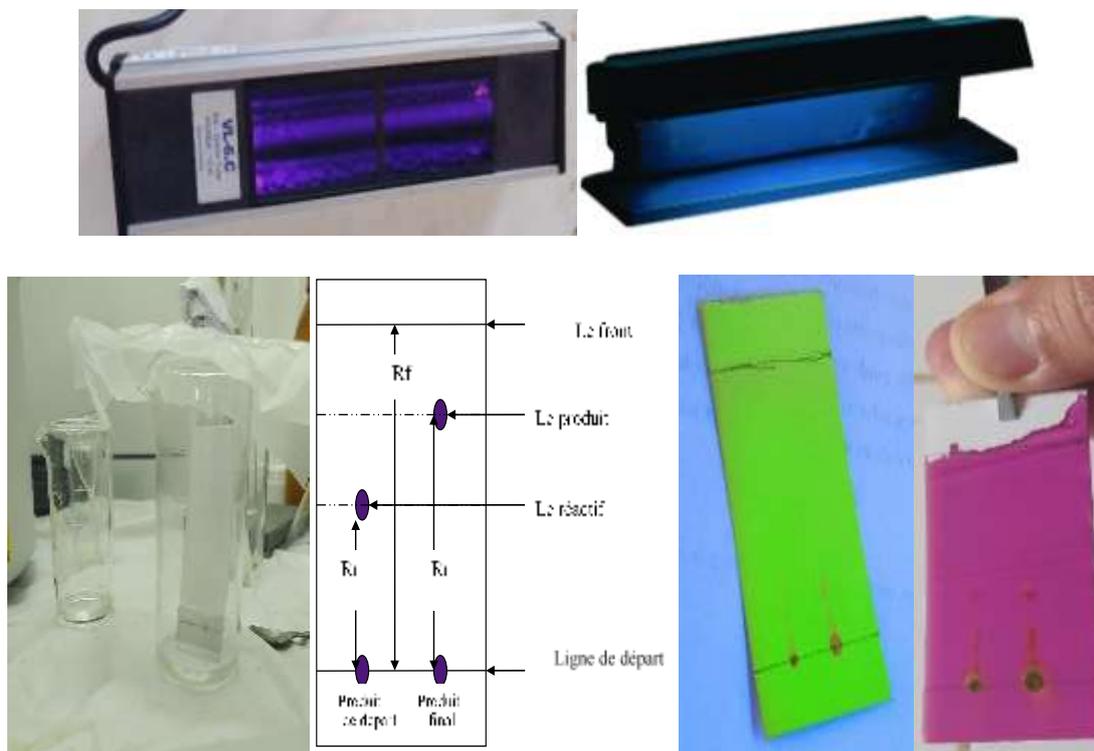


Figure III-9- : Illustration d'une cuve et plaque CCM et révélation avec UV et KMnO_4

Révélation et calcul de R_f .

- ✓ Sécher la plaque à l'aide d'un séchoir
- ✓ Révéler les taches sous une lampe UV (nous avons deux lampes 254 et 366 nm)
- ✓ La révélation peut se faire aussi avec :
 - ✚ À l'œil nu, si le produit est coloré
 - ✚ Autres révélateurs tels que KMnO_4 , acide phosphomolybdique, l'iode, vanilline, ninhydrine...
- ✓ Nous avons utilisé une solution aqueuse oxydante de KMnO_4 pour oxyder les composés organiques qui se trouvent sous forme de tache invisible à l'œil nu et après oxydation les taches apparaissent clairement (voir figures).
- ✓ Cercler les taches et pointer leur centre.
- ✓ Calculer les R_f

La distance parcourue entre la ligne de dépôt et le centre de chaque tache dans des conditions données (phase fixe et éluant connus), nous permet de calculer le rapport frontal pour chaque tache selon la relation suivante :

$$R_f = \frac{d}{D}$$

d: La distance entre la ligne de dépôt et le centre de la tâche, c'est la distance parcourue par l'espèce chimique

D : La distance parcourue par l'éluant dans le même temps ; c'est la distance entre la ligne de dépôt et le front du solvant.

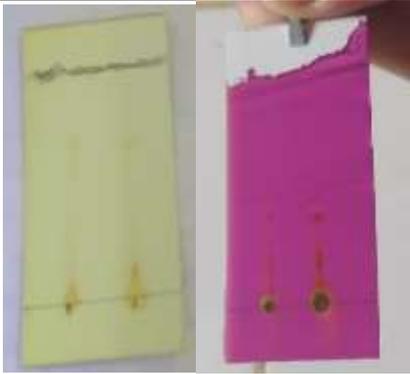
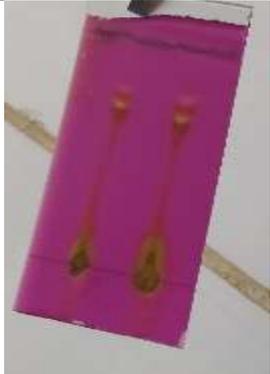
L'intérêt des R_f c'est est de comparer les valeurs obtenus pour une huile connue afin de déterminer la présence de certains composés dans des conditions bien déterminés.

3- 3. Exploitation des CCM

On a utilisé deux éluant :

1. Le premier présente une faible polarité il est constitué de toluène et acétate d'éthyle avec les proportions volumiques (9/1) ;
2. Le deuxième éluant est plus polaire que le premier il est constitué de toluène, acétate d'éthyle et d'éthanol avec les proportions volumiques (9/1/2) ;

Tableau III-2 : allure des plaques CCM après révélation avec lampe UV et $KMnO_4$

	Le premier éluant	Le deuxième éluant
Plaque CCM		
Révélation avec	Lampe UV +Solution $KMnO_4$	$KMnO_4$

Discussion : on remarque qu'il y a une migration des constituants de l'huile essentielle dans l'éluant polaire et moins dans l'éluant moins polaire ce qui nous indique la présence de composés polaires dans l'huile essentielle extraite.

