



N° d'ordre :
N° de série :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE ECHAHID HAMMA LAKHDAR EL-OUED
FACULTE DES SCIENCES DE LA NATURE ET DE LA VIE
DEPARTEMENT DE BIOLOGIE CELLULAIRE ET
MOLECULAIRE

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de Licence Académique

Filière : Sciences biologiques

Spécialité : Biochimie

THEME

**Hydrodistillation de l'Huile Essentielle d'une
Espèce de Citrouille (*Cucurbita pepo*)**

Présenté par :

BEN AMARA Souhaila

GHEMAM AMARA Amel

MELIK Maroua

MESGHOUNI Houda

Dirigé par :

HADDAD Larbi

Année universitaire 2014/2015

Remerciements

Avant tout, nous remercions notre créateur Allah , Grand et Miséricordieux, le tout puissant sur lui pour le courage qu'il nous a donné pour mener ce travail à terme.

Nous commençons par exprimer nos profondes reconnaissances et notre vifs remerciements à notre encadreur Mr. HADDAD Larbi de son grand aide durant la réalisation de notre travail, il nous a orienté vers le succès avec ses connaissances en partageant des idées et aussi l'encouragement tout on long de notre épreuve, comme il a été présent à tout moment qu'on a besoin de lui, que le tout puissant soit avec lui et lui protège.

Nos remerciements vont également à Mr. TEJAINI Abdelmalek - Direction des Services Agricoles de la wilaya d'El Oued, pour son aide à identifier l'espèce de la plante cible.

Nous tenons aussi à exprimer notre gratitude à Mr. LAADJEL Abedalkader pour la documentation qu'il nous a offert, ainsi pour ses orientations concernant le protocole expérimental.

Nos sincères reconnaissances vont à Mr. SOLTANE Abdelhak, technicien de laboratoire pour ses idées pratiques lors de la manipulation.

A tous nos amis et collègues, qui nous ont soutenu et qui nous ont aidé à l'avancement de ce mémoire.

A toute personne qui a participé de près ou de loin, directement ou indirectement, à la réalisation de ce travail.

Résumé

Résumé

Notre objectif est l'étude de l'extraction par hydrodistillation des huiles essentielles de *Cucurbita pepo*, une espèce de citrouille, très répandue, d'origine américaine, et cultivée partout dans le monde.

La partie pratique a montré qu'aucune quantité de l'huile essentielle a été apparue. En revanche, une huile grasse très visqueuse a été obtenue dans le ballon. Plusieurs explications ont été élaborées. Une parmi eux les plus importantes tourne autour le bon choix de la méthode d'extraction de *Cucurbita pepo*.

Mots clés : hydrodistillation, Clevenger-modifié, huile essentielle, *Cucurbita pepo*.

SOMMAIRE

Introduction Générale	
PREMIERE PARTIE : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	
Chapitre I : Généralités sur <i>Cucurbita pepo</i>	
1. Historique.....	5
2. Caractéristiques de la plante.....	5
2.1. Classification botanique de <i>Cucurbita pepo</i>	5
2.2. Nomination.....	6
2.3. Répartition géographique.....	6
2.4. Description botanique.....	6
2.5. Principaux constituants de la plante de citrouille.....	6
2.6. Domaines d'utilisation de <i>Cucurbita pepo</i>	7
2.6.1. Usages médicaux.....	7
2.6.1.1. Utilisations appuyées par des données cliniques.....	7
2.6.1.2. Utilisations décrit dans la médecine traditionnelle.....	7
2.6.2. Utilisations cosmétiques et soins de peau	8
2.6.3. Agro-alimentaire.....	8
Chapitre II : Les Huiles Essentielles	
1. Définition.....	10
2. Répartition et localisation.....	11
2.1. Répartition.....	11
2.2. Localisation.....	12
3. Utilisations.....	12
3.1. Thérapeutique.....	12
3.2. Parfumerie et cosmétologie.....	13
3.3. Alimentation.....	13
4. Rôle des huiles essentielles chez les plantes.....	13
5. Propriétés physico-chimiques.....	14
6. Propriétés Toxicologiques.....	14
7. Caractéristiques des huiles essentielles.....	15
7.1. Chémotypes.....	15
7.2. Composés aromatiques.....	15
7.3. Terpénoïdes.....	16

