



UNIVERSITE  
Abdelhamid Ibn Badis  
MOSTAGANEM

**UNIVERSITE ABDELHAMID IBN BADIS MOSTAGANEM**  
**FACULTE DES SCIENCES EXACTES ET DE L'INFORMATIQUE**  
**DEPARTEMENT DE CHIMIE**

**MEMOIRE**

Présenté pour obtenir le diplôme de

**MASTER II EN CHIMIE**

Option: **ANALYSE SPECTRALE EN CHIMIE**

Par

**BETTAHAR Ridha**

**Extraction des huiles essentielles**

**Analyse par FT-IR et UV-Visible**

Soutenu le 30 mai 2015 devant la commission d'examen :

Président :	BELOUATEK Aissa	Grade	Université de Mostaganem
Examineur :	BELHAKEM Hmida	Grade	Université de Mostaganem
Rapporteur :	BELALIA Mahmoud	Grade	Université de Mostaganem

Table des matières	
Remerciement	
Dédicace	
Introduction générale.....	01

## **Chapitre I**

### **I. Les plantes médicinales**

I.1. Définition .....	02
I.2. Plante médicinale et phytothérapie .....	03
I.3. Les principes actifs des plantes médicinales .....	03
I.4. L'activité thérapeutique des plantes médicinales .....	03
I.5. Principes actifs en phytothérapie - plantes médicinales.....	04
I.5.1. Pourquoi trouve-t-on des principes actifs dans les plantes .....	04
I.5.2. types de phytothérapie .....	04

### **II Généralité sur les huiles essentielles**

II.1.Définition .....	06
II. 2.De quelles parties de la plante peut-on les extraire .....	07
II.3.À quoi servent les huiles essentielles .....	07
II.4.Huiles essentielles, comment les utiliser .....	07
II.5.Les huiles essentielles peuvent-elles traverser la peau ou les .....	08
II.6.Prise des huiles essentielles par voie orale .....	08
II.7.Le procédé de fabrication des huiles essentielles est-il important.....	08
II.8.Composition Chimique des Huiles Essentielles.....	09
II.8.1. Les monoterpènes .....	09
II.8.2.Les sesquiterpènes .....	10
II.8.3.Les composés aromatiques .....	10
II.9.Biosynthèse des terpènes .....	11
II.10.Utilisation des huiles essentielles .....	11
II.10.1. En pharmacie .....	11
II.10.2. Dans l'industrie .....	11
II.11.Alimentation .....	11
II.12.Solubilité dans les solvants organiques .....	11
II.13.Colorants .....	11
II.14.Facteurs intervenant dans la qualité des huiles essentielles .....	12

### **III : les méthodes d'extractions**

III.1.Hydrodistillation .....	13
III.2.Entraînement à la vapeur d'eau .....	14
III.3Extraction par du CO2 supercritique .....	14
III.4.Extraction assistée par micro-onde .....	15
III.5.Extraction au Soxhlet .....	15
III.5.1.Fonctionnement d'un Soxhlet .....	15
III.5.2.Utilisation .....	15
III.5.3.Intérêt et inconvénients de l'extraction au Soxhlet.....	16
III.6.Les avantages et les inconvénients des différentes méthodes d'extraction.....	17

## **Chapitre II**

### **Spectroscopie Infrarouge**

IV.1.Définition.....	18
IV.2.Types de spectromètres.....	18
IV.2.1.Spectromètres dispersifs.....	19
IV.2.2.Spectromètres à transformée de Fourier (FT-IR) (non dispersifs).....	19
IV.2.3.Réflexion totale atténuée (ATR).....	20
IV.2.4.Système de traitement des données.....	21
IV.2.5.Matériaux des cellules de mesure et échantillonnage.....	21
IV.2.6.Applications.....	21

### **Spectrophotométrie UV-Visible.....**

IV.1.Définition .....	22
IV.2.Les spectres dans l'UV / visible.....	22
IV.3.L'absorption.....	23
IV.4.Le matériel.....	23
IV.5.Applications.....	24
IV.5.1.Analyse qualitative .....	25
IV.5.2.Analyse quantitative .....	25

## **Chapitre III : partie expérimentale**

Introduction.....	27
VI.1. La plante d'atriplex .....	28
VI.1.2.Culture et entretien de l'atriplex .....	28

VI.2. Méthode utilisée : méthode de soxhlet.....	29
VI.3.Matériel .....	29
VI.4. Résultat et analyse.....	30
VI.4.1.Résultats .....	30
VI.4.2. Analyse .....	30
VI.4.2.1.La spectroscopie infrarouge .....	30
VI.4.2.2. La Spectrophotométrie UV-VISIBLE .....	32
VI.5. Discussion .....	32
Conclusion général.....	33
Référence bibliographie	
Annexe	

## *Remerciements*

*Mes remerciements s'adressent également à mon encadrant Monsieur **BELALIA MAHMOUD**, maître de conférence à l'Université **ABD EL HAMID IBN BADIS MOSTAGANEM**, pour avoir accepté de diriger ce travail. Son soutien, sa clairvoyance et ses compétences m'ont été d'une aide inestimable.*

*Je souhaite remercier **Mr BELHAKEM HMIDA** pour toute l'aide qu'il m'a apportée.*

*Je tiens à remercier sincèrement les membres du jury qui me font le grand honneur d'évaluer ce travail.*

*Mes remerciements les plus chaleureux vont à tous mes camarades à **L'INES** pour leurs encouragements et pour l'ambiance agréable dans ces 5ans et en particulier à **MED BECHEIKH** pour sa présence dans les moments difficiles.*

## *Je dédie ce mémoire*

*A mes parents pour leur amour inestimable, leur confiance, leur soutien, leurs sacrifices et toutes les valeurs qu'ils ont su m'inculquer.*

*A mes sœurs ainsi qu'à mon beau frère **ABDELMALEK**, pour leur tendresse, leur complicité et leur présence.*

*A toute ma famille ainsi qu'à mes amis.*

Introduction générale

# Introduction générale

---

## **Introduction**

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés plus particulièrement à l'utilisation de la spectroscopie infrarouge et la spectrophotométrie UV-visible dans la caractérisation des huiles essentielles des plantes médicinales

Ce document est organisé en trois chapitres.

Nous présenterons, dans le premier chapitre, quelques généralités sur les plantes médicinales ainsi qu'une étude bibliographique sur les huiles essentielles et les principales techniques d'extractions.

Le deuxième chapitre sera consacré aux méthodes d'analyse et particulièrement la spectroscopie infrarouge et la spectrophotométrie UV-Visible

Le troisième chapitre est consacré d'une part à préciser les conditions expérimentales pour obtenir une huile essentielle et d'autre part à caractériser ces propriétés spectrales.



# Chapitre I

## I. Les plantes médicinales

### I.1. Définition

Il existe plusieurs définitions pour désigner une plante médicinale mais, pour faire simple, le terme désigne une plante ou une partie d'une plante possédant des substances appelées principes actifs, pouvant être utilisés à des fins thérapeutiques sans effets nocifs aux doses recommandées.

Plante médicinale : une définition obsolète...

La circulaire N° 346 du code de la santé publique (CSP) du 2 juillet 1979 définit une plante médicinale comme "*une plante présentant des propriétés médicamenteuses, sans avoir ni ne pouvant avoir aucune utilisation alimentaire, condimentaire et hygiénique*". [3]

Mais cette définition est, pour beaucoup de spécialistes, obsolète car elle exclue de facto les plantes qui sont utilisées, par exemple, à la fois pour leurs propriétés médicinales, condimentaires ou alimentaires comme c'est le cas de nombreuses plantes ou parties de plantes comme le clou de girofle ou encore le germe de blé.



### Devenue plus précise

La définition de la pharmacopée française, plus récente, est plus précise car elle définit les plantes médicinales comme "*des drogues végétales qui peuvent être utilisées entières ou sous forme d'une partie de plante et qui possèdent des propriétés médicamenteuses*".

De plus, cette définition admet que les plantes médicinales peuvent également avoir des usages alimentaires, condimentaires ou hygiéniques. [1]

## I.2. Plante médicinale et phytothérapie

L'Organisation mondiale de la santé (OMS) ne donne pas de définition précise de plante médicinale mais plutôt de médicament à base de plantes, tout en classant l'utilisation de plantes médicinales et médicaments à base de plantes parmi les médecines et formes de médication traditionnelles. Ainsi, pour l'organisme international, les médicaments à base de plantes incluent "*des plantes, des matières végétales, des préparations à base de plantes et des produits finis qui contiennent comme principes actifs des parties de plantes, d'autres matières végétales ou des associations de plantes*". Cette définition est très proche de celle retenue par les autorités de santé en France

De son côté, la Pharmacopée Française définit le médicament à base de plantes comme "*une drogue au sens de la pharmacopée européenne dont au moins une partie possède des propriétés médicamenteuses*". [3]

Ces deux définitions vont dans le sens étymologique du mot phytothérapie, qui provient de deux racines grecques anciennes "phyton" (végétal) et "therapeia" (cure, thérapie) qui, mises ensemble, signifient la thérapie par le végétal ou par les plantes.

## I.3. Les principes actifs des plantes médicinales

Les effets bénéfiques des plantes sur la santé sont dus au fait qu'elles contiennent des substances appelées principes actifs, responsables de leurs effets thérapeutiques. Il existe de nombreux principes actifs connus et décrits dans les monographies mais tous ne le sont pas, loin de là.

Lorsque les principes actifs sont connus, il est souhaitable de normaliser leur dosage par des méthodes validées, comme cela est fait pour les médicaments à base de plantes. Cela permet d'obtenir un maximum de bénéfices thérapeutiques avec un minimum de risques, sachant que, si beaucoup de plantes n'ont pas d'effets secondaires lorsqu'elles sont utilisées à des doses connues et normalisées, certaines ont des effets toxiques pouvant être graves, même à faible dose.

Ces constatations soulignent encore une fois l'importance de la connaissance des plantes médicinales et le rôle des monographies dans l'utilisation à bon escient de substances médicamenteuses d'origine végétale. [2]

## I.4. L'activité thérapeutique des plantes médicinales

En ce qui concerne l'activité thérapeutique, elle est définie par l'Organisation mondiale de la santé (OMS) comme l'action ou l'ensemble d'effets conduisant à la "*prévention, le diagnostic et le traitement de maladies physiques et psychiques, l'amélioration d'états pathologiques, ainsi que le changement bénéfique d'un état physique et mental*". Les activités thérapeutiques potentielles des plantes médicinales sont donc multiples.

Beaucoup de plantes médicinales possèdent plusieurs activités thérapeutiques car le plus souvent elles contiennent plusieurs principes actifs dont les effets sont additifs et/ou complémentaires. Ce phénomène explique également qu'en phytothérapie, plusieurs plantes ou parties de plantes sont fréquemment utilisées en association afin d'obtenir un effet optimal. [2]

## **I.5. Principes actifs en phytothérapie - plantes médicinales**

### **I.5.1. Pourquoi trouve-t-on des principes actifs dans les plantes ?**

Les plantes ont développé au cours de l'évolution des substances (qu'on nomme ici principes actifs) avec des fonctions différentes, cela peut être un moyen de défense contre des parasites ou autres agresseurs (microorganismes), une technique pour empêcher la croissance d'autres plantes à proximité et donc lui assurer une bonne nutrition, comme moyen de croissance ou pour le renouvellement de l'espèce. La concentration en principes actifs d'une plante varie en fonction de l'âge du végétal, de la saison, du climat et de l'environnement en général (sécheresse, pollution, etc).

