

N° d'ordre :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI-OUZOU
FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE

FILIERE : CHIMIE

MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : CHIMIE PHARMACEUTIQUE

THEME

**Extraction et caractérisation de l'effet saisons sur les caractéristiques
des huiles essentielles de *Mentha spicata* et *Thymus vulgaris*.**

Présenté par :

FERHAT OUIZA

MOUZAOUI GHANIA

Soutenu publiquement, le 18/07/2019, devant le Jury composé de :

M^{me} KLALECHE	<i>MCA</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Président</i>
M^{me} HADJEL	<i>MCA</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Encadreur</i>
M^{me} LOUNI	<i>MCA</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Examineur</i>
M^{elle} AISSAOUI	<i>Invite</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Co-encadreur</i>

Année universitaire : 2018/2019

**Avant tout, nous remercions Dieu, le tout puissant de nous avoir donné le
Courage, la patience et la volonté pour réaliser ce travail.**

اللهم لك الحمد لجلال وجهك وعظيم سلطتك.

**Ce travail a été réalisé au laboratoire pédagogique de biologie de recherche en
entomologie appliquée du département des sciences biologiques et des sciences
agronomiques.**

À

L'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou sous la direction de madame HADJEL

Nous exprimons nos respectueux remerciements et notre sincère gratitude

À notre promotrice madame HADJEL et notre Co-promotrice M^{elle}

**AISSAOUI, pour nous avoir proposées ce thème, nous avoir guidées tout
Au long de ce travail, pour leur compétence, leur gentillesse, leur patience et
Leurs conseils précieux qui ont permis d'accomplir à bon terme cette étude.**

**Nous remercions vivement Madame KLALICHE maître de conférences à
L'UMMTO, nous sommes touchées de l'honneur que vous nous faites en acceptant**

De présider ce jury.

Nos plus vifs remerciements s'adressent à Madame LOUNI

Pour avoir accepté de juger ce travail

. Veuillez accepter nos profonds remerciements

Pour votre présence dans ce jury.

A

Madame HIKAM

A

Monsieur FACI.

**Nous adressons nos immenses remerciements, à tous nos enseignants, qui
Nousont donné les bases de la science et tous les apports nécessaires pour
L'accomplissement de notre formation.**

**Enfin, il nous est agréable de terminer en remerciant toutes les personnes,
Qui de près ou de loin nous ont apporté leur soutien, leur conseil et leur
Contribution pour achever ce travail.**

DÉDICACES



A la mémoire de mon père

A ma mère que le tout puissant la protège

A mes frères : ALI, SAMIR, HOUCINE

A Mes sœurs: NASSIMA, HAMAMA

A mes aimables petites nièces: MAYAS, ZENEB, ILINA, THIZIRI

A mon mari : MADJID

A Ma belle famille

A mes fidèles amies : OUIZA, ZAHIA, SABRINA, KATIA, MARIEM.....

A toute ma famille

Que ce travail soit une part de ma reconnaissance envers eux

Ghania



DEDICACES



Je dédie ce modeste travail à :

*A mes parents, Aucun hommage ne pourrait être à la hauteur de l'amour
dont ils ne cessent de me combler.*

Que Dieu leur procure bonne santé et longue vie.

A mon frère : AHMED et ma sœur : KENZA, ainsi que toute ma famille.

*A mes Amies, et tous ceux qui mes sont très chers, et à tous ceux qui ont
contribué de père ou de lois pour que ce travail soit possible.*

A mes camarades de la promotion 2019.

OUIZA



Sommaire

Introduction générale	01
-----------------------------	----

1. Généralités sur les espèces étudiées

1. La Menthe verte	02
1.1.1. Description	02
1.1.2. Cronquist (1981) classe la Menthe verte.....	03
1.1.3. Compositions chimiques	03
1.1.4. Intérêt biologique	04
1.2. Le Thym	05
1.2.1. Description botanique du Thym	05
1.2.2. MARKUS SHIRNER classe le Thym.....	05
1.2.3. Compositions chimiques	06
1.2.4. Intérêt biologique	06
2. l'huile essentielle	07
2.1. Propriétés physico-chimique	07
2.2. Constitution chimique	07
2.2.1. Composés terpéniques	07
2.3. Localisation des huiles essentielles dans la plante	08
2.4. Toxicités des huiles essentielles	08
2.5. Utilisation des huiles essentielles	08
2.6. Conservation des huiles essentielles	08
2.7. Méthodes d'extraction des huiles essentielles	08
2.8. Extraction par hydro distillation des huiles essentielles	09
2.9. Extraction par entrainement à la vapeur d'eau	09
2.11. Extraction par Hydro distillation assistée par micro-onde	10

2 : Matériels et méthodes

2.1. Matériels.....	11
2.1.1. Matériels végétal	11
2.1.2. Localisation de la zone d'étude.....	12
2.2. Méthode d'extraction.....	13
2.2.1. Extraction des échantillons	13
2.2.2. Analyse physique et chimique des huiles essentielles	15
2.2.2.1. Taux d'humidité.....	15
2.2.2.2. Calcul du rendement d'HE	15
2.2.2.3. Cinétique du rendement	15
2.2.2.4. Densité relative à 20°C	15
2.2.2.5. pH	16
2.2.2.6. Indice d'acide.....	16
2.2.2.7. Indice d'ester	17
2.2.3. Analyse statistique	18

3. Résultats et discussion

3. Résultats et discussion	19
3.2. Les caractéristiques organoleptiques	19
3.3. Analyse physique et chimique	21
3.3.1. Taux d'humidité	21
3.3.2. Le rendement	22
3.3.4. Cinétique de rendement	23
3.3.5. pH.....	25
3.3.6. Densité relative à 20°C	26
3.3.7. Indice d'acide.....	27
3.3.8. Indice d'ester	28
Conclusion	30

Listes des figures

Figure 1: <i>Mentha spicata</i>	02
Figure 2 : (a) : menthol ; (b) : menthone et (c) : carvone.....	04
Figure 3 : <i>Thymus vulgaris</i>	05
Figure 4: (a): Thymol; (b): Cavacrol; (c): Paracyméne	06
Figure 5: Structure d'isoprène C ₅ H ₈ (2-méthyl 1,3 butadiène).....	08
Figure 6: Schéma du principe de la technique d'hydro distillation.....	09
Figure 7: Montage d'entraînement à la vapeur d'eau	10
Figure 8 : Schéma de l'hydro distillation assistée par micro-ondes	10
Figure 9 : Menthe verte (original 2019).....	11
Figure 10 : Thym (original 2019).....	11
Figure 11 : Séchage à l'aire biologie,2019).....	12
Figure 12 : Coupage de matières végétales.....	12
Figure 13 : Localisation de la région d'étude.....	13
Figure 14 : Montage d'un hydro distillateur (Biologie, Juin 2019).....	14
Figure 15 : Décantation (Biologie, Juin 2019).....	14
Figure 16 : Titrage avec le KOH (0.1N) (laboratoire de chimie, Juin 2019).....	17
Figure17: Montage et titrage d'indice d'ester (laboratoire de chimie, Juin 2019).....	18
Figure 18 : Huiles essentielles du <i>Mentha spicata</i> (printemps 2019).....	20
Figure 19 : Huiles essentielles du <i>Mentha spicata</i> (été 2019).....	20
Figure 20 :Huile essentielle du <i>Thymus vulgaris</i> (printemps 2019).....	20
Figure 21 : Huiles essentielles du <i>Thymus vulgaris</i> (été 2019).....	20
Figure 22: Taux d'humidité du <i>Thymus vulgaris</i> (saisons printemps)	21
Figure 23 : Taux d'humidité du <i>Mentha vulgaris</i> (saisons printemps).....	21
Figure 24: Taux d'humidité du <i>Thymus vulgaris</i> (saisons l'été)	22
Figure 25: Taux d'humidité du <i>Mentha spicata</i> (saisons l'été).....	22

Figure 26: Histogramme du rendement (printemps).....	23
Figure 27 : Histogramme du rendement (été)	23
Figure 28 : Courbe de la cinétique du rendement de <i>Mentha spicata</i> (Saison printemps, été).....	24
Figure 29 : Courbe de la cinétique du rendement du <i>Thymus vulgaris</i> (Saison printemps, l'été).....	25
Figure 30 : Densité relative.....	26
Figure 31: Diagramme d'indice d'acide.....	27
Figure 32 : Diagramme d'indice d'ester.....	28

Liste des tableaux

Tableau 1: Caractéristiques organoleptiques des huiles extraites.....	19
Tableau 2 : Le teste statistique ANOVA (logiciel IBMSPSS statistics).....	29



Introduction

Introduction

Depuis des milliers d'années, l'humanité a utilisé diverses plantes trouvées dans son environnement, afin de traiter et soigner toutes sortes des maladies, ces plantes représentent un réservoir immense de composés potentiels attribués aux métabolites secondaires qui ont l'avantage d'être d'une grande diversité de structure chimique et ils possèdent un très large éventail d'activités biologiques. Cependant l'évaluation de ces activités demeure une tâche très intéressante qui peut faire l'intérêt de nombreuses études [25].

Le continent africain est doté d'une grande biodiversité, avec un nombre très élevé de plantes utilisées comme herbes, aliments naturels et pour des buts thérapeutiques variés. De nombreuses substances naturelles différentes ont été identifiées et beaucoup d'entre elles sont utilisées dans la médecine traditionnelle pour le traitement des maladies

Malgré la nature hétérogène d'une biodiversité immense du continent africain en général et de l'Algérie en particulier, il y a eu peu d'efforts consacrés au développement des agents thérapeutiques de ces plantes [8].

C'est pour cela que nous nous sommes intéressés à étudier la *Mentha spicata* et le *Thymus vulgaris* wilaya de Blida région de Boufarik.

Dans le but de continuer à exploiter les plantes poussant en Algérie et réputées pour leurs vertus médicinales, nous avons étudié l'effet de la saison de printemps et l'été sur la composition chimique de deux plantes aromatique le Thym et la Menthe verte.

Ce mémoire est structuré en deux parties :

Le première chapitre consiste en une synthèse bibliographique qui a regroupé les généralités sur les espèces étudiée la Menthe verte et le Thym.

Le second chapitre représente la partie expérimentale où nous présenterons les différentes étapes de nos expériences et l'interprétation des résultats obtenus.