7.3.1. Monoterpènes.....	16
7.3.2. Sesquiterpènes.....	16
7.3.3. Composés d'origine diverses.....	17
8. Méthodes d'analyse chimiques des huiles essentielles.....	17
8.1. Chromatographie en phase gazeuse (CPG).....	17
8.2. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectroscopie de masse (CPG/SM).....	18
Chapitre III : Techniques d'Extraction des Huiles Essentielles	
1. Historique.....	21
2. Procédés d'extraction.....	21
2.1. Distillation.....	21
2.1.1. Hydrodistillation.....	22
2.1.2. Entraînement à vapeur saturée.....	23
2.1.3. Hydrodiffusion.....	23
2.2. Extraction par solvants.....	24
2.3. Expression à froid.....	25
2.4. Extraction par micro- ondes.....	26
2.5. Extraction par gaz supercritique.....	26
3. Tableau récapitulatif	27
DEUXIEME PARTIE : PARTIE PRATIQUE	
Matériels, Méthodes, Résultats et Discussion	
1. Matériels.....	31
1.1. Matériel végétal.....	31
1.2. Extracteur.....	32
2. Hydrodistillation de <i>Cucurbita pepo</i>	33
3. Discussion.....	33
Conclusion générale.....	35
Références bibliographiques.....	38
Résumé et mots clés	

LISTE DES TABLEAUX

Numéro	Titre	Page
Tableau 1	Constituants chimiques principaux de <i>Cucurbita pepo</i>	7
Tableau 2	Répartition des huiles essentielles chez quelques plants	11
Tableau 3	Analyse pare CPG des huiles essentielles d' <i>Ajowan</i>	19
Tableau 4	Avantages et inconvénients des méthodes d'extraction	28

LISTE DES FIGURES

Numéro	Titre	Page
Figure 1	Morphologie de <i>Cucurbita pepo</i>	5
Figure 2	Glande sécrétrice avec cuticule dans la face inférieure de la feuille d' <i>Origanum vulgare</i>	12
Figure 3	Structure de quelques composés aromatiques	15
Figure 4	Structure de l'unité isoprénique	16
Figure 5	Structure de quelques monoterpènes	16
Figure 6	Structure de quelques sesquiterpènes	17
Figure 7	Principe du chromatographe en phase gazeuse	18
Figure 8	Chromatogramme en phase gazeuse de l'huile essentielle d' <i>Ajowan</i>	19
Figure 9	Hydrodistillation (Clevenger)	22
Figure 10	Schéma du dispositif de l'entraînement à la vapeur d'eau	23
Figure 11	Montage d'hydrodiffusion	24
Figure 12	Montage du Soxhlet	25
Figure 13	Montage de l'expression à froid	25
Figure 14	Montage d'extraction assistée par micro-onde	26
Figure 15	Représentation schématique d'une chaîne d'extraction de composés par gaz supercritique	27
Figure 16	Plante de <i>Cucurbita pepo</i> de la région d'El Oued	31
Figure 17	Gauche : pelures ; Droite : graines de <i>Cucurbita pepo</i>	32
Figure 18	Essencier type Clevenger	32

LISTE DES ABREVIATIONS

A.F.NOR. : Association Française de Normalisation

CPG/SM : Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectroscopie de masse

CPG : Chromatographie en phase gazeuse

GABA : Acide gamma-aminobutyrique

ISO : International Standard Organization

J.C. : Jésus-Christ

Tr : Temps de rétention

VMHD : Vacuum Microwave Hydrodistillation

Introduction Générale

Les plantes ont toujours fait partie de la vie quotidienne de l'Homme, puisqu'il s'en sert pour se nourrir, se soigner et parfois dans ses rites religieux.