C'est pourquoi il est important de bien connaître le meilleur moment de l'année, et même du jour (matin, journée, soir, nuit), pour récolter la plante. [1]

### **I.5.2. Actuellement on peut distinguer deux types de phytothérapie :**

- Une pratique traditionnelle, parfois très ancienne basée sur l'utilisation de plantes selon les vertus découvertes empiriquement. Selon l'OMS, cette phytothérapie est considérée comme une médecine traditionnelle et est encore massivement employée dans certains pays dont les pays en voie de développement où c'est parfois le seul recours thérapeutique et qui présente l'avantage d'être accessible et abordable. C'est une médecine non conventionnelle du fait de l'absence d'étude clinique.

- Une pratique basée sur les avancées et preuves scientifiques qui recherchent les extraits actifs des plantes ; c'est le rôle de la pharmacognosie. Les extraits actifs identifiés sont standardisés. Cette pratique conduit aux phytomédicaments et selon la réglementation en vigueur dans le pays comme la directive européenne de 2004, leur circulation est soumise à l'AMM pour les produits finis et pour les préparations magistrales de plantes médicinales, celles-ci étant délivrées exclusivement en officine.

Le recours croissant à la phytothérapie conventionnelle ou non, est alimentée pour les pays développés, par les inquiétudes au sujet des effets nocifs des médicaments chimiques (affaire du benfluorex, Mediator et récemment l'affaire du pioglitazone, l'Actos ou bien du Rénalate de Strontium alias Protelos), par la remise en question de l'allopathie à base de médicaments et par l'accès facile du grand public à l'information médicale (télévision, magazine, internet...)

Dans le même temps, de par l'augmentation de l'espérance de vie, sont apparues des maladies chroniques où la médecine traditionnelle semble moins agressive et d'approche plus globale pour certains patients.

#### Précautions d'emploi de la phytothérapie

Certaines plantes contiennent des principes actifs qui peuvent être extrêmement puissants, d'autres sont toxiques à faible dose. Le fait que l'on n'utilise que des plantes ne signifient pas que cela est sans danger. La culture libre de certaines plantes est interdite dans certains pays, le cas le plus courant étant le pavot dont la culture est réglementé en France. [3]

A la Réunion la plante *Datura* (*Datura Stramonium L.*), famille des Solanacées, est connue pour sa toxicité... Certaines plantes utilisées en tant que laxatif, comme l'aloès (*Aloès Vera* (L.) Burm. f.) sont irritants pour la muqueuse du colon.

### 1- A l'état brut

La consommation « brute » de la plante induit la consommation de produits contenus dans la plante autre que le principe actif (tanins, alcaloïdes, saponosides..). On ne peut ainsi pas connaître la dose exacte de principe actif ingéré entraînant un risque de sous-dosage ou de surdosage.

La composition d'une plante peut varier car elle dépend du terrain, des conditions de croissance, humidité, température, ensoleillement (l'ensemble constitue l'écosystème) qui vont déterminer ce que l'on appelle en aromathérapie le chémotype.

De même, il ne faut pas utiliser des plantes d'origine douteuse, puisque les facteurs de pollution, la cueillette et les méthodes de conservation, de stockage... peuvent altérer les propriétés des plantes.

Il convient d'éviter les plantes sèches vendues sous sachet transparent car la lumière altère en partie leurs propriétés.

### 2- A l'état modifié

Au niveau industriel, il peut exister des erreurs de fabrications de phytomédicaments avec une confusion probable entre des plantes ressemblantes mais différant sur les principes actifs d'où la nécessité de s'attacher à la classification botanique internationale (exemple du régime amaigrissant (cf. annexe 7) fabriqué en Belgique en 1990 avec confusion avec une plante de la famille des aristoloches, qui elle, est toxique, ayant alors provoqué des cancers vésicaux et des insuffisances rénales par glomérulopathie).

### 3- Les deux états

Il est connu que plantes médicinales et médicaments peuvent avoir des effets synergiques ou contradictoires. Pour les cas les mieux connus et les mieux étudiés, parlons du millepertuis<sup>40</sup> (genre *Hypericum*) pouvant inhiber certains médicaments (effet d'inducteur enzymatique) comme la digoxine, les anticoagulants, certains antidépresseurs comme l'amitrytiline et les contraceptifs oraux.

Enfin naturel ne signifie pas bénéfique, nombre de plantes utilisées comme remède naturel sont sources d'intoxications comme pour la Réunion les intoxications au Datura<sup>41</sup> (*Datura Stramonium L.*) et celles au pion d'Inde (*Jatropha Curcas L.*).

La toxicité du Datura est due aux alcaloïdes dérivés du tropane, dont l'hyoscyamine, l'atropine et la scopolamine (aux propriétés hallucinogènes) dotés de propriétés parasympholytiques. Les principes actifs sont plus abondants dans les graines. [2]

## II. Les Huiles Essentielles

### II.1.Définition :

L'huile essentielle (HE) est le liquide obtenu par distillation ou extraction chimique par solvants d'une plante. Il ne s'agit pas toujours d'un liquide gras ou huileux malgré son appellation. Très utilisée dans les médecines douces ou alternatives (aromathérapie), l'huile essentielle regorge de vertus et ses bienfaits sur la santé ne sont plus à démontrer.

On estime qu'environ 10% des plantes peuvent produire des huiles essentielles.

L'aromathérapie appartient à la phytothérapie. L'aromathérapie est la médecine complémentaire qui utilise des huiles essentielles.

Les huiles essentielles (HE) peuvent être utilisées en médecine complémentaire pour des fonctions curatives ou préventives.

Les huiles essentielles sont souvent très efficaces pour soigner des maladies infectieuses comme l'acné, la bronchite, la cystite, le rhume, etc.

On utilise les huiles essentielles depuis des milliers d'années, comme par exemple les Egyptiens pour embaumer leurs morts. C'est toutefois seulement à partir du 20<sup>ème</sup> siècle que les huiles essentielles ont été étudiées, notamment au niveau chimique et biologique. Il faut savoir que chaque HE présente un nombre important de molécules (plus de 200). Des techniques avancées de chimie comme la chromatographie sont donc nécessaires pour identifier et classer chaque huile essentielle.

Chaque HE présente un certain nombre de molécules données. On parle de chémotype, il s'agit pour simplifier de l'« empreinte digitale » de l'HE. Grâce à ses avancées, l'aromathérapie devient davantage systématique et présente des fondements scientifiques. Relevons toutefois deux bémols, il manque des études cliniques à grande échelle (comme c'est le cas pour des médicaments dits classiques) pour valider ou non l'efficacité d'une HE pour une maladie donnée et la concentration de substances chimiques d'une HE peut varier ; Car comme les HE proviennent de plantes, celles-ci sont soumises à des variations saisonnières ou de localisation. On peut imaginer qu'une plante qui pousse au nord de la France présente un chémotype différent que le même végétal poussant proche de l'Equateur en Guyane française. La même plante soumise à beaucoup ou au contraire peu de soleil peut aussi présenter un chémotype différent. C'est probablement pour ce manque de reproductibilité que certaines institutions médicales hésitent à proposer l'aromathérapie ou la phytothérapie comme médecine de premier choix. Dans certains cas utiliser l'aromathérapie pourrait s'avérer meilleur marché et tout autant efficace que des médicaments dits chimiques.

La notion de chémotype permet aussi de proposer pour chaque HE la molécule principale, comme par ex. le carbone. L' chémotype est en général indiqué sur le flacon de l'HE.

A la différence de la médecine classique ou chimique qui utilise en général une molécule (ex. paracétamol), l'aromathérapie utilise un ensemble de molécules car une seule HE peut contenir plus de 200 molécules. Celles-ci agissent de façon individuelle mais le plus souvent en synergie. Cela rend parfois les HE plus efficaces que certaines molécules utilisées individuellement mais complique l'analyse et la compréhension du mécanisme pharmacologique. Autrement dit une seule molécule peut par exemple

agir sur un récepteur ou une enzyme avec un mécanisme biochimique clair et connu, mais pour comprendre l'action de 250 molécules sur un ou plusieurs récepteurs, c'est beaucoup plus complexe. [4]

## **II. 2. De quelles parties de la plante peut-on les extraire ?**

Les huiles essentielles peuvent être extraites de différentes parties de la plante. Pour les orangers, la lavande ou la rose, ce sont les fleurs qui donnent l'huile. Chez l'eucalyptus, le thym, la menthe ou le pin, l'huile est extraite des feuilles. Mais les organes souterrains comme les racines ou les rhizomes peuvent également fournir des huiles essentielles, c'est le cas du vétiver et du gingembre. Les fruits et les graines ne sont pas en reste, les huiles essentielles d'anis, de fenouil ou de noix de muscade sont issues de ces parties de la plante. Pour la cannelle, le bois de rose ou le santal, c'est le bois et les écorces qui constituent la matière première donnant l'huile. [4]

## **II.3. À quoi servent les huiles essentielles ?**

L'usage des huiles essentielles est largement répandu dans le domaine thérapeutique, préventif et cosmétique. La phytothérapie et l'aromathérapie doivent leur renom à l'utilisation des substances odorantes issues des plantes. Certaines huiles essentielles sont d'ailleurs très connues pour leurs propriétés médicinales. L'huile essentielle de clou de girofle constitue un puissant analgésique très utilisé dans le domaine dentaire, celle de la lavande officinale sert d'antiseptique en aromathérapie et dans certains usages médicaux, il en est de même pour l'arbre à thé.

Les huiles essentielles sont aussi très sollicitées dans les parfumeries et même dans la gastronomie pour leur arôme et parfois pour la saveur qu'elles peuvent apporter aux aliments. Ne vous étonnez donc pas de voir mentionner l'utilisation des arômes d'huiles essentielles dans les thés, les cafés, certains plats cuisinés ou dans les vins.

Dans le domaine de la cosmétique, elles servent à parfumer les produits tels que les shampoings, les savons, les crèmes et autres. Elles sont également présentes à une dose très modérée dans les produits de soins.

Les huiles essentielles sont partout, lessives ou détergents, même les produits ménagers ont recours à leur vertu aromatique et adoucissante. [4]

## **II.4. Huiles essentielles, comment les utiliser ?**

Bien qu'elles soient naturelles, les huiles essentielles peuvent être particulièrement agressives pour la peau. Il faut donc les utiliser avec une très grande précaution. L'application d'une l'huile essentielle pure sur la peau est à proscrire. Il en est de même pour les muqueuses et le contour des yeux.

### **Les bases**

L'idéale est donc de le diluer à l'aide d'un support comme l'huile végétale ou l'alcool avant de l'utiliser. Les huiles les plus fréquemment utilisées sont l'huile d'amande douce, l'huile de pépins de raisin, l'huile de noisette et l'huile de tournesol à condition qu'elle soit de bonne qualité. Attention, elles ne sont pas solubles dans l'eau ! Les huiles végétales permettent aussi naturellement d'agir contre la peau sèche.

Il existe des personnes qui ne supportent pas les allergènes pouvant être présentes dans certaines huiles essentielles comme le thym, il faut donc faire très attention et bien s'informer pour éviter toute action irritante ou allergisante. Vous pouvez faire un essai en appliquant une goutte d'huile diluée sur le pli du coude, attendez 24 heures,



en cas d'éventuelle réaction, il faut éviter de l'utiliser. Par ailleurs, une exposition au soleil après l'application d'une huile essentielle risque de faire apparaître des tâches pigmentées sur la peau. En effet, quelques huiles essentielles peuvent être photosensibilisantes et accroître la pénétration des U.V. C'est notamment le cas de celles qui sont extraites des Citrus et des agrumes.