Enfin, une conclusion générale résumant l'ensemble des résultats obtenus.

*Recherches
bibliographiques*

1. Présentation des espèces végétales étudiées

1.1. Menthe verte

Le terme « **menthe** » est apparu dans la langue en 1275. Il vient du latin *Mentha*, qui l'a emprunté au grec minthê.

La menthe est une plante aromatique aux multiples propriétés. Sur le plan médicinal elle révèle des capacités antidouleur, antiseptique ou digestive [1].

La menthe verte porte aussi différents noms comme (*Mentha spicata*), dont les Etats – Unis fournissent de grandes quantités, donne une essence riche en carvone [22].

1.1.1. Description

La Menthe verte appartient à la famille des Lamiacées, qui comprend 6500 espèces dispersées sur une aire géographique très étendue [24].

M. spicata (*L.*) est une plante herbacée très courante dans les jardins, glabre, d'une odeur agréable, pouvant atteindre 1 mètre de hauteur. Elle est pourvue de rhizomes et de stolons qui assurent sa multiplication végétative, ce qui peut la rendre envahissante. Le feuillage est habituellement vert profond mais les jeunes feuilles sont généralement plus claires. Les feuilles sont gaufrées, subsessiles, lancéolées, dentées, vertes sur les deux faces, Elles portent des glandes sécrétant une essence, le menthol, dans une bonne proportion. Les fleurs généralement rosées voire blanches sont groupées en épis et apparaissent en été [13].



Figure 1: *Mentha spicata* [11].

1.1.2 Cronquist (1981) classe la Menthe verte comme suit

Règne : planta

Division : magnoliophyta

Classe : magnoliopsida

Ordre : lamiales

Famille : lamiacées

Genre : *Mentha*

Espèce : *Mentha spicata L* [21].

1.1.3. Compositions chimiques

M. spicata (L) contient des métabolites secondaires tels que les huiles essentielles, les résines, les tanins, les flavonoïdes et les alcaloïdes. Elle comprend plusieurs composés phénoliques (les flavonoïdes et les terpénoïdes) [17].

Effets des constituants majeurs :

Le carvone :

- 50%

- Famille : Terpène

- Formule : $C_{10}H_{14}O$ (Brute)

- Action sur l'organisme : La carvone a été employée depuis des milliers d'années dans l'alimentation, en raison de son arôme de cumin, d'aneth et de Menthe verte, en particulier dans le chewing-gum. Elle est essentiellement utilisée pour soulager le système respiratoire

Le menthol :

-22 à 42%

-Famille : Alcool

-Formule : $C_{10}H_{20}O$ (brute)

-Action sur l'organisme : Le menthol peut être utilisé en aromathérapie sous forme d'huile essentielle de Menthe verte (médecine naturelle), l'indigestion, la nausée, les maux de gorge, la diarrhée, les maux de tête et les refroidissements.

La menthone :

- 4-30%

- Famille : Cétone.

- Formule : $C_{10}H_{18}O$ (Brute)

- Action sur l'organisme : La menthone est le composé chimique qui donne son odeur à la menthe. Elle est surtout utilisée en aromathérapie.

[7].

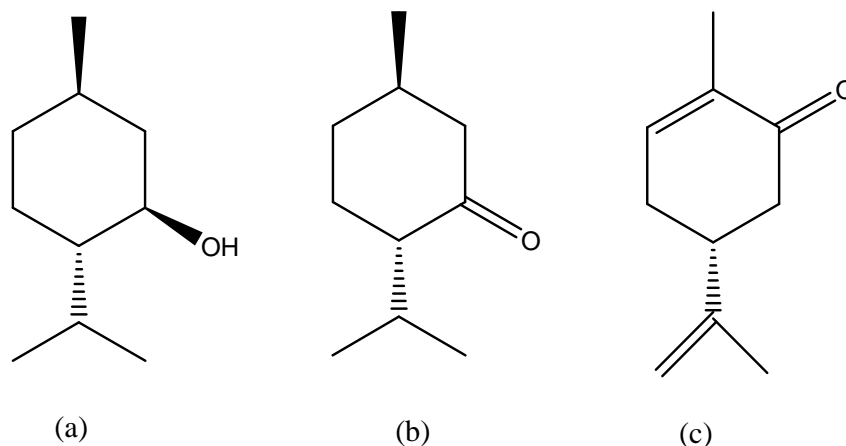


Figure 2 : (a) : menthol ; (b) : menthone et (c) : carvone [23].

1.1.4. L'intérêts biologiques

La Menthe verte sert généralement à la préparation du thé, mais nous retrouvons son utilisation en phytothérapie, en aromathérapie, en parfumerie et en cosmétologie [20].

Elle est utilisée pour agrémenter les plats : sous forme de pesto ou de vinaigrette. Elle peut également être mise en gelée ou simplement ajoutée à la cuisson du poisson ou des légumes.

Connue pour son odeur évoquant les chewing-gums à la chlorophylle.

Elle s'utilise pour composer des dentifrices et des déodorants. Nous pouvons aussi tout mâcher des feuilles de menthe pour l'haleine, ou préparer un bain de bouche.

Elle a également une efficacité contre les nuisibles, Nous pouvons déposer des feuilles dans les armoires pour éviter les fourmis [17].

Des études pharmacologiques ont démontré que l'huile essentielle est utilisée surtout pour les troubles digestifs (spasmes, inflammations, colites, état nauséux), contre certains parasites (acnés, dermite, démangeaisons).

Elle présente un effet expectorant en cas de bronchite ou de grippe. Elle est à la fois rafraîchissant et analgésique [15,20]

1.2. Thym

C'est une plante aromatique originaire de la Méditerranée. Son nom vient du grec « *Thymos* » qui signifie « **parfumer** » ou thymol qui signifie « **esprit** » ou « **fumée** », parce qu'on le brûlait lors des rites religieux. Son odeur est souvent assimilée à celle du citron ou de la verveine [12]

1.2.1. Description botanique du thym :

C'est une plante originaire du bassin méditerranéen. Elle se présente sous la forme d'un sous-arbrisseau de type vivace et particulièrement touffu, à tiges quadrangulaires et ligneuses et à feuilles sessiles. Ces dernières sont assez petites, opposées, de forme lancéolée et de couleur gris-vert.

Sa taille peut atteindre une trentaine de centimètres et sa fleur affiche une teinte rosâtre (figure 3). Petite, de 4 à 6 millimètres. Elle se regroupe en épis foliacés. Elle est visible de juin à octobre. La plante préfère les terrains plutôt rocailleux, secs et très ensoleillés et peut pousser jusqu'à des altitudes supérieures à 1 500 mètres. La récolte est généralement effectuée à la fin de l'été [16, 25]



Figure 3 : *Thymus vulgaris* [11].

1.2.2. MARKUS SHIRNER classe le Thym comme suit

Règne : plante

Sous règne : Tracheobionta

Division : Magnoliophyta

Sous classe : Asterdae

Ordre : Lamiales

Famille : Lamiaceae

Genre : *Thymus*

Espèce : *Thymus vulgaris* [8].

1.2.3. Compositions chimiques

Le Thym est composé de plusieurs composés : (le thymol (phénol, 40-50%), cravacol (phénol, 5%) paracyméne (mono terpène, 15%), et gamma-terpinène (mono terpène, 8%)) (figure 4) [2].

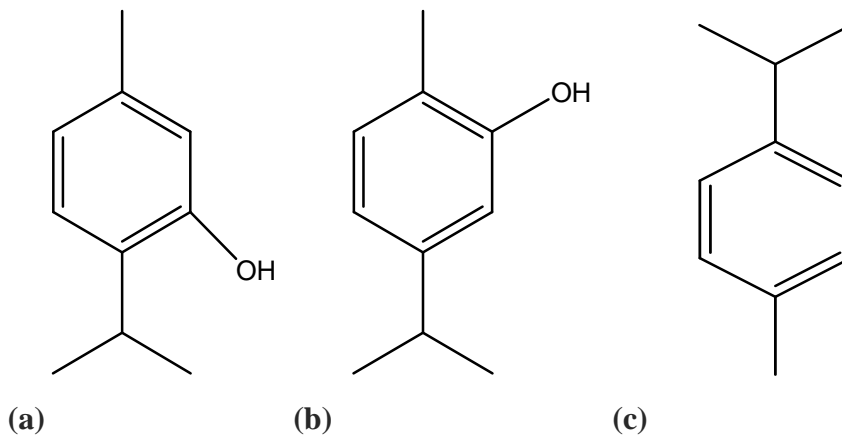


Figure 4: (a): Thymol; (b): Cravacol; (c): Paracyméne [23]

1.2.4. L'intérêts biologiques

Elle soulage des infections respiratoires telles que la bronchite, la grippe, la toux et les maux de gorge, etc [11].

C'est un antiseptique et un antifongique. Elle soulage les inflammations de la sphère buccopharyngée, les caries, les soins (dentaires divers, sous forme de bains de bouche) et diminue les sécrétions nasales.

Elle soulage les dérèglements intestinaux tels que la diarrhée, les ballonnements, les flatulences et les colopathies diverses.

Le Thym contient encore des flavonoïdes. Le Thym frais est aussi une source importante de vitamine C. Concernant le Thym séché de calcium, de manganèse et de vitamine K [12]. Les propriétés antioxydantes en raison de ces propriétés, le Thym est utilisé comme un conservateur afin de prolonger la durée de conservation des poissons durant leur stockage.

Le Thym peut être également utilisé pour fabriquer des liqueurs particulièrement parfumées quand elles sont à base de fleurs ramassées l'été [25].

2. les huiles essentielles

Ce sont des substances odorantes huileuses, volatiles, incolores ou légèrement teintées, s'altèrent facilement à l'air. Généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entraînement par la vapeur d'eau ou autre procédé.

C'est un mélange de molécules variées, comprenant en particulier des terpènes, et des composés oxygénés (alcools, aldéhydes, cétones) [4,10].

2.1. Propriétés physico-chimique

Les principales caractéristiques sont :

Elles sont Liquides à température ambiante, volatiles et très rarement colorées.

La densité des huiles essentielles est inférieure à celle de l'eau. Elle comprise entre [0.756 et 1.096] sauf pour certaines essences du clou de girofle et de la cannelle.