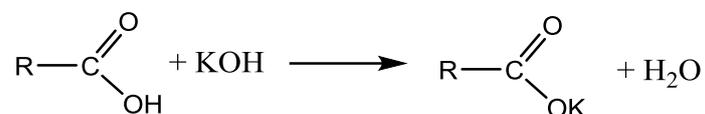
III -2 – 2- 2- Caractéristiques chimiques

1- Détermination de l'indice d'acide

L'indice d'acide (Ia), indique la quantité d'acides libres dans une huile, il est défini comme la masse d'hydroxyde de potassium, exprimée en mg, nécessaire au titrage de tous les acides libres contenus dans 1 g de cette huile. La mesure de cette acidité libre est un moyen pour déterminer son altération par le fait que l'huile dégradée contient de plus en plus d'acides libres ce qui fait croître son indice d'acide

1- 1- Principe et réaction

La manipulation consiste à déterminer l'indice d'acide de l'huile essentielle par titrage acido-basique d'une quantité connue de cette huile essentielle dissoute dans l'éthanol, en présence de phénolphtaléine comme indicateur. Cette méthode est basée sur la neutralisation d'acide libre dans l'huile par une solution caustique KOH.



Réactifs utilisés

- ✓ Ether diéthylique pur
- ✓ Ethanol (95 °)
- ✓ Phénolphtaléine 1% dans l'éthanol.
- ✓ Solution d'hydroxyde de potassium KOH alcoolique (éthanol à 95 °) 0,05 M

1- 2- Mode opératoire

Dans un bêcher de 100 ml, on a introduit une quantité précise de 0.1g d'huile essentielle de *lythrum salicaria* puis on a ajouté 20 ml d'un mélange d'éther éthylique et d'éthanol 95% à proportion (2 ÷ 1) pour dissoudre l'huile. On agite vivement le mélange avec un agitateur magnétique, si l'huile se dissout difficilement, on peut chauffer légèrement le mélange en agitant vivement dans un bain – marie.

Notre huile est soluble dans le mélange, on refroidi à température ambiante et on titre le mélange par une solution de KOH 0,01N (dissout dans l'éthanol pour éviter la réaction d'hydrolyse de savon), on ajoute quelques gouttes de phénolphtaléine comme indicateur puis on titre jusqu'à l'obtention de la couleur rose donc on lit le volume pendant la changement de couleur.

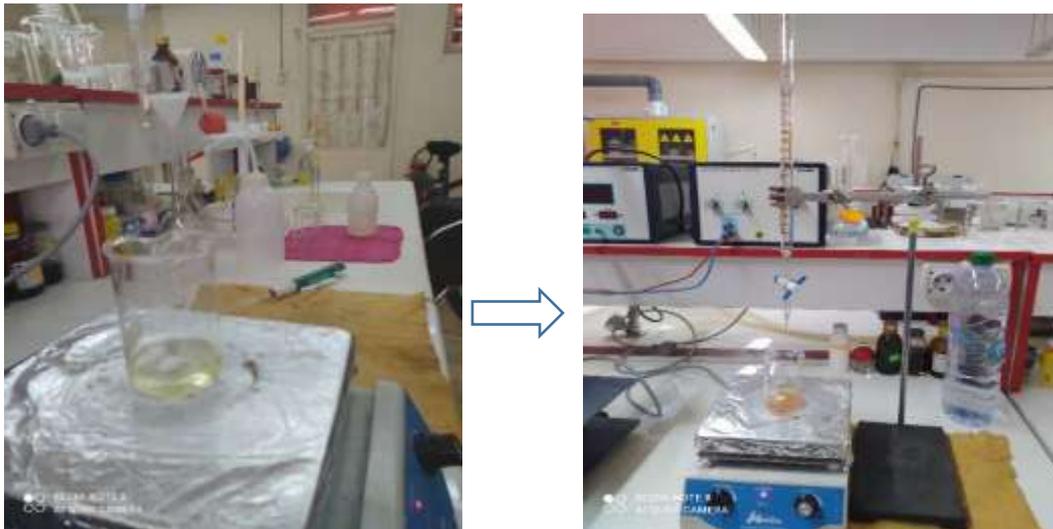


Figure III-10- : Mesure de l'indice d'acide par dosage acido-basique

1-3- Calcul de l'indice d'acide I_A de l'huile essentielle de lythrum Salicaria

Le calcul de l'indice d'acide I_A est effectué à partir de la relation suivante :

$$I_A = \frac{56.1 \times N_{KOH} \times V_{KOH}}{m}$$

V : volume en ml de KOH nécessaire pour le titrage de l'huile essentielle

N_{KOH} : normalité d'hydroxyde de potassium KOH soit 0,01N

m : masse en gramme de l'huile essentielle de lythrum salicaria à titrer soit 1g

56,1 : masse molaire du KOH

Nous avons trouvé pour un volume de KOH versé dans le bécher contenant l'huile essentielle,

Pour l'échantillons d'huiles essentielles de lythrum Salicaria, nous avons obtenu le volume de solution de KOH. Nous avons réalisé essais.

$$I_A = \frac{56.1 \times 0,01 \times 2,7}{0,1} = 15,15 \text{ mg KOH/g}$$

2- Détermination de l'indice de saponification

L'indice de saponification correspond à la masse de potasse (KOH) nécessaire pour saponifier les esters et neutraliser les acides libres non estérifiés contenus dans un gramme d'huile essentielle.