Les huiles essentielles ne sont pas non plus conseillées aux femmes enceintes, aux enfants de moins de 3 ans et aux personnes âgées. [7]

### **II.5. Les huiles essentielles peuvent-elles traverser la peau ou les muqueuses ?**

Oui, les huiles essentielles appliquées sur la peau peuvent la traverser et entrer dans la circulation sanguine. Les HE passent dans la circulation sanguine en quelques minutes, ce qui en fait une médecine avec un effet souvent très rapide.

C'est notamment pour cela qu'il faut utiliser les HE avec prudence. Par exemple en cas de cystite, on conseille l'application en usage externe sur le bas ventre d'HE de tea tree (arbre à thé). Cette HE va traverser la peau puis passer dans la circulation sanguine et agir dans ce cas au niveau de la vessie et du système urinaire. En cas d'utilisation sous forme d'inhalation, les HE peuvent aussi rentrer dans le nez (ou la bouche) puis pénétrer dans les muqueuses et les poumons pour atteindre finalement la circulation sanguine. [6]

Pour une diffusion en inhalation ou dans les voies respiratoires supérieures, l'utilisation d'un diffuseur électrique d'huile essentielle est une excellente méthode.

### **II.6. Prise des huiles essentielles par voie orale**

La prise par voie orale ne devrait jamais se faire par absorption directe de l'HE, sauf exception médicale. En général on prend une HE en déposant quelques gouttes sur un sucre ou avec un peu d'huile comestible (ex. huile d'olive).

Il faut savoir qu'en France quelques huiles essentielles ne doivent être accessibles qu'en pharmacie à cause de leur toxicité. C'est le cas de l'absinthe, de l'armoise, du cèdre, de l'hysope, de la sauge officinale, de la tanaïs, du sassafras, du thuya, de la sabine, de la moutarde jonciforme, du chénopode vermifuge et de la rue.

Bon à savoir en usage médicinal il faut toujours acheter des huiles essentielles d'origine 100% naturelle et avec si possible un label de qualité (ex. HECT). La plupart du temps, les HE vendues en pharmacie présentent une excellente qualité et sont à privilégier par rapport à la vente sur Internet (sauf quelques sites de très bonne qualité, favorisez si possible un site basé en France avec une adresse clairement identifiée). [6]

### **II.7. Le procédé de fabrication des huiles essentielles est-il important ?**

C'est même capital. On entend par procédé de fabrication à la fois les procédures de sélection des plantes utilisées ainsi que les méthodes à proprement parler de production.

La qualité de la matière première est absolument déterminante pour la qualité de l'huile essentielle finale. La période de culture, la localité, les modes de cultures, sont autant de critères très précis qui forment le cahier des charges à respecter pour obtenir des huiles essentielles de bonne qualité. Comme dit plus haut il faut une quantité très importante de plante pour tirer un petit volume d'huile essentielle. La concentration en actif doit donc être maximale.



Les méthodes de production sont également très importantes car une fois cultivées, le stockage des plantes, leurs modes de transport et de conservation jusqu'au lieu de transformation et la minutie des protocoles d'extraction sont autant de facteurs qui peuvent, s'ils ne sont pas bien respectés, significativement gâcher la qualité d'une huile essentielle, quand bien même celle-ci proviendrait de plantes de haute qualité.

C'est cette exigence de matière première de qualité et de procédé de fabrication et de conservation poussé qui peut parfois expliquer des différences de prix assez importantes entre des huiles essentielles commercialisées en parapharmacie, par des laboratoires avec des chartes de qualité très poussées (et donc plus coûteuses) et des huiles essentielles des mêmes plantes vendues dans d'autres circuits de distribution à prix bas.

Si vous souhaitez utiliser les huiles essentielles dans une perspective de soins et agir sur certains troubles, il faut vous tourner vers des huiles essentielles élaborées en respect de ces normes de qualité. Si vous recherchez uniquement un « parfum d'ambiance » ou à relever un plat, vous pouvez vous tourner vers d'autres marques, en prenant soin tout de même à bien lire les instructions d'utilisation. [6]

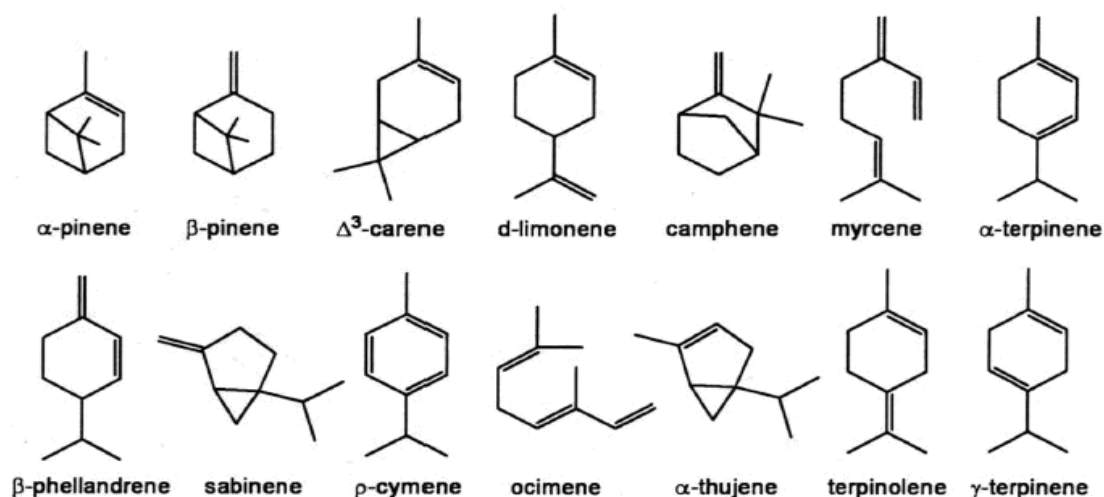
## II.8. Composition Chimique des Huiles Essentielles

Dans les plantes, les huiles essentielles n'existent quasiment que chez les végétaux supérieurs. Elles sont produites dans le cytoplasme des cellules sécrétrices et s'accumulent en général dans des cellules glandulaires spécialisées, situées en surface de la cellule et recouvertes d'une cuticule. Elles peuvent être stockées dans divers organes : fleurs, feuilles, écorces, bois, racines, rhizomes, fruits ou graines.

Les huiles essentielles sont constituées principalement de deux groupes de composés odorants distincts selon la voie métabolique empruntée ou utilisée. Il s'agit des terpènes (mono et sesquiterpènes), prépondérants dans la plupart des essences, et des composés aromatiques dérivés du phénylpropane. [6]

### II.8.1. Les monoterpènes :

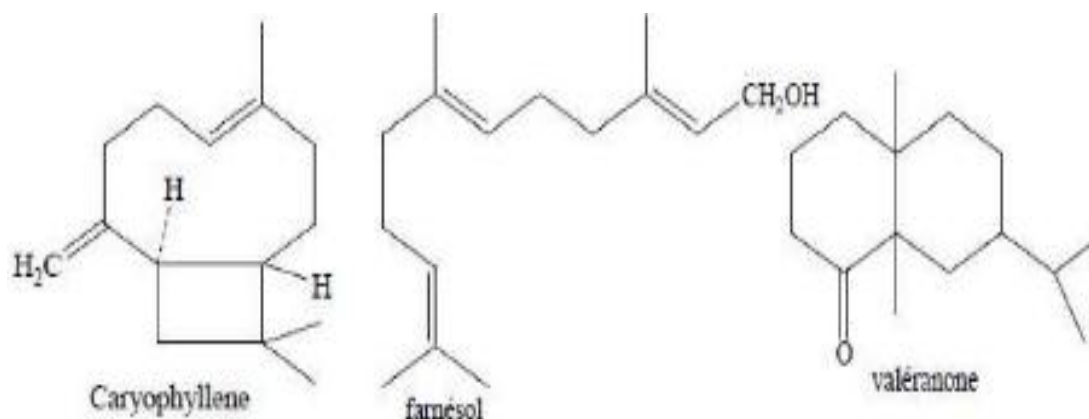
Les monoterpènes sont les plus simples constituants des terpènes dont la majorité est rencontrée dans les huiles essentielles (90%).<sup>17</sup> Ils comportent deux unités isoprène ( $C_5H_8$ ), selon le mode de couplage « tête-queue ». Ils peuvent être acycliques, monocycliques ou bicycliques. A ces terpènes se rattachent un certain nombre de produits naturels à fonctions chimiques spéciales. [6]



### II.8.2. Les sesquiterpènes

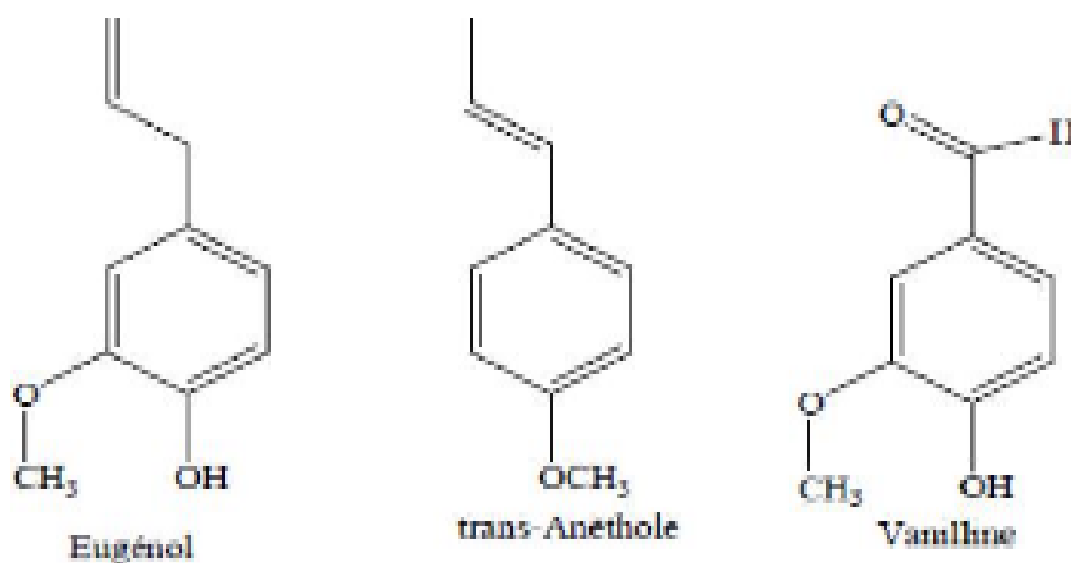
Ce sont des dérivés d'hydrocarbures en  $C_{15}H_{22}$  (assemblage de trois unités isoprènes).