Elles sont insolubles dans l'eau mais soluble dans la plupart des solvants organiques

Elles sont très altérables, elles s'oxydent au contact de l'air et de la lumière

Elles possèdent un indice de réfraction souvent élevé et sont douées de pouvoir rotatoire puisqu'elles sont formées principalement de composés asymétriques [6].

2.2. Composition chimique

Les huiles essentielles proviennent des carbures terpéniques et de leurs dérivés d'oxydation, des dérivés aromatiques et des dérivés divers (aldéhyde, cétones, ester...) [3].

2.2.1. Les composés terpéniques

La formule générale des composés terpéniques est $C_{5n}H_{8n}$. Leur particularité structurale la plus importante est la présence dans leur squelette d'unités isopréniques à 5 atomes de carbone (figure 5). Ils constituent une importante classe des produits secondaires, hydrophobes quelquefois volatils et unis par une origine commune.

Selon le nombre d'unités isopréniques (figure 5) qui les constituent, on distingue : les terpènes ou mono terpènes en C_{10} , les sesquiterpènes en C_{15} , les di terpènes en C_{20} , les triterpènes C_{30} , et les tétras terpènes C_{40} [3].

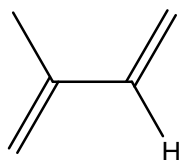


Figure 5: Structure d'isoprène C₅H₈ (2-méthyl 1,3 butadiène) [3].

2.3. Localisation des huiles essentielles dans la plante

Les huiles essentielles sont produites dans le cytoplasme des cellules sécrétrices qui peuvent se trouver dans tous les organes de la plante. Aussi bien dans les graines que dans les racines ou dans les sommités fleuries. Les huiles essentielles s'accumulent en générale dans des cellules glandulaires spécialisées. Elles sont situées en surface de la cellule recouvertes d'une cuticule. Ensuite, elles sont stockées dans des cellules dites cellules à huile essentielle, dans des poêles sécréteurs, dans des poches sécrétrices, dans des canaux sécréteurs [1, 9].

2.4. Toxicités des huiles essentielles

Bien que d'origine naturelle, les huiles essentielles peuvent se révéler dangereuses pour la Santé. Il est ainsi important de connaître le produit, le choisir selon des critères qualificatifs Rigoureux (produit de qualité non falsifié, non contaminé par des pesticides). Il faudra aussi de respecter Scrupuleusement les doses et choisir le mode d'administration adéquat. A fin d'éviter la survenue d'effets indésirables. Voire même des interactions avec d'autres médicaments. Ainsi, les huiles essentielles peuvent s'avérer allergisants, photosensibilisants, les cytotoxiques, irritants, hépatotoxiques et neurotoxiques... [14].

2.5. Conservation des huiles essentielles :

Les huiles essentielles doivent être conservées correctement pour préserver leur qualité. Avec le temps, elles s'oxydent, ce phénomène étant amplifié par la chaleur, l'air, la lumière...etc., Il faut les conserver dans un endroit frais, à l'abri de la lumière, dans du verre brun ou de l'aluminium vitrifié. Elles sont Stockées à basse température [19].

3. Méthodes d'extraction des huiles essentielles

Différentes méthodes sont mises en œuvre pour l'extraction des essences végétales. En général, le choix de la méthode d'extraction des huiles essentielles dépendra de la nature du matériel végétal à traiter (graines, feuilles, ramilles) [18].

3.1. Extraction par hydro distillation des huiles essentielles

Le principe de l'hydro distillation consiste à immerger la biomasse végétale dans un alambic rempli d'eau (aujourd'hui remplacé par un Clevenger), que l'on porte ensuite à l'ébullition (figure 6). Cette méthode est simple dans son principe et son appareillage n'est pas coûteux [23].

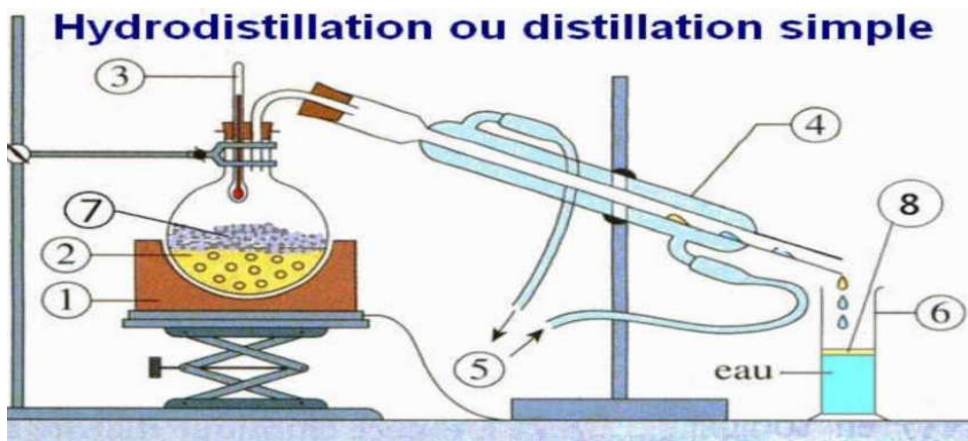


Figure 6: Schéma du principe de la technique d'hydro distillation [23].

1-Chauffe-ballon ; 2 -Mélange a distillé ; 3-Thermomètre ; 4- Condenseur (où Réfrigérant) ; 5- Arrivée et sortie d'eau vers évier ; 6- Eprouvette ; 7- Vapeurs ; 8- Phase Supérieure (généralement huile essentielle).

3.2Extraction par entrainement à la vapeur d'eau

Le matériel végétal est placé sur une grille perforée à travers laquelle passe la vapeur d'eau. La vapeur endommage la structure des cellules végétales et libère ainsi les molécules volatiles qui sont ensuite entraînées vers le réfrigérant (figure7). Cette méthode apporte une amélioration de la qualité de l'huile essentielle en minimisant les altérations hydrolytiques [11].

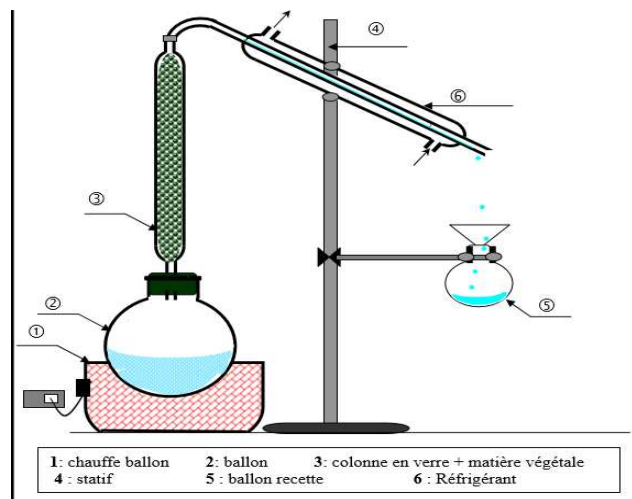


Figure 7: Montage d'entraînement à la vapeur d'eau [19].

3.3. Hydro distillation assistée par micro-onde :

Ce procédé est basé entièrement sur le principe de l'hydro distillation classique. Il consiste à placer une partie du montage d'hydro distillation dans le four à micro-ondes. Le matériel végétal est donc placé en présence d'une quantité d'eau suffisante dans un ballon disposé dans l'enceinte du four à micro-ondes (figure 8). Le système de réfrigération ainsi que la partie prévue pour la récupération des essences sont situés à l'extérieur du four. Les avantages de cette méthode sont : la rapidité et la similitude de la composition de l'huile par rapport à une hydro distillation classique [5].

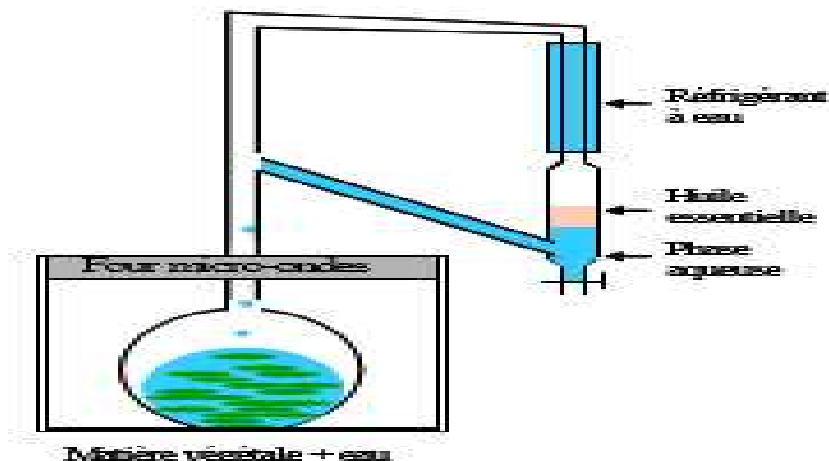


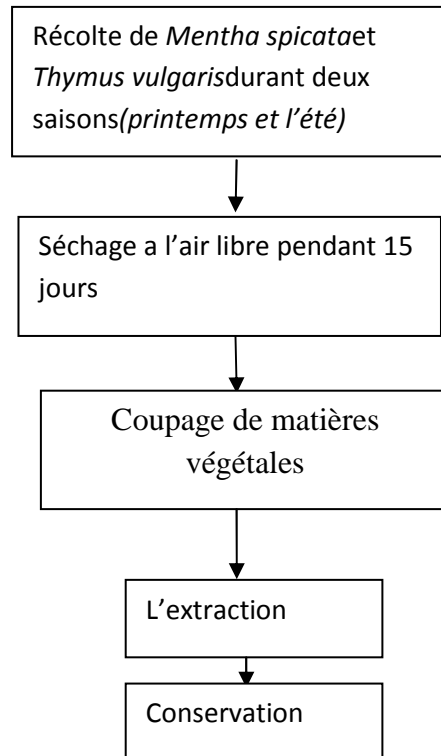
Figure 8 : Schéma de l'hydro distillation assistée par micro-ondes [5].

Matériels et méthodes

2 Matériels et méthodes

2.1. Matériels

Schéma qui représente le protocole expérimental :



2.1.1. Matériels végétal

La Menthe verte et le Thym, appartiennent à la famille des lamiacées. Elles ont été récoltées au niveau de la wilaya de Blida de la région de Boufarik. Ces plants ont été identifiés au niveau du département biologie.