Le principe repose sur un dosage en retour. On fait réagir à chaud une solution de l'huile essentielle avec un excès de KOH. Cet excès est ensuite dosé par une solution d'acide chlorhydrique (HCl aqueux).

2- 1- Mode opératoire :

On pèse exactement 0,1g d'huile essentielle dans une fiole de 200ml. On additionne 14ml de solution aqueuse de KOH 0,01 N avec quelques gouttes de phénolphtaléine. On titre le mélange avec une solution d'acide chlorhydrique 0,01N jusqu'à ce que la solution revienne à sa couleur initiale presque jaune. (Notre solution avec quelques gouttes de phénolphtaléine donne une couleur rouge brique). On lit le volume V_{KOH} de la solution de potasse versée au moment du virage.

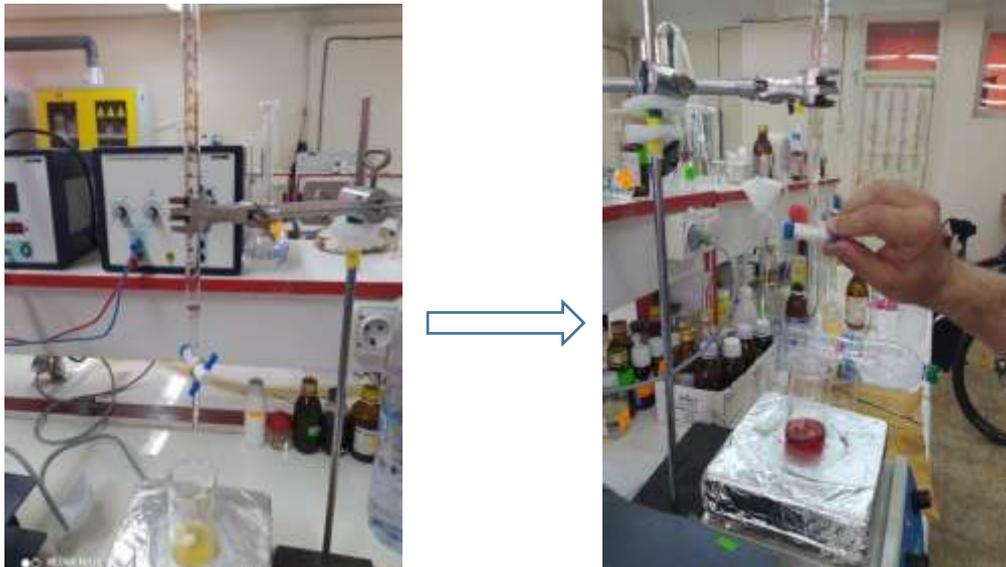


Figure III-11- : Mesure de l'indice de saponification

2- 2- Calcul de l'indice de saponification I_S de l'huile essentielle

L'indice de saponification est exprimé par la relation suivante :

$$I_S = \frac{(V_{KOH} - V_{HCl}) \times N_{HCl} \times 56.1}{m}$$

V_{KOH} : volume de potasse KOH mélangé avec une quantité d'huile essentielle (**14 mL**)

V_{HCl} : volume de HCl en ml nécessaire pour neutraliser l'excès de la potasse utilisé pour la prise d'essai.

m : masse de l'huile essentielle prise en gramme (**0.1g**)

N_{HCl} : la normalité de la solution de HCl (**0,01 N**)

Masse molaire de KOH : $M = 56,11$ g/mol

$$I_S = \frac{(14 - 10,3) \times 0,01 \times 56.1}{0.1} = 20,76 \text{ mg KOH/g}$$

3- Détermination de l'indice d'ester

L'indice ester est un indicateur renvoyant directement à la qualité de l'huile essentielle étudiée. En effet, les huiles essentielles de très bonnes qualités renferment une très grande quantité d'esters (et proportionnellement, plus la qualité d'une huile est élevée, et plus elle contiendra d'esters). Le test de l'indice acide est un procédé indirect pour déterminer le taux d'ester contenu dans l'huile essentielle. Durant l'hydrolyse d'un ester (dans l'eau), on observe l'apparition d'acide. L'indice d'ester correspond à la masse de la base de potasse KOH nécessaire pour neutraliser les acides libérés durant l'hydrolyse des esters, et pour déterminer cette masse de potasse consommée durant la réaction, on doit effectuer un dosage en retour (en dosant l'excès de potasse avec de l'acide chlorhydrique pour déterminer la quantité, et donc la masse).

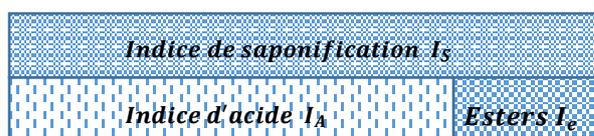


Figure III-12- : Schéma représentant la relation entre les indices I_e , I_S et I_A

Ce que nous avons effectué lors du dosage pour rechercher l'indice de saponification. L'indice d'ester I_e d'une huile essentielle est donc lié à l'indice de saponification I_S et l'indice d'acide I_A et est exprimé par la relation suivante :

$$I_e = I_S - I_A = 20,76 - 15,15 = 5,61 \text{ mg KOH/g}$$

Discussion :

On remarque que les esters représentent 27% des composés saponifiables par contre les acides libres représentent 73% des composés saponifiables qui se trouvent dans l'huile essentielle extraite par l'éthanol, ce qui est en concordance avec les résultats de l'analyse chromatographique sur couche mince, c'est-à-dire la présence de quantité importante de composés polaires.

III -2 – 2- 3- Analyses spectroscopiques

1- Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :

La spectroscopie infra rouge à transformée de Fourier (FTIR) est une technique non destructive, son principe repose sur l'absorption de la lumière par la plupart des molécules dans la région de l'infrarouge du spectre électromagnétique et en convertissant cette absorption en vibration moléculaire.