Il s'agit de la classe la plus diversifiée des terpènes qui se divisent en plusieurs catégories structurales, acycliques, monocycliques, bicycliques, tricycliques, polycycliques. Ils se trouvent sous forme d'hydrocarbures ou sous forme d'hydrocarbures oxygénés comme les alcools, les cétones, les aldéhydes, les acides et les lactones dans la nature. [6]



### II.8.3. Les composés aromatiques

Une autre classe de composés volatils fréquemment rencontrés est celle des composés aromatiques dérivés du phénylpropane. Cette classe comporte des composés odorants bien connus comme la vanilline, l'eugénol, l'anéthol, l'estragole et bien d'autres. Ils sont davantage fréquents dans les huiles essentielles d'Apiécée (persil, anis, fenouil, etc.) et sont caractéristiques de celles du clou de girofle, de la vanille, de la cannelle, du basilic, de l'estragon, etc. [6]



## II.9. Biosynthèse des terpènes

Biogénétiquement, le précurseur universel de tous les terpènes est l'acide mévalonique, obtenu après condensation enzymatique de trois molécules d'acides acétiques. Sa phosphorylation suivie d'une décarboxylation aboutit à l'unité isoprénique de base : le pyrophosphate d'isopentène-3-yle (PPI-3) qui en s'isomérisant donne pyrophosphate d'isopentène-2-yle (PPI-2). Sa propriété d'être un agent d'alkylation électrophile lui permet de fixer des unités (PPI-3) donnant une combinaison qui est à l'origine selon le nombre d'unités isopréniques fixées des intermédiaires biosynthétiques suivant : [7]

- Géranylpyrophosphate (C-10) : donne naissance aux monoterpènes
- Farnésylpyrophosphate (C-15) : aboutit aux sesquiterpènes
- Géranylgéranylpyrophosphate (C-20) conduit aux diterpènes

## II.10. Utilisation des huiles essentielles

Ces produits naturels présentent un grand intérêt comme matière première destinée à différents secteurs d'activité tels que: [8]

### II.10.1. En pharmacie

Les HE peuvent être utilisés comme:

- L'aromatization des médicaments destinés à la voie orale.
- Pour leurs actions physiologiques (Menthes, Verveine, Camomille).

### II. 10.2. Dans l'industrie

#### Parfumerie et cosmétologie

De nombreux parfums sont toujours d'origine naturelle et certaines HE constituent des bases des parfums.

Exemples: Rose, Jasmine, Vétiver, Ylang-ylang, etc....

### II.11. Alimentation

Les HE (huile de citron, de menthe, de girofle) sont très utilisées dans l'aromatization des aliments (jus de fruits, pâtisserie).

Quel que soit le secteur d'activité, l'analyse des HE reste une étape importante qui, malgré les progrès constants des différentes techniques de séparation et d'identification, demeure toujours une opération délicate nécessitant la mise en œuvre simultanée ou successive de diverses techniques.

### II.12. Solubilité dans les solvants organiques

Les huiles essentielles Solubles dans les solvants organiques usuels, elles sont liposolubles. Entraînables à la vapeur d'eau, elles sont très peu solubles dans l'eau. [8]

### II.13. Colorants

Le  $\beta$ -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. [8]

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 retenus par les produits adsorbant utilisés pour décolorer les huiles. [8]

#### **II.14.Facteurs intervenant dans la qualité des huiles essentielles**

Les facteurs prédominants dans la qualité des huiles essentielles peuvent avoir deux types d'origines:

- Technologique.
- Naturel.

De profondes modifications de l'huile essentielle peuvent intervenir lors de l'exploitation des végétaux depuis leur collecte jusqu'à leur transformation industrielle.

Le mode de récolte, les conditions de transport, séchage et de stockage peuvent générer des dégradations enzymatiques. Les changements les plus importants interviennent pendant l'hydrodistillation sous l'influence des conditions opératoires, notamment du milieu (l'acidité, température) et de la durée d'extraction. D'autres facteurs tels que les traitements auxquels on peut procéder avant ou pendant l'hydrodistillation (broyage, dilacération, dégradation chimique ou enzymatique, pression, agitation) contribuent à la variation du rendement et de la qualité de l'huile essentielle.

Au cours de l'hydrodistillation, le milieu aqueux résultant de l'immersion du matériel végétal atteint des pH compris entre 4 et 7 et occasionnellement, des valeurs inférieures à 4 pour certains fruits. Les constituants de l'essence native sont soumis aux effets combinés de l'acidité et de la chaleur, et peuvent subir des modifications chimiques. L'huile essentielle récupérée est un produit qui diffère sensiblement de l'essence originelle, d'autant plus que l'ébullition est longue, et le pH est faible.

La matière végétale est l'objet de réactions chimiques diverses : hydrolyses, déprotonations, hydratations et cyclisations, pouvant être catalysées par des métaux présents à l'état de trace dans la plante ou provenant des équipements de récolte et d'extraction provoquant des transformations chimiques des constituants. L'hydrolyse d'esters est souvent la première réaction qui se produit. Elle conduit à la formation d'acides organiques qui, à leur tour, catalysent les réactions de cyclisation et de déshydratation. [5]

### III. Méthodes d'extraction

#### III.1. Hydrodistillation

Il s'agit de la méthode la plus simple et de ce fait la plus anciennement utilisée. Le principe de l'hydrodistillation correspond à une distillation hétérogène qui met en jeu l'application de deux lois physiques (loi de Dalton et loi de Raoult). Le procédé consiste à immerger la matière première végétale dans un ballon lors d'une extraction au laboratoire ou dans un alambic industriel rempli d'eau placé sur une source de chaleur. Le tout est ensuite porté à l'ébullition. La chaleur permet l'éclatement des cellules végétales et la libération des molécules odorantes qui y sont contenues. Ces molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau, un mélange azéotrope. Les vapeurs sont condensées dans un réfrigérant et les huiles essentielles se séparent de l'eau par différence de densité. Au laboratoire, le système équipé d'une cohobe généralement utilisé pour l'extraction des huiles essentielles est le CI vengé



**Figure 1. Hydrodistillation**

Les eaux aromatiques ainsi prélevées sont ensuite recyclées dans l'hydrodistillateur afin de maintenir le rapport plante/eau à son niveau initial.

La durée d'une hydro distillation peut considérablement varier, pouvant atteindre plusieurs heures selon le matériel utilisé et la matière végétale à traiter. La durée de la

distillation influe non seulement sur le rendement mais également sur la composition de l'extrait.

### III.2. Entraînement à la vapeur d'eau

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des huiles essentielles. A la différence de l'hydrodistillation, cette technique ne met pas en contact direct de l'eau et la matière végétale à traiter. De la vapeur 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 : essentielle. L'absence de contact direct entre et la matière végétale, puis entre et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de.

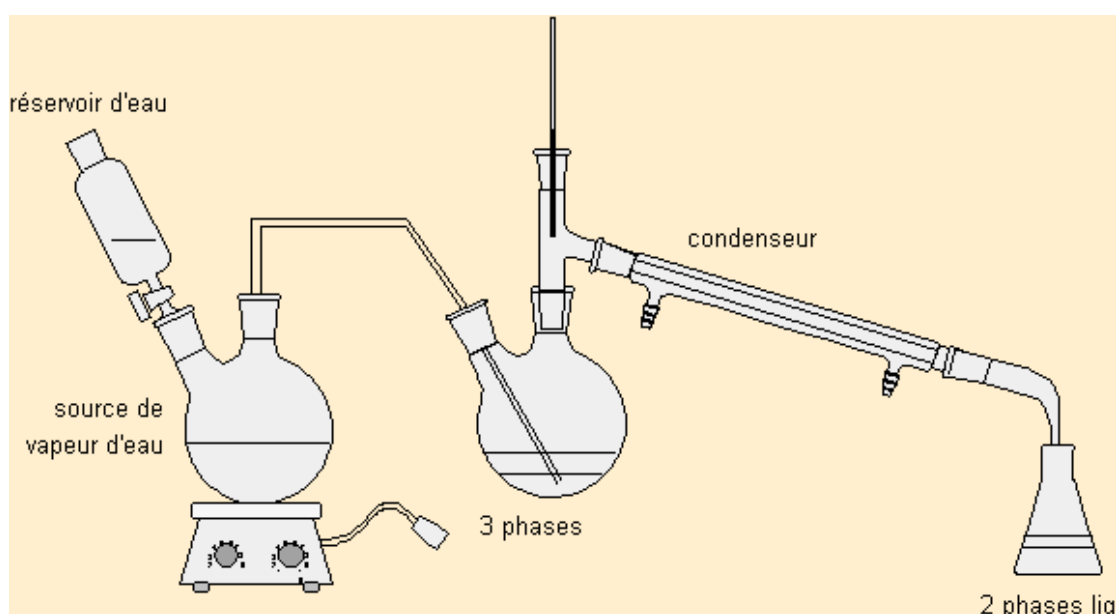


Figure 2. Entraînement à la vapeur d'eau

### III.3. Extraction par du CO<sub>2</sub> supercritique :

La technique est fondée sur la solubilité des constituants dans le dioxyde de carbone à l'état super-critique. Grâce à cette propriété, le dioxyde de carbone permet l'extraction dans le domaine liquide (supercritique) et la séparation dans le domaine gazeux. Le dioxyde de carbone est liquéfié par refroidissement et comprimé à la pression d'extraction choisie. Il est ensuite injecté dans l'extracteur contenant le matériel végétal, puis le liquide se détend pour se convertir à gazeux pour être conduit vers un séparateur où il sera séparé en extrait et en solvant.

L'avantage de cette méthode est la possibilité d'éliminer et de recycler le solvant par simple compression détente. De plus les températures sont basses dans le cas de dioxyde de carbone et non agressives pour les constituants les plus fragiles. Cette technique est utilisable pour les essences difficilement distillables.

### III.4.Extraction assistée par micro-onde :

Cette technique a été développée au cours des dernières décennies à des fins analytiques. Le procédé consiste à irradier par micro-ondes de la matière végétale broyée en présence d'un solvant absorbant fortement les micro-ondes (le méthanol) pour l'extraction de composés polaires ou bien en présence d'un solvant n'absorbant pas les micro-ondes (hexane) pour l'extraction de composés apolaires. L'ensemble est chauffé sans jamais atteindre l'ébullition durant de courtes périodes entrecoupées par des étapes de refroidissement.

L'avantage essentiel de ce procédé est de réduire considérablement la durée de distillation et d'obtenir un bon rendement d'extrait.

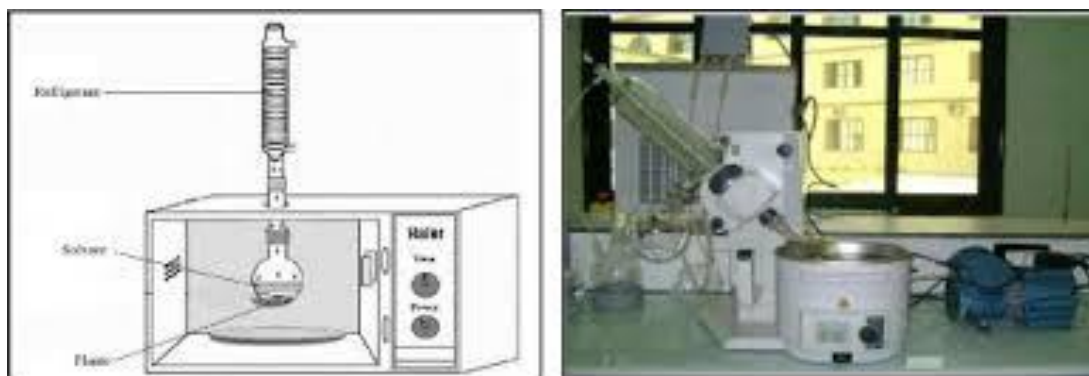


Figure 3. Extraction assistée par micro-onde

### III.5.Extractions au Soxhlet

L'extracteur soxhlet est un ingénieux dispositif en verre permettant l'extraction d'une substance.

Il est principalement utilisé dans la préparation d'échantillons avant analyse, dans la détermination de matières grasses dans les eaux, de détergents...