Des récoltes de la partie aériennes des deux espèces, ont été récoltées au printemps (22 Mars 2019) et l'été (22 Juin 2019). Après le séchage (figure 11) dans un endroit sec et à l'abri des rayons solaires au niveau de laboratoire de recherche en entomologie appliquée pendant 15 jours au printemps et une semaine en été. Le matériel végétal de chacune des deux espèces est coupé finement à l'aide des ciseaux (figure 12).

2 Matériels et méthodes



Figure 9 : Menthe verte (original 2019)



Figure 10 : Thym(original 2019)



Figure 11 : Séchage à l'aire libre (Biologie, 2019).

2 Matériels et méthodes



Figure 12 : Coupage de matières végétales

2.1.2 Localisation de la zone d'étude

Boufarik est une commune au Nord de la wilaya de Blida en Algérie. Elle est située à 14 Km de la ville de Blida et 122 Km de Tizi Ouzou. Elle est entouré du Nord par Tassla El Merdja, du Sud par Ouled Yaiche, du L'East par Chebli et Oued Alleug du l'Ouest (Figure 13).



Figure 13 : Localisation de la région d'étude (Google Maps)

2.2.Méthode d'extraction

2 Matériels et méthodes

2.2.1. Extraction des échantillons

L'extraction des huiles essentielles a été réalisée au laboratoire de recherche en entomologie appliquée (Département des sciences biologiques et des sciences agronomiques à l'université d'UMMTO) par la méthode d'hydro distillation.

La méthode d'extraction consiste à prendre :

100 g de la matière sèche de Thym et la Menthe verte.

Ces plantes sont coupées en petit morceaux au préalable pesée et mis dans un ballon de 2 L.

La matière végétale est ensuite immergée dans 1 litre de l'eau distillée. Le ballon est ensuite déposé sur une chauffe ballon (figure 14).

Nous réglons la température au maximum, pendant 15 minutes jusqu'à l'ébullition, nous avons diminué la température à la moitié qui entraîne l'éclatement des cellules végétales et dégagement de vapeur qui passe à l'intérieur du tube de l'appareil. La durée de distillation est de 3 heures.

L'huile essentielle recueillie par décantation (figure 15) à la fin de la distillation a été filtrée et récupérée puis mise dans des flacons couverts par du papier aluminium et stockée à 4°C à l'abri de la lumière.



Figure 14 : Montage d'un hydrodistillateur (Biologie, Juin 2019)

- 1) Ballon 2 litres ; 2) Chauffe ballon ; 3) matière végétal + l'eau distillée ; 4) ballon
5) l'extrait ; 6) entrée d'eau ; 7) sortie d'eau ; 8) réfrigérant ;

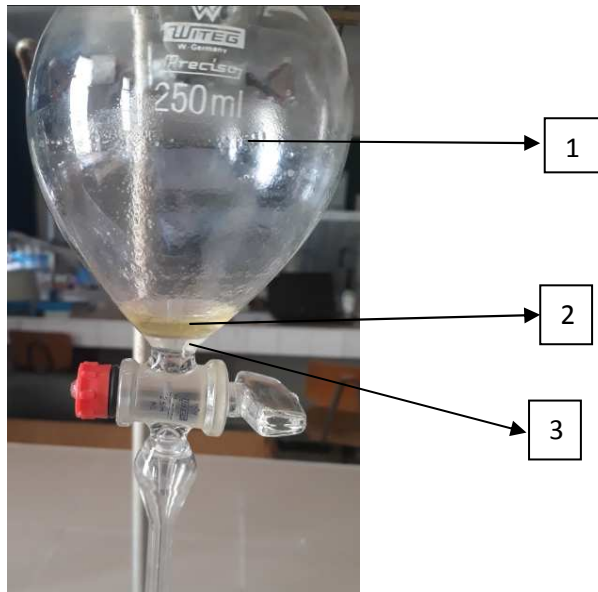


Figure 15 : Décantation(Biologie, Juin 2019)

1) ampoule à décante ; 2) la phase huileuse ; 3) la phase aqueuse ;

2.2.2. Analyse physique et chimique des huiles essentielles

2.2.2.1. Taux d'humidité

Taux d'humidité de la matière végétale a été mesuré par le séchage à l'aire libre en appliquant la relation suivante :

Avec :

$H = \frac{(m_0 - m_1)}{m_0} \times 100$
H : taux d'humidité (%)
 m_0 : masse de l'échantillon avant séchage (en g).
 m_1 : masse de l'échantillon après séchage (en g).

2.2.2.2. Calcul du rendement d'huile essentielle

Selon AFNOR (1986) le rendement en huile essentielle est estimé par le rapport des masses de l'huile essentielle et de la matière végétale séchée. Il est exprimé en pourcent (%).

Où :

$RHE (\%) = \frac{M_H}{M_V} \times 100$
RHE : rendement en %.
 M_H : masse d'huile essentielle obtenue en g
 M_V : masse de matière végétale séchée en g

2 Matériels et méthodes

Mv : Masse de la matière végétale sèche utilisée en g

2.2.2.3. Cinétique du rendement

Dans notre travail, nous avons étudié la cinétique du rendement des huiles essentielles de deux espèces ; la *Mentha spicata* et le *Thymus vulgaris*. Le but de cette étude est de déterminer le temps nécessaire au bout duquel il n'est plus rentable poursuivre l'extraction. Et qualifié par le rendement maximum. La cinétique est le suivi de l'évolution de la quantité d'huile essentielle extraite en fonction du temps.

Nous avons utilisé 100g de matière végétale dans un volume d'eau de 1000 ml.

Nous avons réalisé deux répétitions pour chacun des huiles essentielles, ce sont les moyennes des essais qui ont été pris en compte pour tracer les courbes des cinétiques en fonction du temps.

2.2.2.5. Densité relative à 20°C

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, et la masse d'un volume égale d'eau distillée à la même température.

A l'aide d'une balance analytique, effectuer des pesées successives de volume égal d'huile et d'eau à la température de 20°C.

Déterminer la masse V_0 d'épandeur;

Déterminer la masse V_1 d'épandeur rempli d'eau distillée ;

Déterminer la masse V_2 d'épandeur contenant d'huile essentielle.

Calcul de la densité

Avec :

$$D = \frac{V_1 - V_0}{V_2 - V_0}$$

V_1 : Masse d'épandeur rempli avec l'huile.

V_2 : Masse d'épandeur remplie avec d'eau distillée

2.2.2.6. pH

Nous avons mis quelques gouttes d'HE sur un bout de papier pH, après le changement de la couleur du papier on la compare avec une gamme de couleurs variant selon le pH

2.2.2.7. Indice d'acide :

2 Matériels et méthodes

C'est le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire à la neutralisation des acides libres dans un gramme d'huile essentielle (Norme AFNOR NF T7575-103). La teneur en acides libres des corps gras augmente avec le temps, l'indice d'acide permet donc de juger de leur état de détérioration.

0.5g d'huile essentielle sont introduites dans un ballon contenant 1.5 ml d'éthanol neutralisé et 2 à 3 gouttes d'indicateur coloré (phénolphthaléine).

Nous titrons ensuite le liquide avec la solution (0.1N) contenu dans une burette.

Nous poursuivons l'addition jusqu'à l'obtention du virage persistant de la solution (rose) pendant 30 secondes. Nous notons ensuite le volume de la solution d'hydroxyde de potassium utilisé.

Calcul de l'indice d'acide

$$I_A = (5.61 \times V) / m \quad (\text{g/mol})$$

V : Volume en ml de KOH

m : Masse en g de la prise d'essai



Figure16 : Titration avec le KOH (0.1N) (laboratoire de chimie, Juin 2019).

2.2.2.8. Indice d'ester

L'indice d'ester est le nombre de milligrammes de potassium (KOH) nécessaires pour effectuer la saponification totale des esters sels contenus dans un gramme d'huile essentielle.

La réaction de saponification s'écrit :



2 Matériels et méthodes

0.5 g d'huile essentielle est introduite dans un ballon, puis à l'aide d'une pipette jaugée nous ajoutons 5.1 ml d'une solution d'hydroxyde de potassium (0.5N), ainsi que quelques pierre ponce (pour homogénéiser l'ébullition durant le chauffage).

Nous adaptons le réfrigérant à refluer au ballon sur le bain d'eau bouillante pendant une heure environ. En parallèle nous avons préparé le matériel pour le dosage de l'excès de potasse avec de l'acide chlorhydrique.

A la fin du chauffage nous avons refroidi le ballon en remplaçant le chauffe-ballon par un cristalliseur rempli d'eau glacée afin de faire diminuer la température du milieu réactionnel (figure 17).

Une fois la T° du ballon diminuée, nous avons coupé la circulation d'eau dans le réfrigérant. Retirer le ballon et placer-le sur l'agitateur magnétique. Nous avons ajouté 5 ml d'eau puis 2 à 3 gouttes de solution de phénolphtaléine.

Nous avons titré l'excès d'hydroxyde de potassium avec la solution d'acide chlorhydrique (HCl 0.5 N) figure 15.

Calcul de l'indice d'ester

L'indice d'ester est calculé par la formule suivante.

IE : indice d'acide

V : volume en ml de HCl utilisé dans cette détermination


$$IE = 28.05(V - V_0) / M$$

V₀ : volume en ml de HCl utilisé dans cette détermination de l'essai à blanc.

M : la masse de la prise d'essai.

2 Matériels et méthodes



Figure17 : Montage et titrage d'indice d'ester(laboratoire de chimie, Juin 2019).

2.2.3. Analyse statistique

Pour le traitement des résultats nous avons utilisé l'analyse de la variance MANOVA sur deux facteurs espèce et saison a été effectué avec un logiciel IBM SPSS statistics $\alpha > 0.05$ non significative.

$\alpha \leq 0.05$ significative

$\alpha \leq 0.025$ hautement significative

$\alpha \leq 0.01$ très hautement significative

Résultats et discussions

3. Résultats et discussion

3.1. Les caractéristiques organoleptiques

Les caractéristiques organoleptiques des huiles essentielles extraites sont présentes dans le tableau 1. Les résultats d'analyse sensorielle obtenus sont conformes aux normes établies par l'AFNOR. Nous remarquons que nos huiles ont un aspect mobile et liquide malgré la variation de l'espèce et saisons. Généralement, les huiles essentielles extraites par la technique hydrodistillation ont un aspect liquide mobile

Les huiles extraites durant la saison estivale se caractérisent par des odeurs aromatiques très fortes avec un fond épicé. Nous remarquons que l'odeur de l'huile de menthe est plus forte que celle de thym. Cela est peut-être dû aux cellules sécrétrices des huiles essentielles qui se diffèrent d'une plante à une autre.