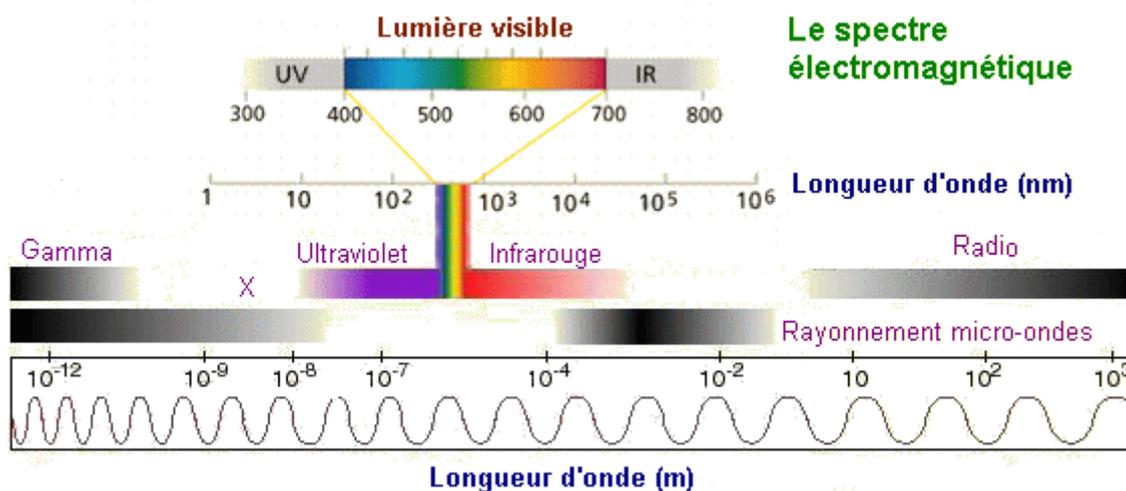


Figure III-13- : Domaine spectral de la lumière Visible.

Dans l'intervalle 4000 à 650 cm^{-1} , le spectre forme une "empreinte chimique" distinctive qui peut être utilisée pour visualiser et identifier des échantillons organiques et inorganiques par comparaison entre les bandes de vibration de nos spectres FTIR et ceux de la bibliographie.

Spectroscopie infra rouge en mode réflexions totales atténuées :

L'étude des matériaux peut être appliquée sur les poudres, les couches minces et les liquides par spectroscopie infrarouge en mode réflexions totales atténuées (Attenuated Total Reflection, ATR), ce qui n'exige pas de préparation préalable et de grandes quantités de matière pour effectuer l'analyse en plus le lavage du support est très simple.

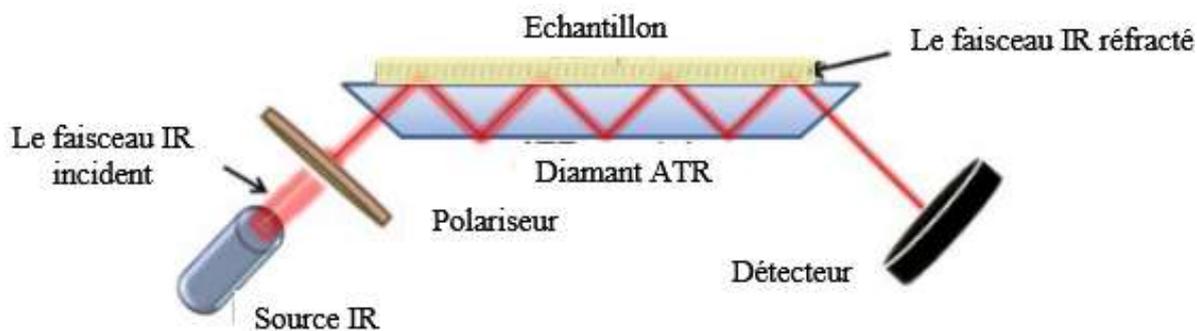


Figure III-14- : Photo appareil de Voltalab.

1-1- Principe :

Le faisceau entre sous incidence normale par rapport à l'une des arêtes du cristal (l'arête du trapèze fait un angle $\alpha = 45^\circ$ avec la base du cristal) et atteint l'interface entre le milieu 1 et le milieu 2. Le faisceau crée une onde évanescente dans le milieu 2 au-dessus du cristal d'ATR pourvu que la condition de réflexion totale soit satisfaite. Le faisceau est ainsi réfléchi plusieurs fois avant de ressortir par l'autre face du prisme. L'intensité du faisceau sortant est alors mesurée par le détecteur.

1-2- Appareillages : Pour les mesures en mode réflectance, on a utilisé un spectromètre de type (AGILENT Cary 630 FTIR) à transformée de Fourier, de résolution fixée à 4 cm^{-1} , effectuant un balayage par seconde. La plage des fréquences balayées couvre le domaine de l'infrarouge moyen entre $650\text{-}4000 \text{ cm}^{-1}$.



Figure III-15- : Spectromètre ATR de type Agilent Cary 630 FTIR.

La grande diversité des montages expérimentaux permet la caractérisation pratiquement de tout type d'échantillons, quel que soit leur état physique ou de surface :

Le logiciel de pilotage de ce spectromètre (AGILENT MICROLAB PC SOFTWARE) permet d'obtenir le spectre du matériau. Un traitement de ligne de base est ensuite effectué en plus d'autres analyses et traitement des résultats.