L'histoire des plantes aromatiques et médicinales est associée à l'évolution des civilisations. Dans toutes les régions du monde, l'histoire des peuples montre que ces plantes ont toujours occupé une place importante en médecine, dans la composition des parfums et dans les préparations culinaire (CHOUITAH., 2012).

Aujourd'hui encore, la science confirme les différentes vertus des plantes aromatiques et de leurs huiles essentielles et leurs extraits bruts dont les domaines d'application sont très variés et qui sont très utilisés dans les cosmétiques, les parfumeries, les industries de savon et de détergents en volume impressionnant (KESBI., 2011).

Les huiles essentielles sont très efficaces sur les germes résistants aux antibiotiques; ce qui leur donne une place parmi les moyens thérapeutiques pour guérir, atténuer ou prévenir les maladies et les infections.

Les perspectives d'application sont nombreuses comme, par exemple, le traitement des affections bactériennes et fongiques de la cavité buccale et du système respiratoire. Ces auteurs ont démontré que les huiles essentielles de thym, d'écorce de cannelle, de lemon-grass, de périlla et de menthe poivrée se sont révélées très efficaces sur les principaux germes pathogènes, responsables des infections respiratoires, notamment *Streptococcus pneumoniae*, *Streptococcus pyogenes* et *Staphylococcus aureus* les plus étudiés sont l'inhibition des germes.

Les huiles essentielles s'opposent au développement des germes tels que les bactéries pathogènes, y compris les souches habituellement anti-biorésistantes, les champignons responsables de mycoses et les levures (*Candida*) dont, les doses actives sont en général faibles et se traduisent soit par l'inhibition de la croissance des micro-organismes soit par un effet létal.

En outre, des études récentes ont montré que certaines huiles essentielles possèdent des propriétés antivirales et antiparasitaires (CHOUITAH., 2012).

Citrouille est l'une des plantes médicinales les plus utilisées à travers le monde. Les extraits des huiles de cette plante sont largement utilisés, dans la médecine traditionnelle, depuis des siècles contre une multitude de maux. Aujourd'hui, le Citrouille est entré dans la médecine moderne.

L'objectif de notre travail est d'étudier les caractéristiques de l'huile essentielle obtenue par hydrodistillation de *Cucurbita pepo*.

Il faut bien signaler que *Cucurbita pepo* est un sujet d'extraction tout à fait nouveau, alors, il est bien évident que les références qui traitent cette plante sont très rares, ainsi, les résultats sont inconnus.

Le plan de ce manuscrit est présenté en deux grandes parties comme suit :

- Première partie : synthèse bibliographique. Cette partie est subdivisée en trois chapitres :
- Le premier chapitre est réservé à la présentation de l'espèce étudiée, à savoir
- Des généralités sur les huiles essentielles font l'objet de deuxième chapitre *Cucurbita pepo*.
- Le troisième chapitre est un enrichissement de bagage sur les méthodes d'extraction.
- L'extraction de l'huile essentielle de *Cucurbita pepo* fait l'objet de deuxième partie.

Première Partie : Synthèse
Bibliographique

Chapitre I

Généralités sur

Cucurbita pepo

PREMIERE PARTIE : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I : Généralités sur *Cucurbita pepo*

1. Historique

La citrouille et la courge sont de très anciennes plantes retrouvées dans des restes archéologiques américains. On situe son origine en Amérique, mais il existe des *Cucurbita pepo* sauvages en Afrique. Selon certains auteurs, *Cucurbita pepo* et *Cucurbita moschata* sont originaires d'Amérique et *Cucurbita maxima* de l'Asie. D'autres variantes pour les différents *Cucurbita* ont été proposées.