#### III.5.1.Fonctionnement d'un Soxhlet

Un ensemble Soxhlet est constitué d'un ballon, d'un réfrigérant et d'un extracteur. Ce dernier présente un système de tube permettant la vidange du réservoir dont le volume varie d'un modèle à l'autre. Le système doit être complété à l'aide d'une cartouche en cellulose, placée dans le réservoir, destinée à recevoir le composé à extraire

#### III.5.2.Utilisation

Placer le produit dont on souhaite extraire un de ses substances constitutives dans la cartouche de cellulose, puis dans le réservoir de Soxhlet. Remplir le ballon avec une quantité suffisante de solvant (prendre en compte la quantité qui sera piégée dans le réservoir en cours de manipulation) et surmonter l'extracteur d'un réfrigérant. A l'aide d'un chauffe ballon, porter le solvant à ébullition. Celui-ci passe par la tubulure 1 et est condensé par le réfrigérant. Il tombe alors dans le réservoir contenant la cartouche et solubilise la substance à extraire. Le réservoir se remplit. Dès que le niveau de solvant est à hauteur du coude 2, le réservoir se vidange automatiquement. Le solvant et la substance à extraire sont entraînés dans le ballon. Pour réaliser une extraction correcte d'une substance, on réalise généralement plusieurs cycles tels que décrit précédemment.



### III.5.3. Intérêt et inconvénients de l'extraction au Soxhlet

Son utilisation permet d'utiliser des petites quantités de solvants ce qui est avantageux. Par ailleurs, le solvant qui se condense est toujours pur. La solubilisation de la substance est donc favorisée grâce à des meilleurs coefficients de partage. Il présente cependant quelques inconvénients : les extractions sont assez longues (d'où l'existence de matériel multi-postes) et il n'y a pas de possibilité de travailler à froid, ce qui peut être gênant avec des substances sensibles à la chaleur. Pour information, il existe sur le marché d'autres types d'extracteur : Randall, Fibertest... et l'extraction SPE est de plus en plus utilisée.

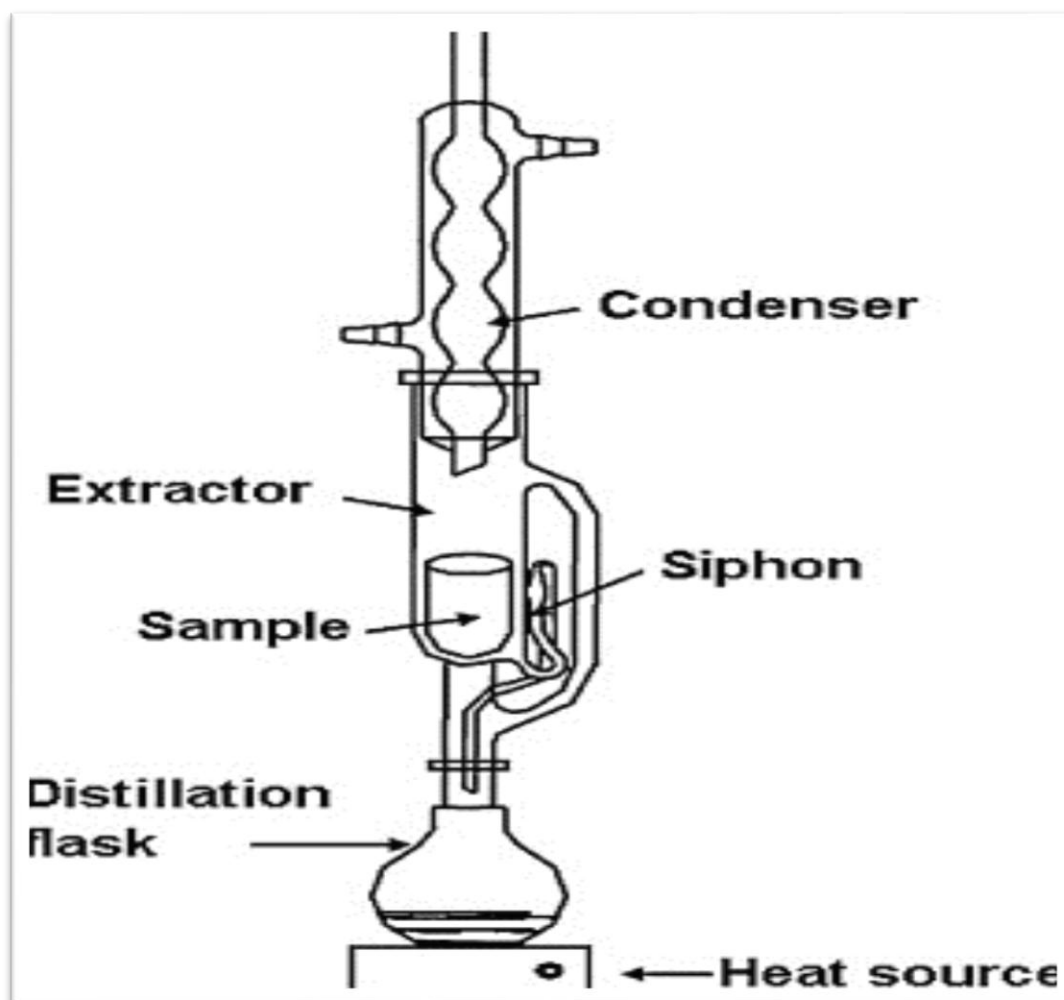


Figure 4. Extracteur de soxlhet



**Tableau I.1 :** Les avantages et les inconvénients des différentes méthodes d'extraction

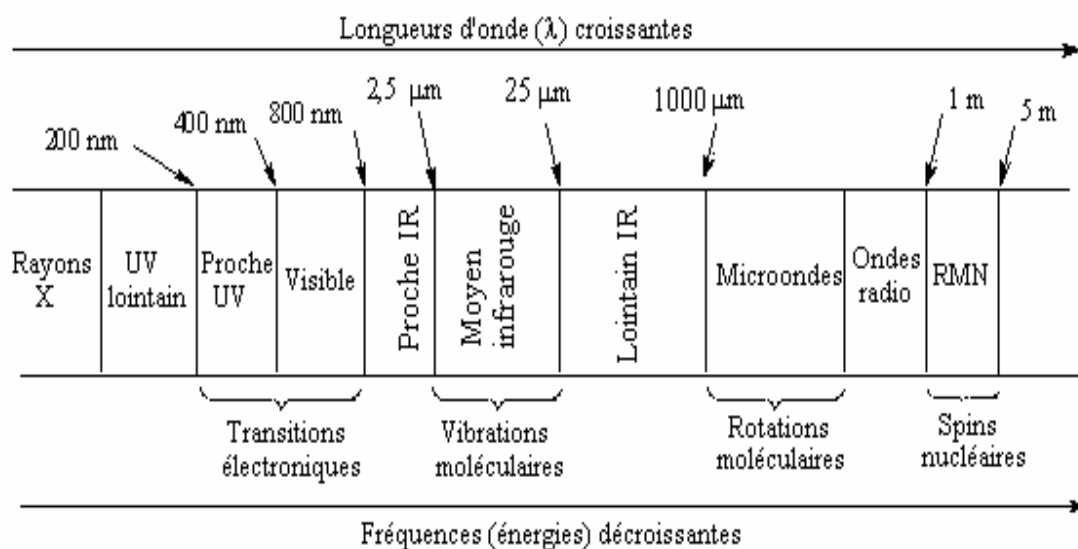
<b>Méthodes</b>	<b>Avantages</b>	<b>Inconvénients</b>
<b>L'hydrodistillation</b>	-Rendement plus grand.	-le temps d'extraction plus long. -Plus grand quantité d'eau. -Hydrolyse des composés non saturé. -pertes de quelques composés volatils.
<b>L'entraînement à la vapeur d'eau</b>	-Rendement acceptable. -Pas des réactions d'hydrolyse.	-
<b>L'extraction par micro-onde</b>	-moins d'énergie. -plus effectives que les composés oxygénés. -le temps d'extraction est très court.	-
<b>Extraction au Soxhlet</b>	-Rendement plus important par rapport aux autres méthodes.	-grand volume de solvant. -long temps de l'opération a exigé (plusieurs heures). -reste des solvants toxique dans l'extrait. -dégradation les composés non saturé.

# Chapitre II

## IV. Spectroscopie Infrarouge

### IV.1. Définition

Le rayonnement infrarouge (IR) fut découvert en 1800 par Frédéric Wilhelm Hershel. Ces radiations localisées au-delà des longueurs d'onde dans le rouge, sont situées entre la région du spectre visible et des ondes hertziennes. Le domaine infrarouge s'étend de 0,8  $\mu\text{m}$  à 1000  $\mu\text{m}$ . Il est arbitrairement divisé en 3 catégories, le proche infrarouge (0,8 à 2,5  $\mu\text{m}$  soit 12500-4000  $\text{cm}^{-1}$ ), le moyen infrarouge (2,5 à 25  $\mu\text{m}$  soit 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ ) et le lointain infrarouge (25 à 1000  $\mu\text{m}$  soit 400-10  $\text{cm}^{-1}$ ). [9]



**Figure 5 : Domaines de l'IR dans le spectre électromagnétique**

Les radiations infrarouges traversent facilement l'atmosphère, même brumeuse. On utilise cette propriété en photographie aérienne, pour prendre des vues panoramiques par temps couvert. L'infrarouge sert aussi au chauffage domestique ou industriel et au séchage des vernis et peintures, du bois, des cuirs, des papiers et pellicules photographiques, à la déshydratation des fruits et légumes. L'une des applications militaires les plus importantes concerne l'autoguidage par infrarouge des missiles. L'infrarouge peut aussi servir pour les appareils de visée nocturne. En thérapie, les rayons infrarouges activent les processus cellulaires, en particulier la cicatrisation.

Dès 1924, on s'est aperçu que l'énergie du rayonnement infrarouge moyen coïncidait avec celle des mouvements internes de la molécule. Ainsi, la relation entre l'absorption d'un rayonnement IR par une molécule et sa structure moléculaire est mise en évidence. Même si les régions du proche IR et du lointain IR ont suscité un certain intérêt, l'utilisation de la spectroscopie moyenne IR reste la plus adaptée pour l'élucidation de la composition moléculaire d'un composé.

Les spectromètres IR sont construits à partir d'éléments principaux, avec quelques différences au niveau des matériaux utilisés ou de leur montage selon le domaine de l'IR exploité et selon le type d'interaction entre la matière et le rayonnement. [10]

## IV.2.Types de spectromètres

Il existe deux grands types d'appareils. Leurs différences résident essentiellement dans le système de sélecteurs de longueurs d'onde.

### IV.2.1.Spectromètres dispersifs

Les premiers spectromètres infrarouges sont de type dispersif. Ces appareils sont conçus selon le schéma de principe représenté sur la figure 6

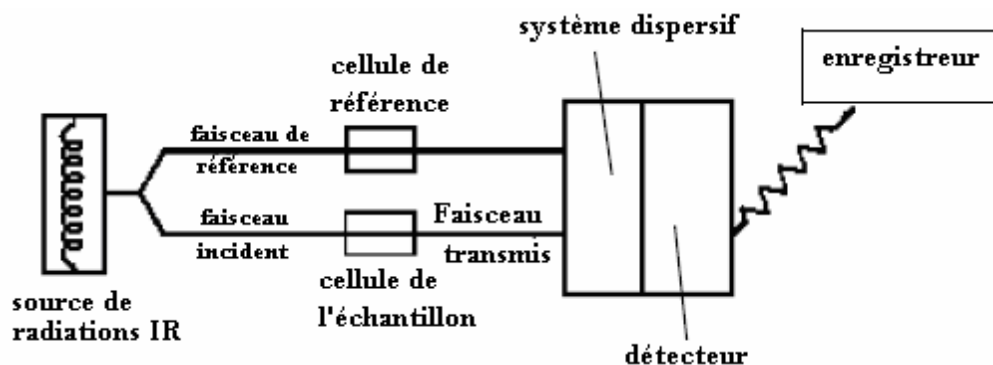


Figure 6 : Schéma de principe d'un spectromètre IR dispersif

Ces instruments séparent les fréquences de l'énergie émise à partir de la source infrarouge à l'aide d'un prisme (en chlorure de sodium utilisable jusqu'à 650  $\text{cm}^{-1}$  ou en bromure de potassium utilisable jusqu'à 400  $\text{cm}^{-1}$ ) ou de réseaux, éléments dispersifs plus efficaces (bloc de silice sur lequel on a gravé des traits, métallique en surface).