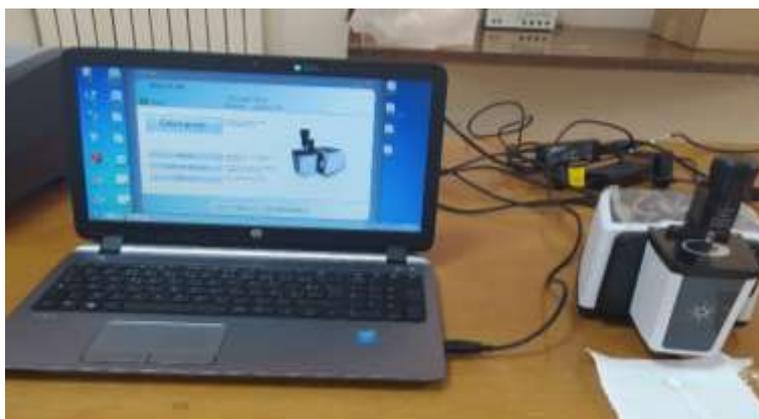


Figure III-16- : Appareille la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).

1-3- Spectres FTIR des huiles essentielles obtenues :

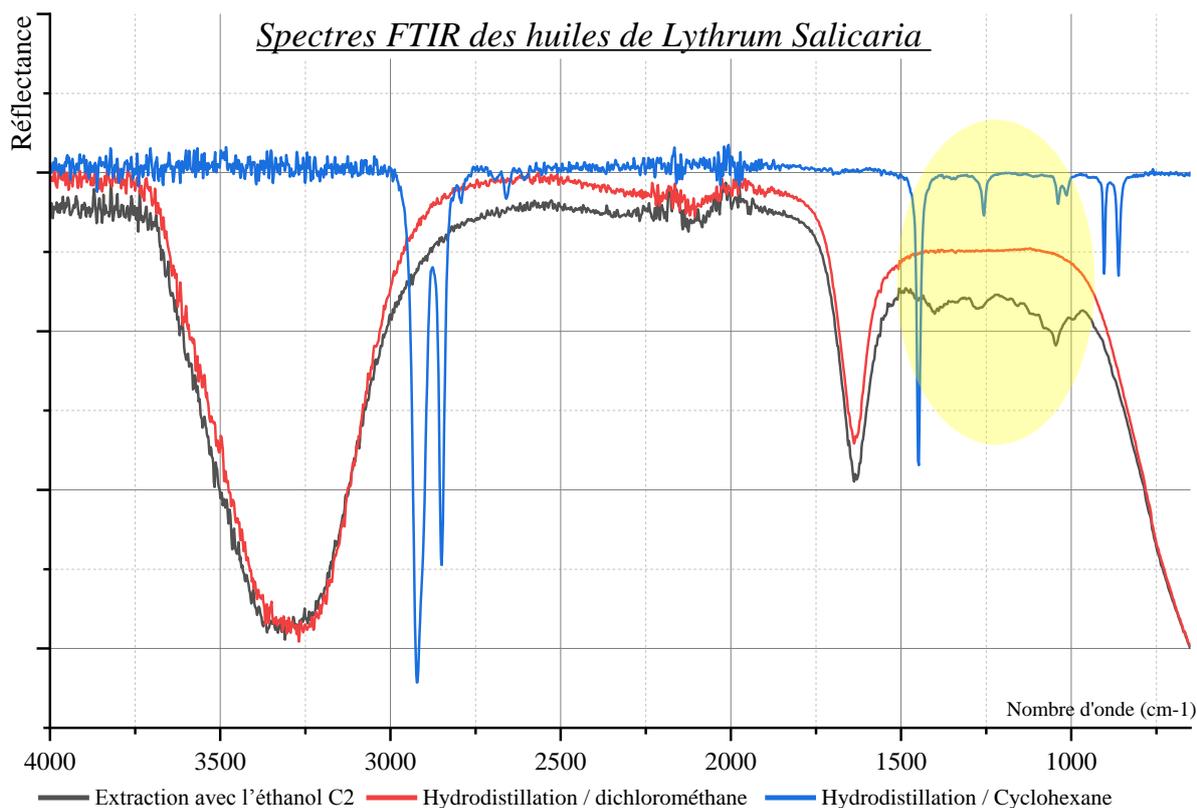


Figure III-17- : Spectres FTIR des huiles de Lythrum Salicaria issues par extraction avec l'éthanol (Noir) par hydrodistillation et avec dichlorométhane (Rouge) par hydrodistillation et avec cyclohexane (Bleu)

Discussion :

On remarque qu'il y a une grande similitude entre les deux courbes celui issu par extraction avec l'éthanol et celui par hydrodistillation et avec dichlorométhane qui présentent des pics correspondant à fonctions hydroxyles attribuée à la vibration d'étirement libre -OH vers 3280 cm^{-1} ce qui montre la nature hydrophile des huiles ce qui est en concordance avec les résultats de la polarité de ces huiles, et la bande à 1638 cm^{-1} est attribuée à la courbure O-H de l'eau adsorbée

La différence entre les deux spectres se trouve dans l'intervalle 1500-950 cm^{-1} qui est similaire au spectre de l'hydrodistillation / cyclohexane, cette intervalle contient des pics correspondants C=C flexion alcène (904 cm^{-1}), au vibration d'étirement des peroxydes CO-O-CO (1034 cm^{-1}), la vibration d'étirement C-H (1448 cm^{-1}) du groupe méthyle en plus de la vibration d'étirement C-H (2850 cm^{-1}).

Remarque : selon la nature du solvant utilisé, on va extraire des huiles essentielles plus ou moins polaire selon la polarité du solvant.

2- Spectroscopie UV-visible :

La spectroscopie d'absorption Ultra-violet Visible est à la fois une méthode d'analyse quantitative et qualitative. Elle repose sur le phénomène d'absorption de l'énergie électromagnétique par une substance. L'absorbance de la lumière par une molécule fait passer des électrons d'un niveau d'énergie plus bas, état stable, à un niveau d'énergie plus élevé à l'état excité. La longueur d'onde dans la région de l'ultraviolet est généralement exprimée en nanomètre (10⁻⁹ m) ou en angströms (10⁻¹⁰ m). L'absorption est portée en nombres d'ondes σ qui est mesuré en cm⁻¹.