Tableau 1 : Caractéristiques organoleptiques des huiles extraites.

Espèces	Saisons	Aspect	Couleur	Odeur	Norme AFNOR
<i>Mentha spicata</i>	Printemps	Liquide mobile	Jaune pâle	Fraiche mentholé	Liquide mobile, Limpide ; Presque Incolore à jaune Pâle ; Caractéristique Fraîche, plus ou moins mentholée selon l'origine
	L'été	Liquide mobile	Incolore à jaune pâle	très forte	
<i>Thymus vulgaris</i>	Printemps	Liquide mobile	Jaune foncé	Agréable, Aromatique	Liquide Mobile ; Jaune Foncé ; Epicée Piquante
	L'été	Liquide mobile	Jaune clair	Epicée	

Une différence de couleur des huiles extraites a été remarquée en fonction des saisons et de l'espèce. La couleur de l'huile essentielle de *Mentha spicata* et de *Thymus vulgaris* est plus

3. Résultats et discussion

intense dans la saison printanière. La couleur jaune de l'huile de thym est plus foncée que celle de l'huile de menthe verte (Figure 18,19, 20, 21).



Figure18: Huiles essentielles du *Mentha spicata* (printemps 2019)



Figure 19 : Huiles essentielles du *Mentha spicata* (été 2019)



Figure 20 :Huile essentielle du *Thymusvulgaris*(printemps 2019)



Figure 21 : Huiles essentielles du *Thymusvulgaris* (été 2019)

3.3. Analyses physiques et chimiques

3.3.1. Taux d'humidité

D'après les résultats obtenus pour la saison du printemps, nous avons enregistré un taux d'humidité avec une valeur de 86 % avec une diminution de 6% en été pour *Mentha spicata* (figure 22, figure 23).

De même pour l'espèce *Thymus vulgaris*, le pourcentage d'humidité est de 76 % pour la saison printanière et elle est de 70 % pour la saison estivale (figure 24, figure 25).

Nous pouvons dire que cette variation du taux d'humidité durant les deux saisons est due aux fortes températures durant l'été. La température élevée est responsable de l'évaporation de l'eau dans la plante.

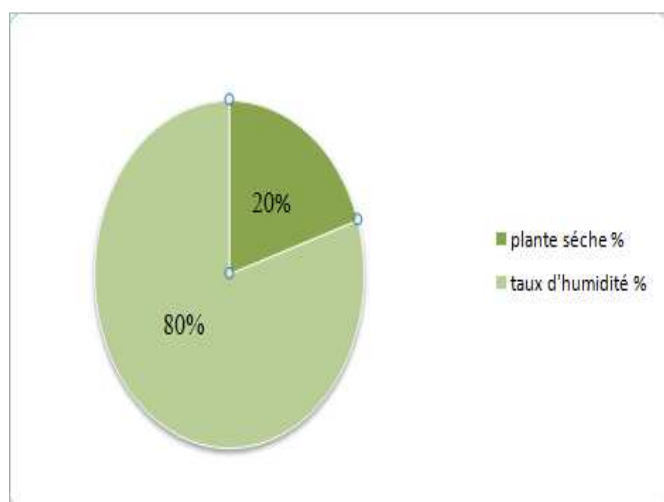


Figure 22: Taux d'humidité du *Mentha Spicata* (saisons printemps)

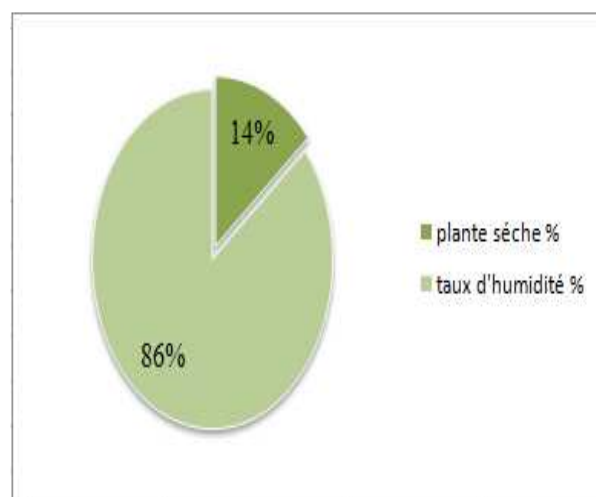


Figure 23 : Taux d'humidité du *Mentha spicata* (saisons d'été)

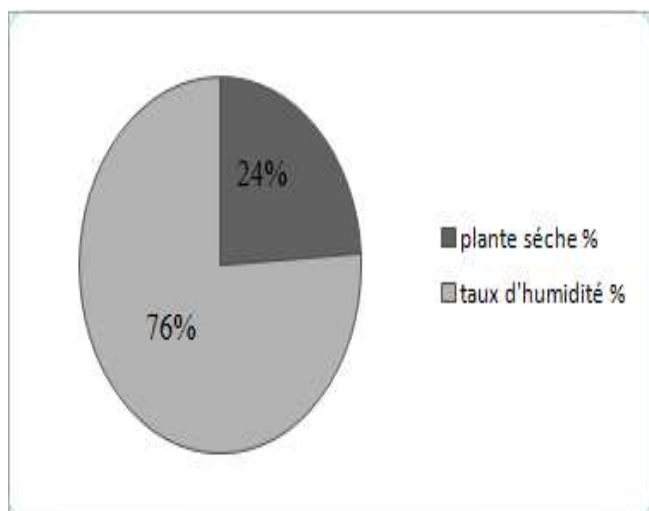


Figure 24: Taux d'humidité du *Thymus Vulgaris* (saisons printemps)

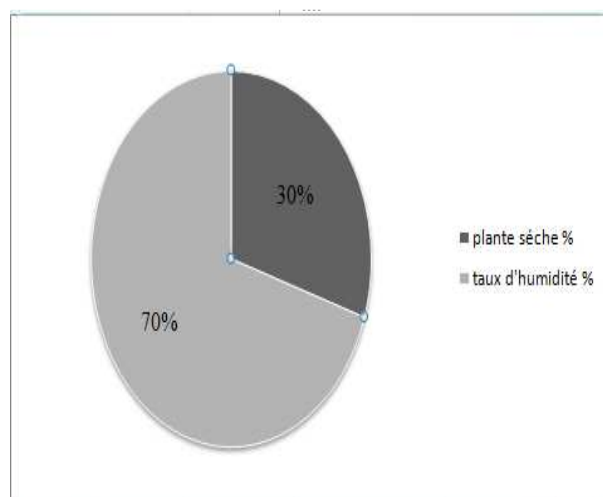


Figure 25: Taux d'humidité du *Thymus vulgaris* (saisons d'été)

3.3.2. Le rendement

Le rendement (R) en huile essentielle est déterminé par rapport à 100 g de la matière végétal sèche, Pour les deux plantes (*Thymus vulgaris* et *Mentha spicata*).

Les rendements illustrés dans les figures 26 et figure 27, montrent que *Thymus vulgaris* a un rendement en huile essentielle plus élevé que *Mentha spicata* pendant les deux saisons.

D'après la figure 26, nous constatons que Le rendement en huile essentielle est plus important durant la saison printanière. Durant cette saison, le rendement en huile essentielle du Thym est de 2.5 %. Nos résultats sont similaire à celui Chikhoun (2007). Alors que la période estivale le rendement est de 1.5 %. Le rendement de la Menthe verte varie entre 0.97 % et 0.71% pour les deux saisons printemps et été, respectivement. Nos résultats sont similaires à ceux de Taleb-Toudert (2015), ou le rendement de *Mentha spicata* est de l'ordre 0.79 % durant l'été.

Les résultats obtenus montrent que les feuilles de *Thymus vulgaris* ont une capacité d'extraction en huile essentielle plus importante. Cela est peut être dû à plusieurs facteurs (espèce, facteurs climatiques et environnementaux, métabolisme des plants, l'âge et la période de la cueillette et la situation géographique) (Bennadja et al, 2013).

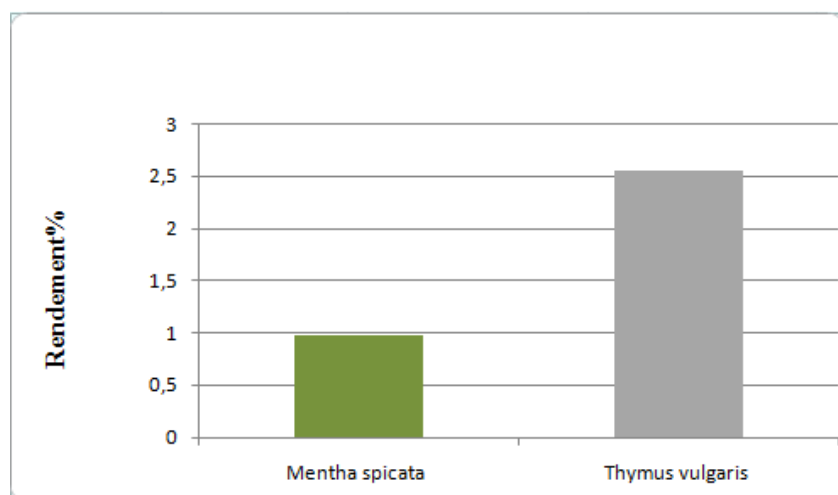


Figure 26 : Histogramme du rendement en huile (printemps)

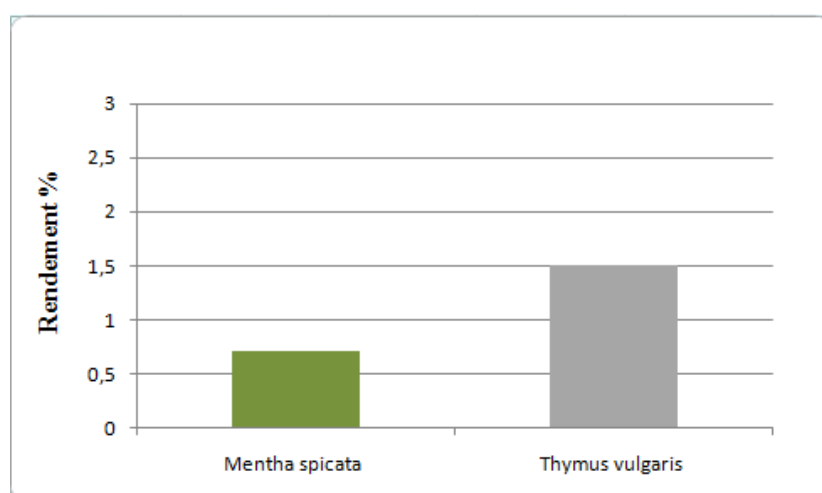


Figure 27 : Histogramme du rendement en huile (été)

3.3.4. Cinétique de rendement

La cinétique de rendement consiste à déterminer le rendement en fonction du temps d'extraction. Cette étude a pour but de fixer le temps nécessaire pour extraire le maximum d'huile essentielle. Afin d'éviter les pertes de temps et d'énergie (figure 28, figure 29).