Le détecteur mesure la quantité d'énergie pour chaque fréquence qui passe à travers l'échantillon. Il en résulte un spectre qui est le tracé de l'intensité en fonction du nombre d'onde  $I = f(\nu)$ . Les détecteurs utilisés antérieurement étaient de type thermique (thermocouples). [11]

### IV.2.2.Spectromètres à transformée de Fourier (FT-IR) (non dispersifs)

Les spectromètres FT-IR ont été développés pour apporter une réponse aux limitations des spectromètres dispersifs. La difficulté principale à résoudre était celle de la lenteur de l'acquisition. Il était indispensable d'imaginer un dispositif mesurant toutes les fréquences simultanément. Ce dispositif est l'interféromètre.

#### Fonctionnement du spectromètre FT-IR

Un spectromètre FT-IR comporte essentiellement cinq parties (Figure 7) :

- Une source lumineuse
- Un dispositif permettant de générer les interférences : l'interféromètre (voir description ci-après).
- Un compartiment échantillon qui permet d'accueillir plusieurs types d'accessoires (porte-échantillon) dépendant du mode de mesures utilisé (réflexion ou transmission).
- Un détecteur ou capteur photosensible : le spectromètre FT-IR peut comporter un ou plusieurs détecteurs, pouvant être de type
  - pyroélectrique (générant un courant proportionnel au différentiel de température entre les 2 faces du détecteur) comme les détecteurs DTGS (Deuterated Tri-glycine Sulfate),

- photoélectrique (générant une différence de potentiel par l'absorption de photons) comme les détecteurs MCT (Mercure Cadmium Tellure) qui sont constitués d'un monocristal en alliage de mercure-cadmium-tellure déposé sur un support inerte.

- Enfin, le convertisseur analogique numérique qui interroge le détecteur à des intervalles réguliers et transforme le signal analogique en un signal numérique manipulable par le système informatique.

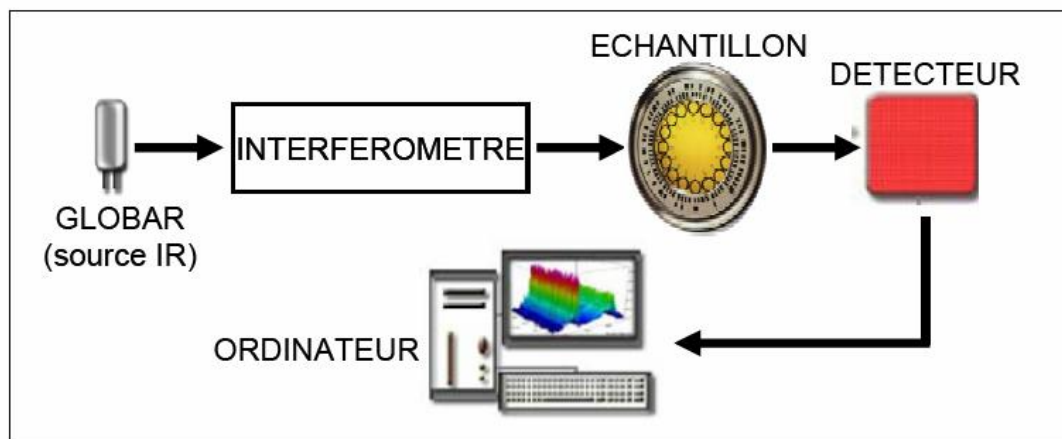


Figure 7 : Schéma de principe d'un spectromètre FT-IR

#### IV.2.3. Réflexion totale atténuée (ATR)

La réflexion totale atténuée est communément appelée ATR (Attenuated Total Reflection). Le principe de l'ATR est détaillé sur la figure 4

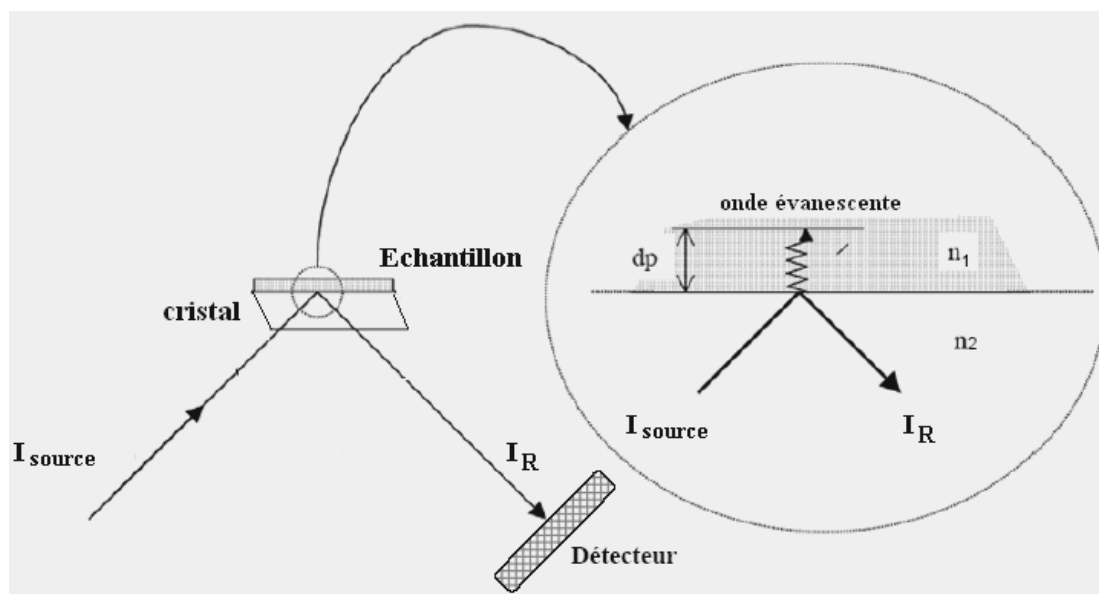


Figure 8: Principe de la réflexion totale atténuée (ATR)

Le principe des dispositifs ATR est de faire subir au faisceau optique plusieurs réflexions à l'interface entre l'échantillon et un cristal parallélépipédique (25x10x2 mm), transparent en IR mais d'indice de réfraction  $n_2$  élevé (ZnSe, TlBr, AgCl, diamant...) et dans la plupart des cas, supérieur à celui de l'échantillon ( $n_1$ ). En première approximation, d'après la loi de Descartes, le faisceau IR initial d'intensité  $I(\text{source})$  traverse le cristal et subit une réflexion totale à l'interface cristal-échantillon puis est dirigé vers le détecteur. En réalité, le phénomène est perturbé par l'existence d'une onde progressive appelée évanescente. Celle-ci pénètre de

quelques micromètres dans l'échantillon se trouvant en contact direct avec le cristal et peut être absorbée : une partie de l'énergie est retenue et la réflexion totale est atténuée.

L'intensité de la lumière réfléchie IR est mesurée par un détecteur de réflexion. On appelle  $I_0$  l'intensité réfléchie par un matériau non absorbant pris comme référence. La réflectance R est  $R=IR/I_0$ . % R : Pourcentage de réflexion.

En pratique, de multiples réflexions internes sont utilisées pour amplifier l'intensité d'absorption. [11]

#### **IV.2.4.Système de traitement des données**

Les spectromètres sont connectés à des micro-ordinateurs qui ont pour rôle de piloter l'appareil et de permettre le stockage, la gestion et l'analyse statistique des données Spectrales. [12]

#### **IV.2.5.Matériaux des cellules de mesure et échantillonnage**

Les fenêtres et cellules de mesure sont classiquement en verre, quartz ou saphir, mais il existe également des éléments en  $\text{CaF}_2$  pour la spectroscopie PIR-TF. Les analyses PIR ne nécessitent pas de préparation d'échantillon. L'ATR monoréflexion est destinée aux échantillons très absorbants, aux petits échantillons, aux liquides, semisolides, films et poudres fines, tandis que l'ATR multiréflexion est destinée aux liquides, gels, pâtes et films de polymères. [12]

#### **IV.2.6.Applications**

L'utilisation de cette technique s'est largement répandue dans un grand nombre d'industries donnant lieu à des applications analytiques très diverses : industrie agroalimentaire, industrie pharmaceutique, domaines des matériaux (polymères...), industrie pétrolière, industrie textile... [12]

## IV. Spectrophotomètre UV-Visible

### IV.1. Définition

Le domaine spectral concerné est subdivisé en trois plages appelées proche UV, visible et très proche IR (185-400 ; 400-800 ; 800-1100 nm ; Fig. 1). La plupart des spectrophotomètres commerciaux recouvrent la gamme allant de 190 à 950 nm. L'absorption des rayonnements par les molécules dans cette gamme de longueur d'onde est due au passage du niveau fondamental à un niveau excité sous l'effet du rayonnement ; plus précisément au passage d'un électron d'un niveau électronique à un autre niveau électronique d'énergie supérieure. Le document de base fourni par les spectrophotomètres, appelé spectre, correspond au tracé des variations de l'absorbance en fonction de la longueur d'onde des photons incidents.

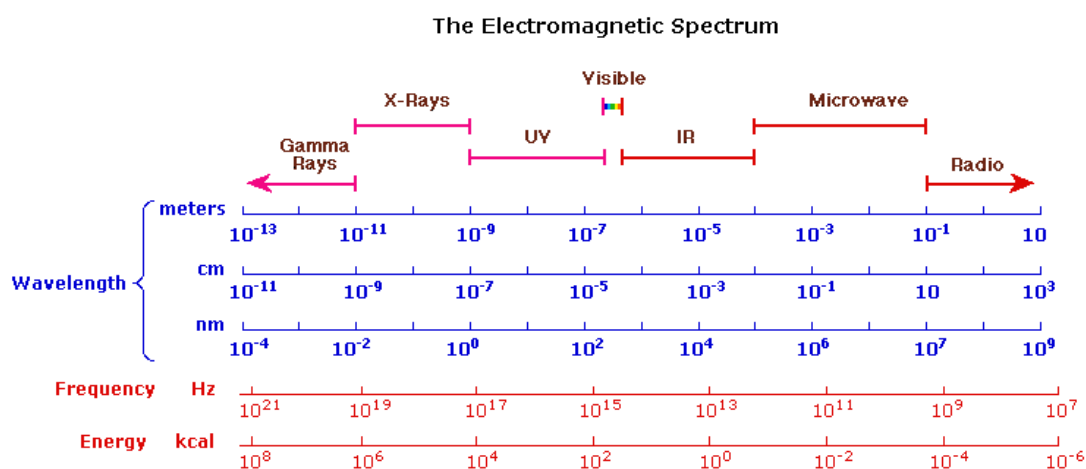


Figure 9. Le spectre électromagnétique

L'énergie totale d'une molécule est la somme d'une énergie électronique notée  $E_{\text{elec}}$ , caractéristique des orbitales moléculaires construites à partir des orbitales atomiques des atomes qui constituent la molécule, d'une énergie de vibration notée  $E_{\text{vib}}$  et d'une énergie de rotation notée  $E_{\text{rot}}$ . [13]