2-1- Principe

Pour enregistrer le spectre UV visible d'une substance, on prépare une solution diluée que l'on introduit dans une cuve en verre ou en quartz. Le solvant doit être transparent dans la zone de longueurs d'onde choisie. Sa nature doit être relevée, car elle peut avoir une influence sur les caractéristiques du spectre. Dans le spectrophotomètre, l'échantillon est traversé par un faisceau lumineux et un détecteur mesure, pour chaque longueur d'onde, l'intensité avant et après absorption (I_0 et I). C'est une spectroscopie quantitative, qui est régie par la loi de Beer-Lambert si la solution est suffisamment diluée : $A = \text{Log } I/I_0 = \epsilon l c$

A : absorbance

ϵ : coefficient d'absorbance (mol⁻¹ .l.cm⁻¹)

l : longueurs de la cuve en cm

C : concentration de la solution en mol. l⁻¹

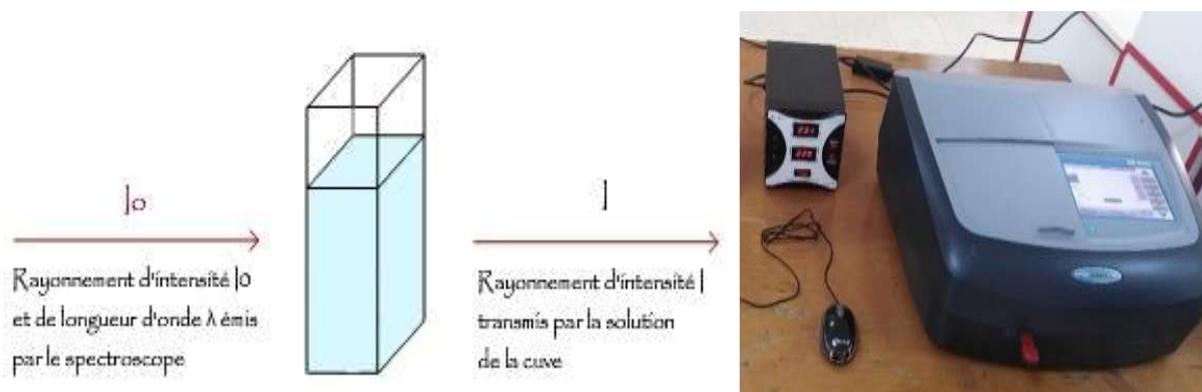


Figure III-18-: Principe de la loi d'absorptiomètre et Spectromètre HACH LANGE DR 6000

Le spectre UV-visible est constitué par la courbe d'absorbance en fonction de la longueur d'ondes : $\log (I/ I_0) = f(\lambda)$, λ étant exprimé en nm.

Il se présente sous la forme de larges bandes que l'on caractérise par leurs longueurs d'onde au maximum d'absorption (λ_{max}) et leurs coefficients d'absorbance (ϵ).

2-2- Mode opératoire :

- ✓ Nettoyer la cuve en quartz avec de l'acétone puis avec du cyclohexane (le solvant) ;
- ✓ Remplir la cuve de référence avec du cyclohexane, l'introduire dans le spectromètre UV et appuyer sur zéro ;
- ✓ Remplir à nouveau la cuve avec du cyclohexane et mettre dedans quelques gouttes d'huile essentielle à analyser ;
- ✓ Mettre la cuve pleine dans le spectromètre UV, où elle est traversée par le faisceau lumineux.

2-3- Spectres UV-Visible des huiles essentielles obtenues :