Nous constatons, que le rendement en huile essentielle augmente au fur et à mesure que le temps augmente. Après 45 min, le rendement devient stable. Il varie entre 0.8 % et 1% (figure 28).

Nous remarquons que le rendement cumulé en huile essentielle est plus importants durant la première phase [15 -30] min. Pendant le printemps il est de l'ordre 0.71 %. Par contre en été

3. Résultats et discussion

le rendement d'huile essentielle et la durée d'extraction ont été diminués durant les premières 15 min (0.49 %).

Pour la 2^{ème} phase nous observons le ralentissement du rendement pour chaque saison : le printemps [45-75] est de 0.28% ; l'été [30-45] est de 0.22%.

Concernant la 3^{ème} phase. Il y a aucun rendement qui a été enregistré pour les deux saisons ([90-180] min et [60-180] min) respectivement. De ce fait nous pouvons dire que l'essentiel des huiles essentielles sont extraites lors des 60 min.

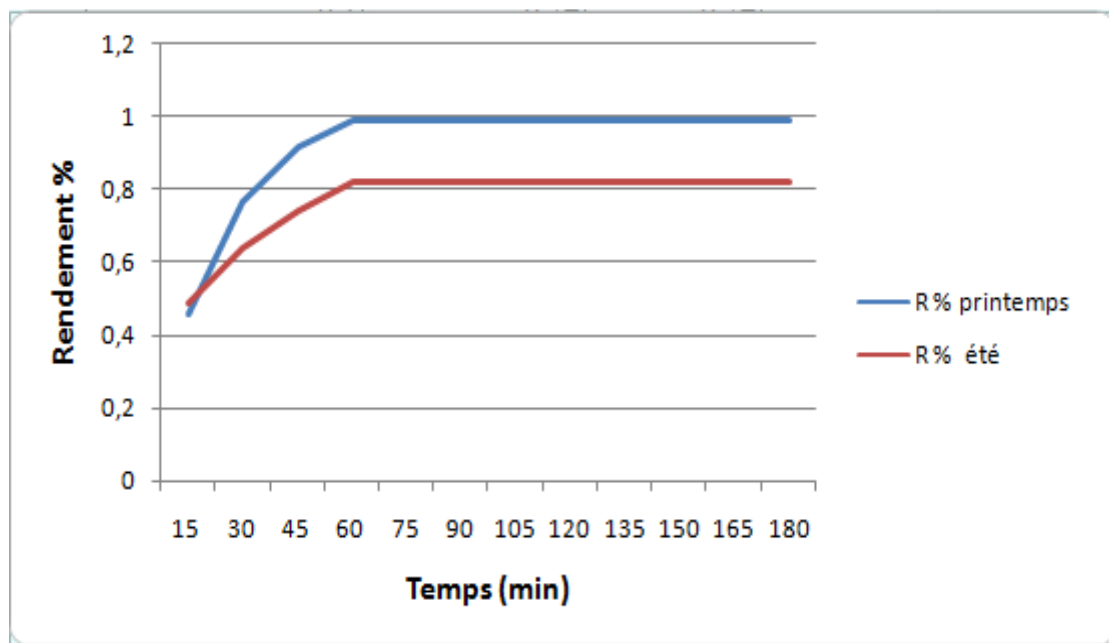


Figure 28 : Courbe de la cinétique du rendement de *Mentha spicata* (Saison printemps, été).

Nous constatons que le rendement en huile essentielle augmente au fur et à mesure que le temps augmente après 90 min, (figure 29). Le rendement devient stable et il varie entre 1.5 % et 2.4 %.

Nous remarquons que les rendements cumulés en huile essentielle sont plus importants durant la première phase [15 -60] min. Pendant le printemps il est de l'ordre de 2.12 %. Par contre en été le rendement d'huile essentielle a diminué durant sa première phase [15 -30] min jusqu'à 1%.

3. Résultats et discussion

Pour la 2^{ème} phase nous observons le ralentissement du rendement pour chaque saison (le printemps [75-120] min, et il est de l'ordre de 0.41% ; l'été [45-90] min, il est de l'ordre de 0.5 %).

Concernant la 3^{ème} phase y a aucun rendement qui a été Concernant la 3^{ème} phase. Il n'y a aucun rendement qui a été enregistré pour les deux saisons {[135-180] min et [105-180] min} respectivement.

Les rendements en huiles essentielles sont plus importants dans la saison du printemps pour les des deux espèces étudiées qu'en été. Cette différence est significative ($p = 0.032 \leq 0.05$) qui dû aux plusieurs facteurs tels que : la période du récolte, la durée de séchage et la température.

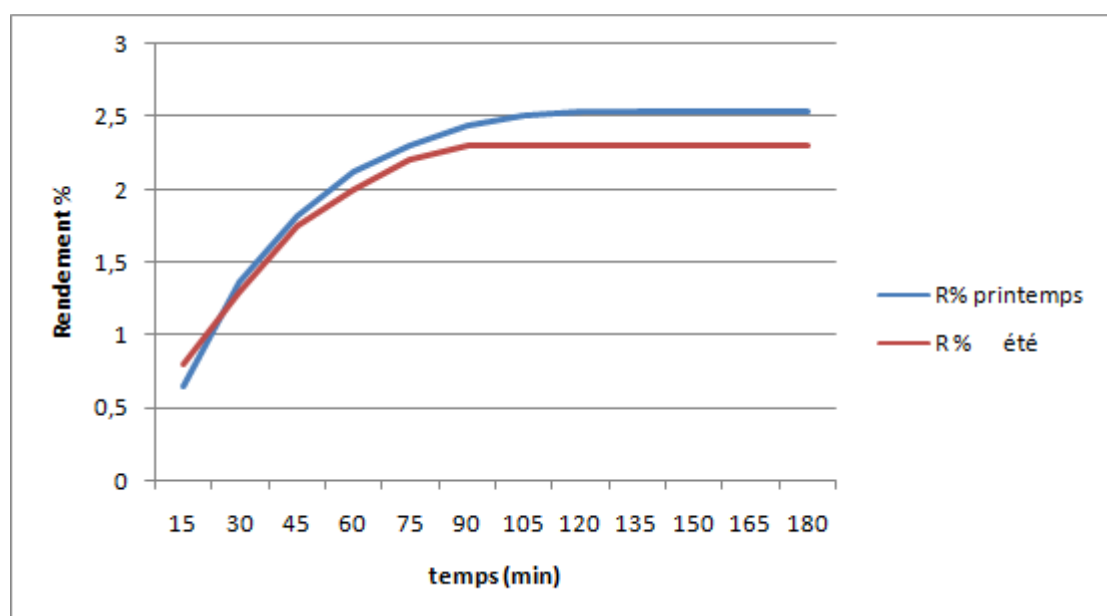


Figure 29 : Courbe de la cinétique du rendement du *Thymus vulgaris* (Saison printemps, l'été)

3.3.5 pH

L'huile essentielle de *Mentha vertea* un pH neutre de l'ordre de 6, donc cette huile essentielle présente un caractère neutre et l'huile essentielle de *Thyma* un pH neutre de l'ordre 7. Il convient de souligner que le pH joue un rôle déterminant au cours des réactions chimiques et biochimiques et peut influencer les propriétés stabilisatrices d'une huile essentielle. Par conséquent, ce résultat peut amener à un bon caractère stabilisateur contre les micro-

organismes. Ce qui permettra à ces huiles de jouer le rôle de conservateurs dans les produits alimentaires. (Hamadou.f)

3.3.6. Densité

La densité relative à 20°C d'une huile essentielle est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile essentielle à 20°C à la masse d'un volume égale d'eau distille à la même température.

Nous avons remarqué que la densité des huiles essentielles de *Mentha spicata* et *Thymus vulgaris* est de 0.862% et 0.867% successivement. Selon Garnero (1996) La densité nous renseigne sur la composition chimique. Ainsi une densité inférieure à 0.9 indique la présence, dans cette huile, des composés terpéniques et aliphatiques à des taux élevés. Alors qu'une densité supérieure à 1, elle indique une composition très variée en composés terpéniques polycycliques (figure 30).

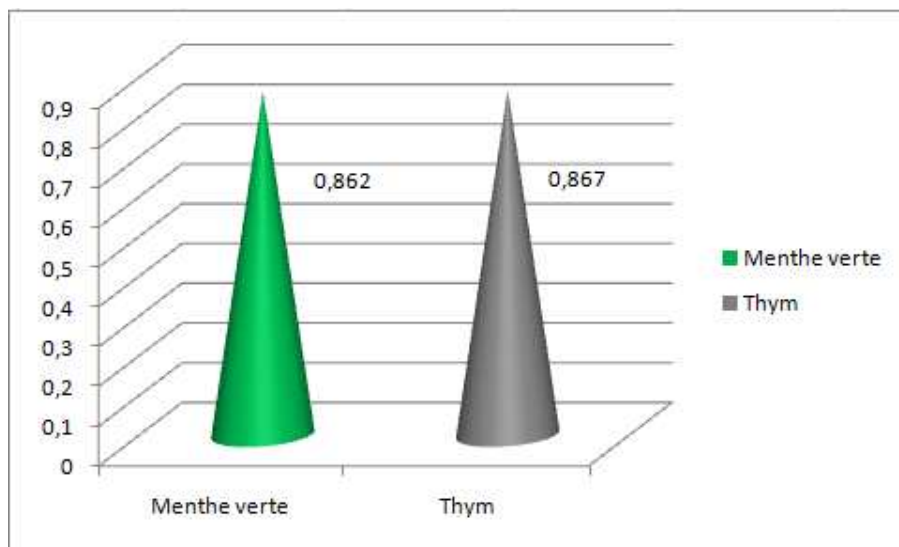


Figure 30 : Densité relative

3.3.7. Indice d'acide

L'indice d'acide indique le comportement et la quantité des acides libres présents dans notre huile essentielle. Il peut aussi nous renseigner sur la susceptibilité de l'huile à subir des altérations.