### IV.2. Les spectres dans l'UV / visible

Les spectres dans l'UV / visible donnent la transmittance ou l'absorbance de l'échantillon analysé en fonction de la longueur d'onde du rayonnement ou parfois du nombre d'onde, son inverse. La transmittance, notée  $T$ , est donnée par :

$$T = I/I_0 \dots \dots \dots (1)$$

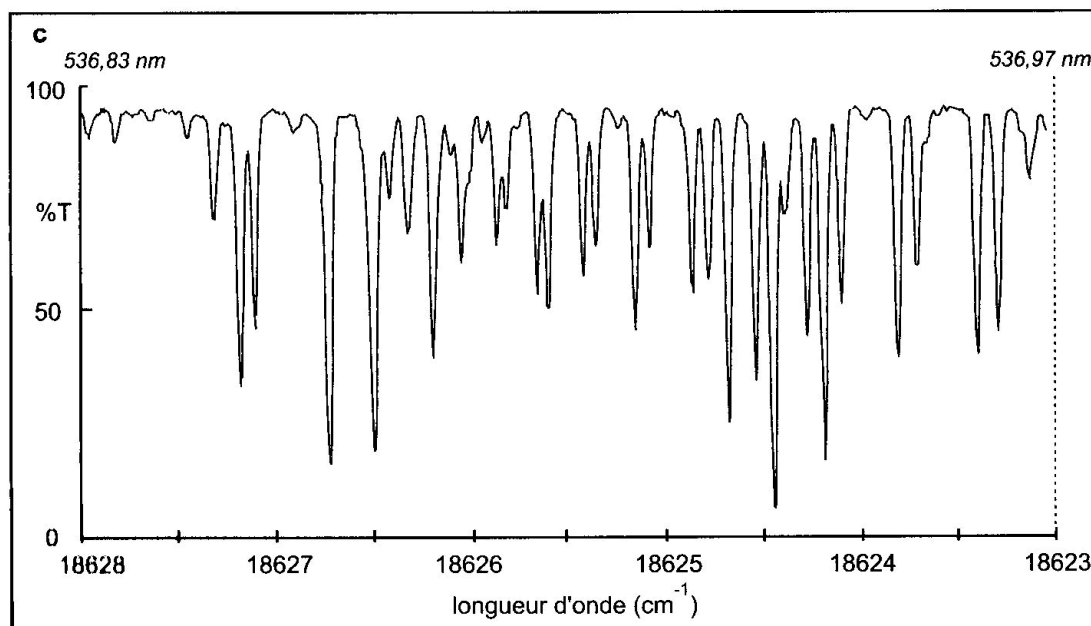
où  $I_0$  est l'intensité incidente et  $I$ , l'intensité transmise. L'absorbance est définie par :

$$A = -\log(T) \dots \dots \dots (2)$$

Cette dernière grandeur est très utile en analyse quantitative par application de la loi de Beer-Lambert que nous verrons plus loin. Plus un composé est absorbant, plus la transmittance est faible et plus l'absorbance est élevée.

Lorsqu'on étudie un composé à l'état gazeux, sous faible pression et pour peu que ce composé ait une structure simple, on obtient un spectre de raie ayant une structure fine.

Chacune des transitions permises au regard des règles de sélection donne lieu à un pic parfaitement défini. C'est le cas des vapeurs d'iode dont une partie du spectre est représenté sur la figure 10. [14]



**Figure 10. Partie du spectre d'une vapeur d'iode**

#### IV.3.L'absorption

L'absorption dans le domaine UV / visible est due au passage d'un niveau électronique à un autre d'énergie supérieure avec changement des niveaux de vibration et de rotation ; au cours de ce processus, un électron passe d'une orbitale moléculaire à une autre d'énergie supérieure. Nous allons dans un premier temps ne considérer que les composés de la chimie organique. Seules les orbitales moléculaires construites à partir d'orbitales atomiques *s* et *p* sont à prendre en compte.

#### IV.4.Le matériel

Il existe dans le commerce différents modèles de spectrophotomètres.

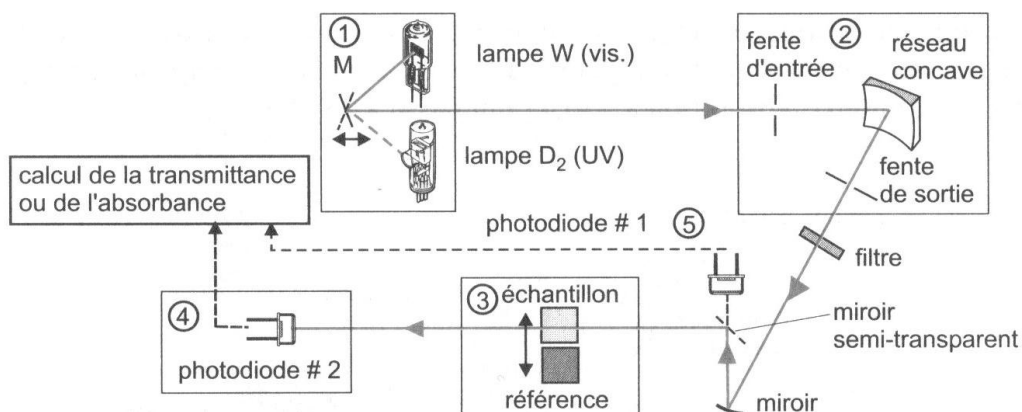
Tout d'abord les spectrophotomètres de type monofaisceau dont un schéma de principe est représenté sur la figure 11. Il y a deux possibilités selon que l'on travaille en faisceau monochromatique ou non.

Source lumineuse ==> Echantillon ==> Système dispersif ==> détecteur polychromatique

Il y a, dans ce cas, acquisition instantanée de l'ensemble du spectre. Le système dispersif peut être un prisme et le détecteur une barrette de photodiodes. Source lumineuse ==> Monochromateur ==> Echantillon ==> détecteur

On acquiert le spectre en effectuant un balayage en longueur d'onde à l'aide du réseau monochromateur. C'est ce type de spectrophotomètre que vous utilisez en TP, série CATS ou SPECTRO, et plus particulièrement. [15]





**Figure 11. Représentation schématique d'un spectrophotomètre de type monofaisceau à monochromateur**

## IV.5.Applications

### IV.5.1.Analyse qualitative

Groupements chromophores ayant une structure électronique susceptible, par absorption de rayonnement lumineux, de passer à des niveaux d'énergie excités.

En milieu organique, il s'agit principalement des molécules contenant :

- un ou plusieurs noyaux aromatiques ;
- des groupements C=O (aldéhydes ; cétones) ;
- des groupements N=O ;
- des groupements N=N.

Les doubles liaisons C=C uniques ont une absorption vers 180-200 nm et sont plus difficiles à observer. Mais dès que deux doubles liaisons sont conjuguées la bande d'absorption se déplace vers la plage 250-400 nm.

En analyse minérale, on caractérise aussi des ions, généralement en provoquant une absorbance très spécifique avec un réactif approprié.

La connaissance du spectre d'absorption dans ce domaine de longueur d'onde n'est pas suffisante pour déterminer la nature et la structure des composés. Tout d'abord un spectre ne présente généralement que peu de bandes et ces bandes, par leur seule position, ne sont pas caractéristiques ; des groupements chromophores différents peuvent très bien absorber la même longueur d'onde en raison des déplacements dus à leur environnement. [16]

### IV.5.2.Analyse quantitative

En revanche dès que le spectre d'une molécule (d'un groupement chromophore) ou d'un ion dans un complexe adapté est connu, il est tout à fait possible de faire de l'analyse quantitative. On applique alors la loi de Beer-Lambert :

$$A = Lce \dots\dots\dots(3)$$

A = absorbance, l = longueur du trajet optique dans la solution, c = concentration en espèce absorbante et e = coefficient d'absorption. L'absorbance est une grandeur sans

dimension donc si la longueur du trajet optique est exprimée en cm alors le produit de la concentration et du coefficient d'absorption doit être exprimé en  $\text{cm}^{-1}$ .

Si  $c$  est exprimée en  $\text{mol.L}^{-1}$  alors les unités de  $e$  sont des  $\text{L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$  :  $e$  est le coefficient d'absorption molaire.

Si  $c$  est exprimée en  $\text{g.L}^{-1}$  alors les unités de  $e$  sont des  $\text{L.g}^{-1}.\text{cm}^{-1}$  :  $e$  est le coefficient d'absorption massique. [17]

# Chapitre III

**Introduction**

On a fait l'extraction des composés polaire et apolaire de la plante Atriplex en utilisant les solvants méthanol pour l'extraction des composés polaire et l'hexane pour les composés apolaire, dans ce travail on a utilisé la méthode de Soxhlet pour extraire l'huile essentielle.

Pour but de caractériser l'huile essentielle, on a utilisé deux méthodes de caractérisation :

- La spectroscopie infrarouge
- La Spectrophotométrie UV-VISIBLE.

L'absorption de l'échantillon, qui varie suivant la longueur d'onde des radiations émises par la source, est représentée par les spectres obtenus.

### VI.1. La plante d'Atriplex :

Connu sous le nom de pourpier de mer, l'atriplex est l'un des arbustes les plus courants sur le littoral atlantique et la côte méditerranéenne. Résistant aux embruns et à la sécheresse, il forme des haies protectrices dans les jardins de bord de mer.

L'atriplex a plusieurs noms communs attribués indifféremment sur nos côtes : on l'appelle pourpier de mer, arroche marine ou arroche des sables.

Le beau feuillage argenté-bleuté de l'atriplex participe aux tonalités caractéristiques que l'on rencontre en bord de mer. Il s'accorde avec la couleur de la mer, et celle de l'azur des journées de beau temps autant que des ciels d'orage. C'est ce feuillage qui constitue son attrait visuel et décoratif. Il persiste toute l'année, peut parfois tomber en partie quand l'hiver est très rude mais il se redessine au printemps. L'atriplex est rustique jusqu'à -15 °C environ sur de courtes périodes.

Gros arbuste très touffu, l'atriplex casse la force du vent à travers ses tiges blanchâtres garnies de petites feuilles coriaces, et sert ainsi de brise-vent. Il monte naturellement entre 1,50 et 2 m de haut selon les espèces, mais accepte d'être taillé à la hauteur souhaitée pour s'intégrer à l'ornementation des jardins. Une floraison apparaît en début d'été, mais les fleurs minuscules passent inaperçues.

L'atriplex forme de belles haies, libres ou taillées. On les dispose autant en clôture qu'entre le jardin et le potager. Sa croissance est assez rapide. Dans un massif, on l'associe à d'autres arbustes et aux plantes vivaces de bord de mer. Certaines espèces comme *Atriplex cinerea* restent à des hauteurs moins importantes et s'intègrent donc plus facilement dans les massifs mixtes. Pour ce type d'utilisation ornementale, l'arbuste sera régulièrement taillé afin de lui donner une forme plus régulière.

Arbuste typique des zones sableuses sur les littoraux, l'atriplex est également utilisé pour la reconquête de certains milieux désertiques. Cet usage particulier est dû à grande résistance la sécheresse, et plus particulièrement en sols poreux et salés. La seconde qualité qui lui donne la primeur parmi d'autres plantes de reconquête a trait à sa valeur nutritive. Le feuillage comestible de l'atriplex est apprécié par les animaux autant que par les humains. Les oiseaux viennent d'ailleurs sur nos littoraux piquer les feuilles, et en zone sahélienne, le bétail trouve ainsi un complément alimentaire de choix dans l'arbuste. [19]

#### VI.1.2. Culture et entretien de l'atriplex

Arrosez le premier été pour aider l'arbuste à s'installer. Une fois qu'il a repris, il se débrouille seul et résiste très bien à la chaleur ainsi qu'aux périodes de sécheresse.