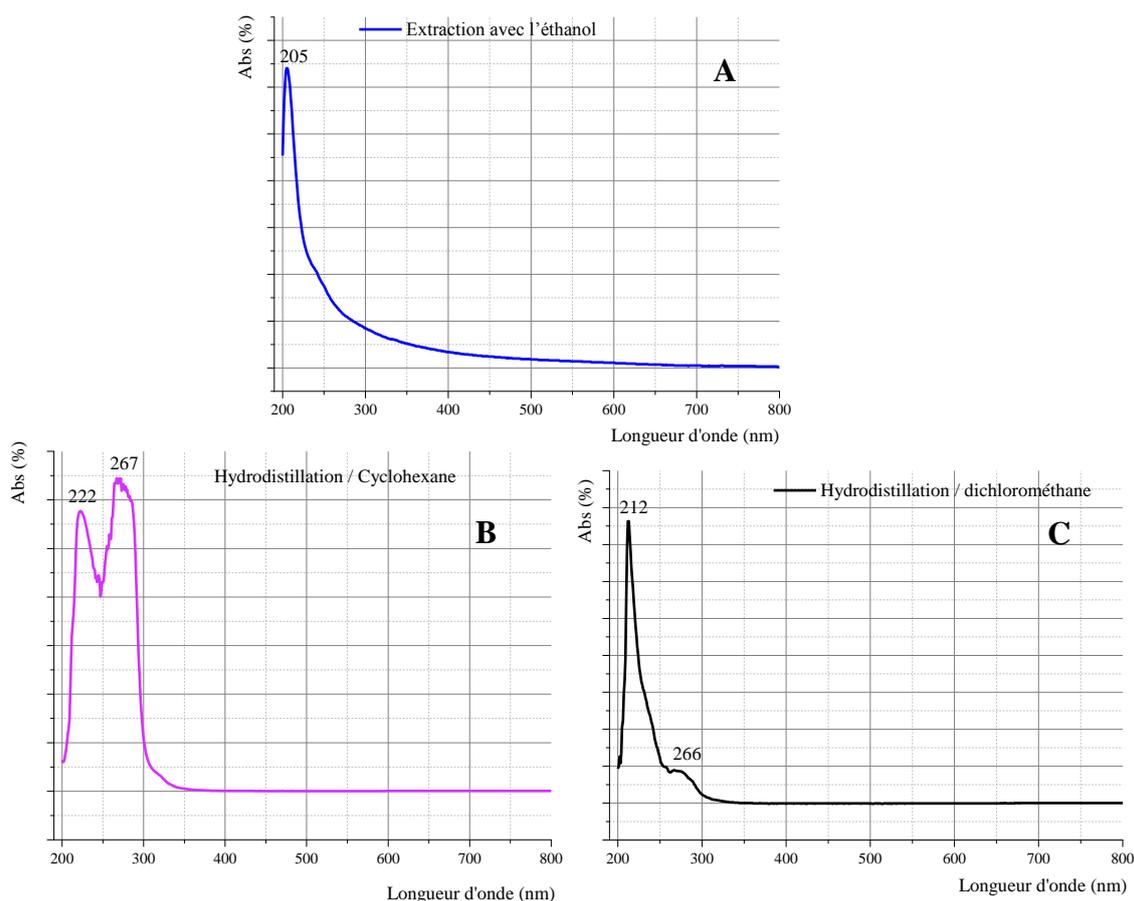


Figure III-19-: Spectres UV-Visible de l'huile de Lythrum Salicaria issues par Hydrodistillation dans l'éthanol (A) avec cyclohexane (B) huile extraite avec l'éthanol dans cyclohexane (C)

Discussion :

On remarque que le spectre UV-Visible de l'huile issue par hydrodistillation et avec dichlorométhane présente des pics intermédiaires entre celui par extraction avec l'éthanol et

celui spectre de l'hydrodistillation / cyclohexane : l'absorbance à 205 et 212 nm qui sont très proches que celui 222 nm.

On trouve le même pic à 266 et 267 nm pour l'hydrodistillation.

Ceci confirme les conclusions tirées précédemment pour la CCM et l'analyse FTIR qui montre que la nature du solvant utilisé, va donner des huiles essentielles plus ou moins polaire selon la polarité du solvant.

Conclusion générale

Conclusion générale

Le travail qu'on a effectué au sein des laboratoires pédagogiques du département de Génie des Procédés – université de Guelma, a pour objectifs l'extraction des huiles essentielles de la plante « *Lythrum Salicaria* » fraîchement récolté et d'étudier les propriétés physico-chimiques des huiles extraites.

Les expériences qu'on a réalisées dans le laboratoire, les analyses qu'on a effectuées sur les échantillons élaborés nous ont permis de faire les conclusions suivantes :

- L'huile obtenue par extraction avec l'appareil de Soxhlet en utilisant l'éthanol comme solvant est de couleur jaune doré, avec un aspect moins visqueux que celle obtenue par hydrodistillation.
- On a obtenu par extraction avec l'appareil de Soxhlet une quantité assez importante qui nous indique la rentabilité de la production en matière huileuse de cette plante ce qui peut être un facteur important dans le cas de l'utilisation à large échelle d'huile de cette plante.
- L'huile essentielle obtenue est plus dense que l'eau
- L'huile obtenue par extraction avec l'appareil de Soxhlet (extraction par solvant) présente un indice de réfraction plus important que celle obtenue par hydrodistillation.
- La CCM nous indique la présence de composés polaires dans l'huile essentielle extraite.
- Les esters représentent 27% des composés saponifiables par contre les acides libres représentent 73% des composés saponifiables qui se trouvent dans l'huile essentielle extraite par l'éthanol, ce qui est en concordance avec les résultats de l'analyse chromatographique sur couche mince, c'est-à-dire la présence de quantité importante de composés polaires.
- IL y a une grande similitude entre les deux courbes celui issu par extraction avec l'éthanol et celui par hydrodistillation et avec dichlorométhane qui présentent des pics correspondant à fonctions hydroxyles attribuée à la vibration d'étirement libre -OH vers 3280 cm^{-1} ce qui montre la nature hydrophile des huiles.
- L'intervalle $1500\text{-}950\text{ cm}^{-1}$ contient des pics correspondants C=C flexion alcène (904 cm^{-1}), au vibration d'étirement des peroxydes CO-O-CO (1034 cm^{-1}), la vibration d'étirement C-H (1448 cm^{-1}) du groupe méthyle en plus de la vibration d'étirement C-H (2850 cm^{-1}).
- Les spectre UV-Visible de l'huile issue par hydrodistillation et avec dichlorométhane présente des pics intermédiaires entre celui par extraction avec l'éthanol et celui spectre

Conclusion générale

de l'hydrodistillation / cyclohexane : l'absorbance à 205 et 212 nm qui sont très proches que celui 222 nm, on trouve le même pic à 266 et 267 nm pour l'hydrodistillation.

Comme résumé : la CCM et l'analyse FTIR qui montre que la nature du solvant utilisé, va donner des huiles essentielles plus ou moins polaire selon la polarité du solvant.