3. Résultats et discussion

Les résultats des acides organiques libres sont illustrés dans la figure 31. Les valeurs d'indices acides obtenus montrent que les huiles essentielles extraites durant le printemps contiennent plus d'acide libre que celle extraite durant l'été. Nous constatons qu'il y a une différence très hautement significative pour le facteur espèce et saisons (tableau 2). L'indice d'acide des huiles printanières dépasse la norme (AFNOR, 2009) qui est de 2. Ceci peut être dû à probablement à la forte activité des métabolites secondaires.

L'acidité d'une huile essentielle est un critère d'estimation de sa qualité. Un indice d'acide faible indique que les huiles essentielles sont stables et ne provoquent pas d'oxydation car l'huile, en s'oxydant, se dégrade rapidement et provoque une augmentation de l'indice d'acidité (De Cliff et Harerimana, 2013).

Nous constatons que les résultats d'indice d'acide obtenus pour les huiles essentielles de *Mentha spicata* et de *Thymus vulgaris* de la période estivale sont conformes avec ceux des normes (AFNOR, 2009). Durant cette saison la valeur de l'indice d'acide de *Mentha spicata* (1.12) est inférieure à celle rapportée par Taleb-Toudert. (2015) qui est de l'ordre de 3.36.

Les huiles essentielles de *Mentha spicata* et *Thymus vulgaris* ont un indice d'acide 2.24 et 2.13 successivement plus élevé durant la saison printanière.

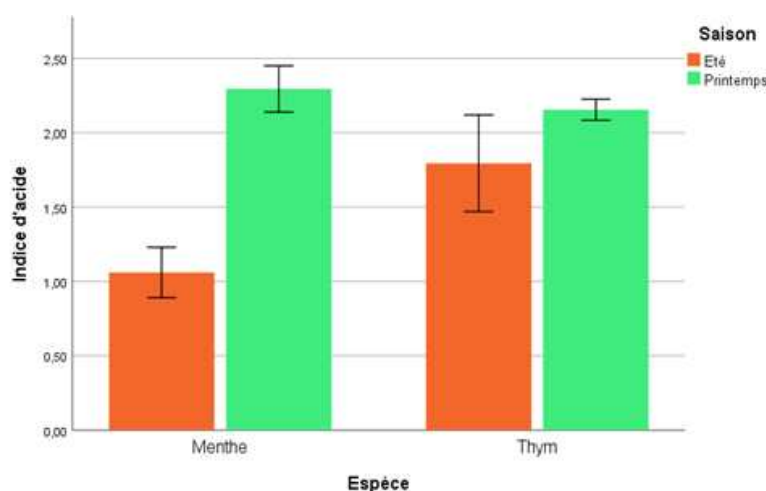


Figure 31: Diagramme d'indice d'acide

3.3.8 Indice d'ester

Les valeurs des indices d'ester indiquent que l'ensemble des huiles contiennent d'importantes quantités d'acides libres, et il est admis que plus l'indice d'ester est élevé mieux est la qualité de l'huile (Hilan et al, 2006).

3. Résultats et discussion

Nous remarquons que l'indice d'ester est plus élevé dans les huiles essentielles issues par rapport au *Menthe verte*. Cette différence est hautement significative ($p= 0.000 \leq 0.025$).

Les variations enregistrées sur l'indice d'ester sont présentées dans la figure 32. Les valeurs d'indice d'ester de *Mentha spicata* durant les deux saisons sont conformes à la norme (NF ISO 3033-4,2005) avec des valeurs de (123.42, 112.2) enregistré durant le printemps et l'été respectivement. L'analyse statistique montre une différence significative ($p= 0.027 \leq 0.025$). Durant la saison estivale. Nos résultats sont similaires à ceux trouvés par Taleb-Toudert (2015).

Les résultats d'indice d'ester montrent que l'huile essentielle issue du Thym a un indice d'ester plus faible par rapport à la menthe vert, durant les deux saisons. Ces résultats (16.83 et 56.1) durant le printemps et l'été respectivement sont en dessous de l'intervalle des normes (NF ISO 14715 ,2010) également pour les normes (NF ISO 147515, 1999) qui est de [75 à 349] pour les huiles essentielles.

Selon Hilan et al(2006), les huiles essentielles ayant un indice d'ester plus élevé sont des meilleures qualités cela dû que l'huile essentielle de *Mentha spicata* est de bonne qualité.

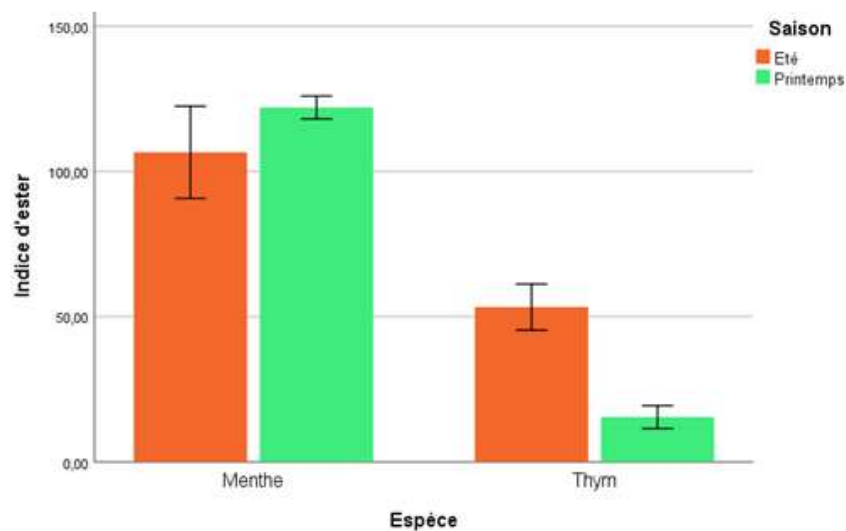


Figure 32 : Diagramme d'indice d'ester

Tableau 2 : Le test statistique ANOVA (logiciel IBM SPSS statistics).

Tests ANOVA									
Facteur	Variable dépendante	Somme des carrés de type III	Ddl	Carré moyen	F	Significatio n	Eta-carré partiel	Paramètre Paramètre	Puissanc e observée ^d
Espèce	Indice d'acide	,177	1	,177	17,291	,014	,812	17,291	,868
	Indice d'ester	12781,607	1	12781,607	590,919	,000	,993	590,919	1,000
	Cinétique du rendement	4,090	1	4,090	318,272	,000	,988	318,272	1,000
Saison	Indice d'acide	1,272	1	1,272	124,250	,000	,969	124,250	1,000
	Indice d'ester	251,665	1	251,665	11,635	,027	,744	11,635	,724
	Cinétique du rendement	,135	1	,135	10,521	,032	,725	10,521	,683



Conclusion

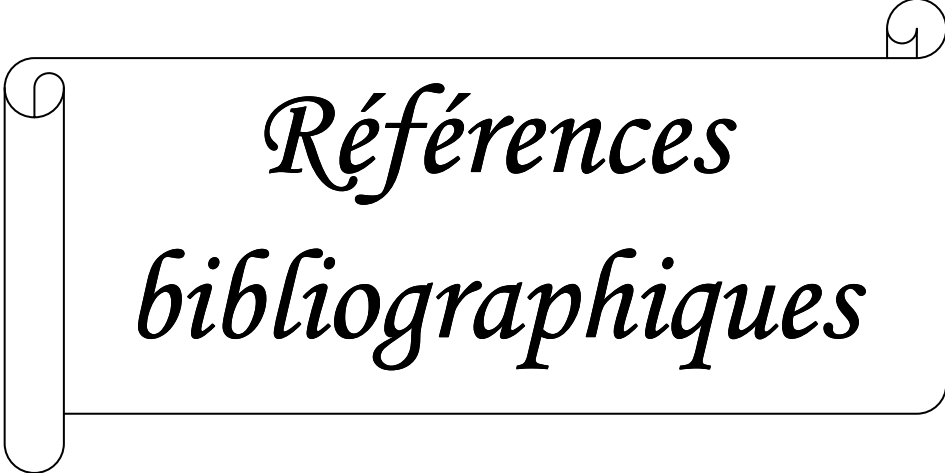
L'objectif de notre travail est l'étude de l'effet saison sur les caractéristiques physico-chimiques. Lors de l'extraction des huiles essentielles par la méthode d'hydrodistillation, nous remarquons que les rendements sont importants au printemps pour *Mentha spicata* et *Thymus vulgaris* (0.99% et 2.5 %) respectivement. Par contre en été le rendement est un peu faible par rapport au printemps (0.71% et 1.5%). D'après l'étude de la cinétique de rendement, le rendement le plus important des huiles essentielles a été enregistré durant les 90 min pour le printemps et pendant les 30 min pour la période estivale.

Les caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles étudiées permettent de mettre en évidence la qualité de cette huile essentielle. Elle se distingue par une acidité faible inférieure à 2 et un indice d'ester élevé.

Les résultats d'analyse statistique, nous constatons qu'il y a une différence significative des deux facteurs (espèce et saisons) sur les caractéristiques physique et chimique (indice d'acide, indice d'ester et cinétique de rendement) des huiles essentielles étudiées.

Il serait intéressant de compléter ce travail par une étude de la cinétique de rendement et l'indice d'ester et l'indice d'acide durant l'automne et l'hiver. Afin de déterminer la meilleure période de récolte et d'extraction.

L'effet en huiles essentielles est riche en bactéries et champignon.