Une protection contre le froid le premier hiver peut s'avérer nécessaire, si le gel sévit. Cet arbuste de bord de mer de climat doux peut supporter jusqu'à -15 °C mais sur de courtes périodes, et les jeunes sujets sont moins résistants que les plus âgés.

L'atriplex ne demande pas d'autre entretien, en dehors d'un nettoyage du bois mort si besoin et, dans les compositions soignées, d'une taille pour égaliser la ramure et lui donner un aspect moins sauvage. [19]

## VI.2. Méthode utilisée

### Procédé d'extraction : soxhlet

Un extracteur Soxhlet est une pièce de verrerie utilisée en chimie analytique et en chimie organique qui permet de faire l'extraction continue par solvant d'un solide. Il se compose d'un corps en verre dans lequel est placée une cartouche en papier filtre épais, d'un tube siphon et d'un tube d'adduction. Le corps de l'extracteur est placé sur un ballon contenant le solvant d'extraction. Les résidus à extraire sont placés dans l'extracteur surmonté d'un réfrigérant.

Quand le ballon est chauffé, les vapeurs de solvants passent par le tube adducteur, se condensent dans le réfrigérant et retombent dans le corps de l'adducteur, faisant ainsi macérer les résidus dans le solvant. Le solvant condensé s'accumule dans l'extracteur jusqu'à atteindre le sommet du tube siphon, qui provoque alors le retour du liquide dans le ballon, accompagné des substances extraites. Le solvant contenu dans le ballon s'enrichit progressivement en composés solubles. La taille du corps en verre étant limitée, il peut être nécessaire de réaliser plusieurs extractions successives pour récupérer une quantité suffisante d'extraits.

L'extraction à chaud peut dégrader certaines substances chimiques. [18]

## VI.3. Matériel

Le montage est composé de :

- Un ballon contient 300 ml de solvant (méthanol ou hexane)
- Une cartouche en papier filtre épais dans lequel on introduit la matière végétale (Atriplex, m=66g)
- Un tube siphon
- Le réfrigérant dans lequel se condensent les vapeurs
- Chauffe ballon, pour chauffer le mélange
- Thermomètre pour contrôler la température
- La balance pour peser la matière végétale

Après une durée de 1h30 on obtient une solution d'huile essentielle + une quantité de solvant utilisée dans l'extraction, on fait la récupération de solvant par distillation simple.

## VI.4. Résultats et analyse

### VI.4.1. Résultats

**Tableau II.2** : Résultats de l'extraction des composés apolaires et polaires.

	Poids de la poudre en g	Poids de la concrète	Rendement %
Composés apolaire	66	8.35	12.65
Composés polaire		25.22	38.21

## VI.4.2. Analyse

### VI.4.2.1. La spectroscopie infrarouge

Les bandes les plus significatives révélées sur les spectres IR de l'huile essentielle étudiée sont rapportées sur les tableaux III et IV

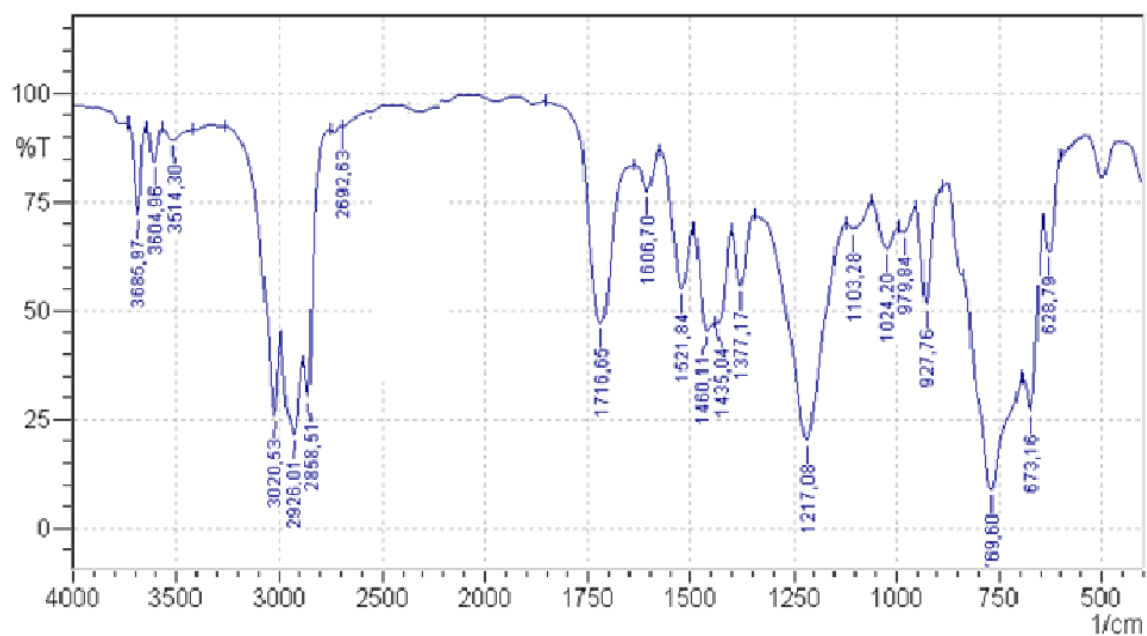


Figure 12 : Spectre infrarouge de l'extrait apolaire de la plante Atriplex

Tableau III.3 : les bandes caractéristiques du spectre de l'huile essentielle d'atriplex (apolaire) :

Fréquence (cm <sup>-1</sup> )	Groupelement correspondant	Type de vibration
2926	C-H alcane	élongation
3020	= C – C alcène	élongation
669	O-H alcool	Rotation
1217	C-O acide carboxylique	élongation
1716	C=O anhydride	Elongation symétrique
673	C-H Arène	Déformation en hors du plan
927	C-C= Halogénure d'acyle	élongation





### VI.4.2.2. La Spectrophotométrie UV-VISIBLE

**Tableau V.5.**Spectre UV-Visible de l'extrait apolaire de la plante Atriplex

$\lambda$	580	610	630	655
Abs	1.242	2.509	2.088	2.664

**Tableau VI.6.**Spectre UV-Visible de l'extrait polaire de la plante Atriplex

$\lambda$	390	665
Abs	3.00	0.265

#### Interprétation :

De point de vue vibrationnel, les deux huiles essentielles présentent différents groupements fonctionnels confinement aussi la différence dans la composition des deux huiles essentielles.

Cela est en accord avec les observations des données de la spectrophotométrie UV-Visible qui montre différents pics d'absorption en fonction de la longueur d'onde et de l'absorbance pour chaque huile essentielle.

La variété des pics d'absorption, signifie la présence de différentes molécules actives au niveau des extraits.

#### VI.5.Discussion

L'analyse des deux extraits, révèle que l'extrait issu de l'extraction par l'hexane est plus riche en molécules actives.

Conclusion  
générale

# Conclusion générale

Le présent travail avait pour objectif de différencier entre différents extraits par la IR et UV-Visible.

L'utilisation des deux méthodes spectroscopiques nous permet de dire que l'utilisation d'un solvant polaire ou apolaire dans l'extraction des huiles essentielles donne des extraits avec une composition chimique différentes ce qui leur confèrent diverses propriétés.

## Bibliographie

- [1] Enquête prospective au sein de la population consultant dans les cabinets de médecine générale sur l'île de la Réunion : à propos des plantes médicinales, utilisation, effets, innocuité et lien avec le médecin généraliste
- [2] <http://www.doctissimo.fr/html/dossiers/phytotherapie/articles/16260-plante-medicinale.htm>
- [3] [http://www.creapharma.ch/plante\\_medicinale.htm](http://www.creapharma.ch/plante_medicinale.htm)
- [4] HE = <http://www.creapharma.ch/huiles-essentielles.htm>
- [5] <http://www.trucsdebeaute.com/savez-vous-utiliser-les-huiles-essentielles> (intro)
- [6] Les cahiers pratiques d'aromathérapie selon l'école française. Vol.2 Dermatologie. D. Baudoux et A. Zhiri, Ed. Inspir 2006
- [7] Les cahiers pratiques d'aromathérapie selon l'école française. Vol.1 Pédiatrie. D. Baudoux, Ed. Inspir 2006
- [8] L'aromathérapie exactement, P. Franchomme, R. Jallois et D. Pénéol, Ed. Roger Jollois 2001
- [9] F. Rouessac, A. Rouessac « Analyse Chimique. Méthodes et Techniques Instrumentales Modernes. Cours et Exercices Résolus » 4ème Ed.; Dunod, Paris (1998).
- [10] <http://scdurca.univ-reims.fr/exl-doc/GED00000629.pdf>
- [11] <http://www.emse.fr/fr/transfert/spin/formation/ressources/sam96/fichierspdf/gener-al.pdf>
- [12] <http://nte-serveur.univ-lyon1.fr/spectroscopie/gbdocspedagogiques.html>
- [13] uv-visible = Analyse Chimique, Méthodes et techniques instrumentales modernes, 6ème édition F. Rouessac, A. Rouessac, D. Cruché ; Dunod, Paris (2004)
- [14] Chimie Analytique, 7ème édition
- [15] D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler; De Boek & Larcier, Paris & Bruxelles (1997)
- [16] Analyse chimique quantitative de Vogel, 6ème édition  
J. Mendham, R.C. Denney, J.D. Barnes, M.J.K. Thomas, De Boeck Université (2005)
- [17] Analytical Chemistry, Séamus P J Higson, Oxford University Press (2003)
- [18] extraction au soxhlet = <http://www.lachimie.fr/materiel/extraction.php>
- [19] <http://jardinage.comprendrechoisir.com/plante/voir/665/atriplex>

## Liste des figures

**Figure 1.** Hydrodistillation

**Figure 2.** Entraînement à la vapeur d'eau

**Figure 3.** Extraction assistée par micro-onde

**Figure 4.** Extracteur de Soxhlet

**Figure 5.** Domaines de l'IR dans le spectre électromagnétique

**Figure 6.** Schéma de principe d'un spectromètre IR dispersif

**Figure 7.** Schéma de principe d'un spectromètre FT-IR

**Figure 8.** Principe de la réflexion totale atténuée (ATR)

**Figure 9.** Le spectre électromagnétique

**Figure 10.** Partie du spectre d'une vapeur d'iode

**Figure 11.** Représentation schématique d'un spectrophotomètre de type monofaisceau à monochromateur

**Figure 12.** Spectre infrarouge de l'extrait apolaire de la plante Atriplex

**Figure 13.** Spectre infrarouge de l'extrait polaire de la plante Atriplex

## Liste des tableaux

**Tableau I.1** : Les avantages et les inconvénients des différentes méthodes d'extraction

**Tableau II.2** : Résultats de l'extraction des composés apolaires et polaires.

**Tableau III.3** : les bandes caractéristiques du spectre de l'huile essentielle d'atriplex (apolaire)

**Tableau IV.4** : les bandes caractéristiques du spectre de l'huile essentielle d'atriplex (polaire)

**Tableau V.5**.Spectre UV-Visible de l'extrait apolaire de la plante Atriplex

**Tableau VI.6**.Spectre UV-Visible de l'extrait polaire de la plante Atriplex