Références Bibliographiques

- [1] <https://www.bio-sante.fr/les-huiles-essentielles-culture-histoire.html> (consulté le : 08/06/2021)
- [2] Garnero J, (1996). Huiles Essentielles. Dossier : K345. Base Documentaire: Constantes physico-chimiques. Vol. Papier N°: K2.
- [3] Baudoux, D., Zhiri, A. Huiles essentielles chemotypées et leurs synergies .Edition Inspir, 2009.
- [4] Jean Bruneton, Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales, techniques et documentation, 3e édition, 1999 (ISBN 2-7430-0315-4).
- [5] BELKHIRI F.Z. « Etude de l'activités antibactérienne des huiles essentielles de Rosmarinus officinalis L. » Mémoire Master, Université Mohamed Khider – Biskra, juin 2015
- [6] Belarouci A. « Comportement insecticide des huiles essentielles du Romarin et du Thym sur Tribolium castaneum (Herbst) (Coleoptera : Tenebrionidae) » Mémoire Master, Université Abou Bekr Belkaïd. Tlemcen, 2017.
- [7] BRAHIMI SadeK, « Deverra reboudii Coss. Et Durieu : biologie, composition chimique et activités biologiques des extraits et des huiles essentielles » thèse de doctorat, DJELFA - ACHOUR ZIANE, 2019
- [8] N. Malo, 10^{ème} journées internationales, Digne-les-Bains 5-6-7 Sept. 1991 ; p28.
- [9] Buchanan B.B., Grisse W., Jones R.L., 2000. - Biochemistry & molecular biology of plants. American society of plant physiologists: Rockville, MA, p 1367.
- [10] A. Guerrouf. « Application des huiles essentielles dans la lutte microbiologique cas d'un cabinet dentaire ». Mémoire de Master. Université de Ouargla (Algérie), 2017.
- [11] Lorraine Bottin, Déterminants de la variation moléculaire et phénotypique d'une espèce forestière en milieu insulaire : cas de Santalum austrocaledonicum en Nouvelle-Calédonie. Thèse de doctorat, Université de Montpellier, 2006.
- [12] Bruneton, J., « Pharmacognosie », Plantes médicinales, Ed. Lavoisier. Techniques et documentation, Paris, 1999, p 405.
- [13] Alonso (W.R.), Croteau (R.) - Purification and characterization of the monoterpene cyclase γ -terpinene synthase from *Thymus vulgaris*. -Arch. Biochem. Biophys, 1991, p 286, 511-517.
- [14] J-C. Samvura, A. Totté. « Utilisation du CO₂ supercritique dans le domaine agroalimentaire ». Pôle Technologique Agro-Alimentaire asbl – Newsletter n°10.

- [15] <http://tpe-huiles-essentielles-2014-2015.e-monsite.com/pages/procede-d-extraction/lextraction-au-co2-supercritique.html> . (consulté le : 08/06/2021)
- [16] de Maffei et Sacco, « Perfumer and flavorist» *Flavour and Fragrance Journal*.13 (1997)
- [17] Carette A.S. « La lavande et son huile essentielle », Thèse de doctorat, Université de Toulouse. 2000.
- [18] Docteur Jean Valnet « La phytothérapie : Se soigner par les plantes », Hachette, 1968
- [19] S.G. Fleischhauer, J. Guthmann et R. Spiegelberger « Plantes sauvages comestibles » Collection : Vieilles Racines et Jeunes Pousses, ISBN : 9782841389070 : 2018.
- [20] Blossey B, Skinner L.C & Taylor J « *Impact and management of purple loosestrife (Lythrum salicaria) in North America*», Biodiversity & Conservation volume 10, pages1787–1807 (2001)
- [21] Grillas, P. & Call, «Mediterranean temporary pools», Station biologique de la Tour du Valat, Arles, (2004).
- [22] Antoine Gazaix, « Ecologie des Lythrum annuels des mares temporaires méditerranéennes. Applications à la conservation de L. thesioides dans les Costières de Nîmes » thèse de doctorat, Université de Montpellier, 13 December 2019
- [23] Gouldstone, S., « Growing your own Food-bearing Plants in Australia», Pan Macmillan (January 1, 1983), ISBN: 0333356438, p 845
- [24] <https://sophy.tela-botanica.org/photohtm/SI3792.HTM> (consulté le : 12/04/2021)
- [25] Marie-Antoinette Mulot, « Secrets d'une herboriste ». éditions du Dauphin, 2015
- [26] https://www.tela.botanica.org/eflore/?referentiel=bdtfx&niveau=2&module=fiche&action=fiche&num_nom=40631&type_nom=&nom=&onglet=ecologie(consulté le : 18/04/2021)
- [27] Jussi-Pekka Rauha & call « Antimicrobial effects of Finnish plant extracts containing flavonoids and other phenolic compounds. International Journal of Food Microbiology», Volume 56, Issue 1, 25 May 2000, Pages 3-12
- [28] Manayi A & call « A. Biological activity and microscopic characterization of Lythrum salicaria L. » Daru. 2013 Jul 25;21(1):61
- [29] : Tunalier Z & call « Antioxidant, anti-inflammatory, anti-nociceptive activities and composition of Lythrum salicaria L. extracts» J Ethnopharmacol. 2007 Apr 4 ;110(3) :539-47.
- [30] <https://www.doctissimo.fr/html/sante/phytotherapie/plante-medicinale/salicaire.htm> (consulté le : 12/04/2021)

[31]: AFNOR. Norme NF ISO 1242 - Huiles essentielles -- Détermination de l'indice d'acide 1999.

[32] : Fernandez X, Chémat F. La chimie des huiles essentielles : tradition et innovation. Edition Vuilbert. Paris ; 2012.

[33] : AFNOR. Norme NF ISO 1241 - Huiles essentielles -- Détermination de l'indice d'ester, avant et après acétylation, et évaluation de la teneur en alcools libres et en alcools totaux. 1996.

[34] :ISO 280 : (Fr) Huiles essentielles — Détermination de l'indice de réfraction 1998.

[35] : Article Caractéristiques physiques et chimiques des huiles essentielles ,13 février 2012.

[36] : AFNOR. Norme NF ISO 592 - Huiles essentielles -- Détermination du pouvoir rotatoire. 1999