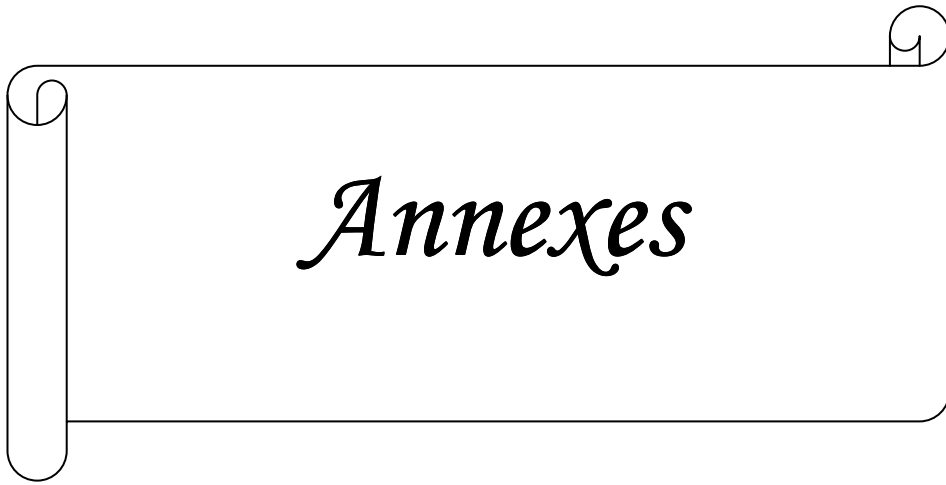
*Références
bibliographiques*

Références

- [1] : Addadi et Ferradji «Extraction d'huile essentielle d'une plante médicinale La Menthe».
- [2]: Alexandre.B « science et huiles essentielles» p 112.
- [3]: Amrouche et Yaya «Teneur en composés phénoliques et activité antioxydante d'extrait aqueux de feuilles de Moringa oleifera ».
- [4] : Benslimane.I « étude de l'activité antioxydants de huile essentielles thymus ciliatus (zaitra) de la région de telemcen ».
- [5] : Bousbia « Extraction des huiles essentielles riches en antioxydants à partir de produits naturels et de coproduits agroalimentaires ».
- [6]: Chikhoun « huile essentielles de thym et d'origan étude de la composition chimique de l'activité antioxydant et antimicrobienne ».
- [7] : C:/Users/DUALCOMPUTER/Documents/mentha_spicata.pdf
- [8] : Diab « Extraction, analyse et évaluations des activités biologiques de l'huile essentielle de la menthe poivrée ».
- [9] : Dietrich.F. Hans Jurgen. P. Robert. A « plantes à risques ».
- [10] : Farid .C « Eco –extraction du végétal » p 274.
- [11] : F.Padrini-M.T.Lucheroni « Le grand livre des huiles essentielles» p15,111
- [12] : Heni « sélection d'extraits bio actifs des espèces du genre thymus comme conservateur antibactériens naturels ».
- [13] :JEAN-JACQUES MACHEIX ANNIE FLEURIET CHRISTIAN JAY –ALLEMAND ; les composés phénoliques des végétaux ; BPV72.
- [14] : Lakhdar « évaluation de l'activité antibactérienne d'huiles essentielles marocaines sur AGGREGATIBACTER ACTINOMYCETEMCOMITANS : étude in vitro »
- [15] : Markus shirner huiles essentielles D.129
- [16] : Ouvrage collectif : Mohamed.N ; Mohamed.L ; Zeineb.G ; Rachid.C ; Ali.A ; Abdelhamid.K ; Mohamed.D « Guide des plantes médicinales et aromatique » P 111.
- [17] : Pauline Carlier-Loy « Mentha spicata : Description et Utilisations en thérapeutique et en agriculture comme antigerminatif sur la pomme de terre ».

Références

- [18] : Remal ET Khachouch « Initiation à l'Elaboration d'une carte de répartition du genre Thymus et l'étude de la composition chimique des huiles essentielles de Thymus Serpyllum L. récoltée du massif Dahra Zaccar région d'El Arma -wilaya de Ain Defla ».
- [19] : Saidj « Extraction de l'huile essentielle de thym : thymus numidicus Kabylica ».
- [20]: Sidani « *Activité insecticide de cinq huiles essentielles vis-à-vis de Sitophilus oryzae (coleoptera ; Curculionidae) et Tenebrionidae* ».
- [21] : Taleb-Toudert « Extraction et caractérisation des huiles essentielles de dix plantes aromatiques provenant de la région de Kabylie (Nord Algérien). Evaluation de leurs effets sur la bruche du niébé *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera : Bruchidae) ».
- [22] : T.Bassiri « Introduction a l'étude des parfums » p 162.
- [23] : Xavier et Chemat « La chimie des huiles essentielles » p 79.
- [24] : Zeghad.« Etude du contenu polyphénolique de deux plantes médicinales d'intérêt économique (Thymus vulgaris, Rosmarinus officinalis) et évaluation de leur activité antibactérienne »
- [25]: Zekri « Étude phytochimique et Activités Biologiques des Huiles Essentielles et des Extraits des *M. pulegium* (L.), *M. suaveolens* (Ehrh.) et *M. spicata* (L.) du Moyen-Atlas Marocain » .

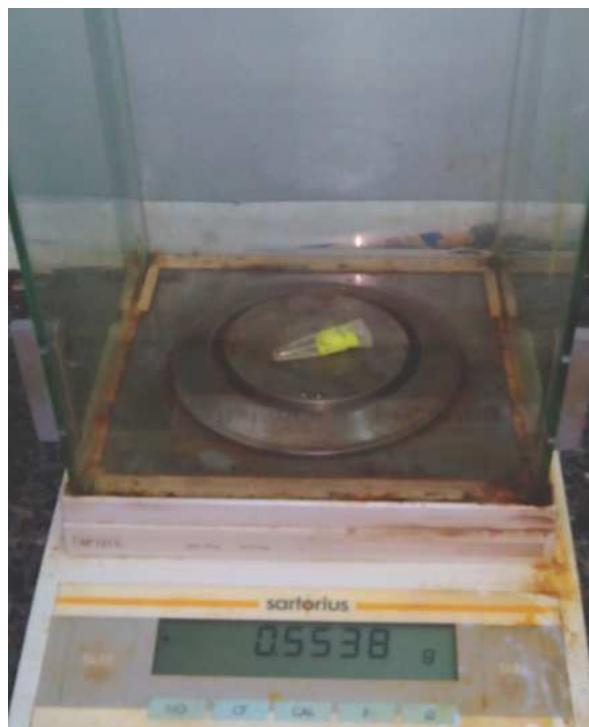


Annexes

ANNEXE 01



Produits utilisée



Balance de précision

ANNEXE 02

Préparation des solutions

Solution de KOH : A l'aide d'une balance, peser 0.7g et 7g de KOH pour préparer deux solutions 0.5N et 0.1N respectivement puis on ajoute 25ml l'eau distillé, puis on agite vigoureusement pour bien homogénéiser.

Solution de HCL (0.5N) : A l'aide d'une pipette de 1 ml, prélève 0.78 ml de HCl puis nous ajoutons 25 ml l'eau distillé

Tableau 1: résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle du *Mentha spicata* (saison printemps)

temps (min)	M menthe verte (g)	Masse accumulé(g)	R %
15	0,46	0,46	0,46
30	0,31	0,77	0,77
45	0,15	0,92	0,92
60	0,07	0,99	0,99
75	0	0,99	0,99
90	0	0,99	0,99
105	0	0,99	0,99
120	0	0,99	0,99
135	0	0,99	0,99
150	0	0,99	0,99
165	0	0,99	0,99
180	0	0,99	0,99

Tableau 2: résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle du *Mentha spicata* (saison été)

temps (min)	M menthe verte (g)	Masse accumulé(g)	R %
15	0,49	0,49	0,49
30	0,15	0,64	0,64
45	0,1	0,74	0,74
60	0,08	0,82	0,82
75	0	0,82	0,82
90	0	0,82	0,82
105	0	0,82	0,82
120	0	0,82	0,82
135	0	0,82	0,82
150	0	0,82	0,82
165	0	0,82	0,82
180	0	0,82	0,82

ANNEXE 03

Tableau 3 : résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle du *Thymus vulgaris* (saison printemps)

temps (min)	M thymus vulgaris (g)	Masse accumulé(g)	R%
15	0,65	0,65	0,65
30	0,71	1,36	1,36
45	0,45	1,81	1,81
60	0,31	2,12	2,12
75	0,18	2,3	2,3
90	0,13	2,43	2,43
105	0,07	2,5	2,5
120	0,03	2,53	2,53
135	0	2,53	2,53
150	0	2,53	2,53
165	0	2,53	2,53
180	0	2,53	2,53

Tableau 4 : résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle du *Thymus vulgaris* (saison été)

temps (min)	M thymus vulgaris (g)	M accumule(g)	R %
15	0,7	0,7	0,7
30	0,3	1	1
45	0,18	1,18	1,18
60	0,14	1,32	1,32
75	0,1	1,42	1,42
90	0,08	1,5	1,5
105	0	1,5	1,5
120	0	1,5	1,5
135	0	1,5	1,5
150	0	1,5	1,5
165	0	1,5	1,5
180	0	1,5	1,5

Résumé

Notre étude consiste à étudier deux plantes aromatiques de la famille des lamiacées : *Mentha spicata* et *Thymus vulgaris* durant deux saisons : printemps et l'été.

L'extraction des huiles essentielles de ces plants a été faite par la méthode d'hydrodistillation. Les paramètres étudiés sont, indice d'acide, indice d'ester, cinétique de rendement. Les résultats obtenus durant cette étude ont montré que les rendements enregistrés sont importants dans la saison du printemps pour *la Mentha spicata* et *Thymus vulgaris* (0.99 % et 2.5 %) respectivement.

Mots-clés : huile essentielle, *Mentha spicata*, *Thymus vulgaris*, saisons, hydrodistillation, rendement, l'espèce.

Abstract

Our study consists of studying two aromatic plants of the family lamiaceae: *Mentha spicata* and *Thymus vulgaris* during two seasons: spring and summer. The extraction of the essential oils from these plants was made by the hydrodistillation method. The studied parameters are acid number, ester index, yield kinetics. The results obtained during this study showed that the yields recorded are significant in the spring season for *Mentha spicata* and *Thymus vulgaris* (0.99% and 2.5%) respectively.

Key words: essential oil, *Mentha spicata*, *Thymus vulgaris*, season, hydrodistillation, yield, species.