La courge n'a atteint la France et les îles britanniques qu'au XVII^e siècle, et la Russie qu'au XIX^e siècle. Elle existe dans les Balkans, la Turquie et en Italie depuis le XVI^e siècle. Leonhart Fuchs le médecin et botaniste allemand (LEPILLIET., 2012) nomme « Turkischen Cucumer » (concombre turc) la variété *Cucurbita maxima*, « Meercucumer » le *Cucurbita pepo*. La variété intéressante pour la médecine est surtout *Cucurbita pepo*, et en particulier la variété *Cucurbita pepo* conv. *Citrullinina* var. *Styriaca* en raison de son huile (GHEDIRA et GOETZ., 2013).

2. Caractéristiques de la plante

2.1. Classification botanique de *Cucurbita pepo*

Règne : Végétal

Division : Trachéophytes (plantes vasculaires)

Subdivision : Spermatophytes
(phanérogames)

Infradivision : Angiospermae (plantes
à fleurs)

Classe : Magnoliopsida

Superordre : Rosanae

Ordre : Cucurbitales

Famille : Cucurbitaceae

Genre : *Cucurbita*

Espèce : *Cucurbita pepo*



Figure 1 : Morphologie de *Cucurbita pepo*
(<http://cumuseum.colorado.edu/exhibits/object/s/pemberton-painting-cucurbita-pepo-l-pumpkin>., 03/03/2015).

2.2. Nomination

Français : courge, courge pépon, courgette, pépon, gourde.

Allemand : Kürbissamen, Gewöhnlicher Kürbis.

Anglais : gourd, pumpkin, field pumpkin, squash, légume marrow.

Italien : zucchini, zucca, zucchette.

Espagnol : calabacin, calabaza de San Juan.

Arabe : qaraa قراة (GHEDIRA et GOETZ., 2013).

2.3. Répartition géographique

Originaire d'Amérique du Nord et dans le monde entier cultivée (World Health Organization., 2009).

2.4. Description botanique

Annuels, la courge, herbes monoïques (unisexuées) avec vert foncé, non glacé, 3-5 feuilles lobées; prostrer ou l'escalade; tiges ramifiées, épineux, jusqu'à 10 m de long (World Health Organization., 2009)., caractérisée par de grandes fleurs (5 à 10 cm) pentamères, gamopétales, jaunes. Les feuilles, à cinq lobes plus ou moins distincts, sont velues, longuement pétiolées et couvertes de poils raides. Le fruit est une grosse baie volumineuse, charnue, renfermant de nombreuses graines dans une pulpe spongieuse.

La graine est aplatie, blanchâtre. Amincie en goulot oblique à l'une de ses extrémités, elle est bordée d'un bourrelet arrondi (GHEDIRA et GOETZ., 2013).

2.5. Principaux constituants de la plante de citrouille

Le tableau ci-dessous représente les principaux constituants chimiques de la plante étudiée.

Tableau 1 : Constituants chimiques principaux de *Cucurbita pepo* (GHEDIRA et GOETZ., 2013).

Familles de constituants chimiques	Constituants chimiques
Huile grasse, 30-53 %	-Acides palmitique, stéarique, oléique (15 à 48 %), linoléique (35 à 68 %). - β - et γ -tocophérols (pas d'alpha-tocophérol) (30 mg %) - Δ_7 -stérois comprenant le spinastérol, l' α -spinastérol, le Δ_7 -ergostenol et le Δ_7 -stigmastérol -Ainsi que de faibles quantités de Δ_5 -stérois tels que le campestérols, le stigmastérols, le clérostérols et l'isofucostérol -Squalène (partie insaponifiable : 39-46 %)
Caroténoïdes	β -carotène
Alcools	Cucurbitol, polyalcool, myo-inositol
Acides carboniques	Acides oxycérotinique, abscessinique...
Acides aminés	Acide gamma-aminobutyrique (GABA), éthylasparagine, citrulline et cucurbitine (ou 3-amino-3-carboxypyrrolidine)
Autres	Protochlorophylle, glucides, (6 à 10 %), minéraux (4 à 5 %) : phosphore, calcium, magnésium, fer, cuivre, manganèse et sélénium

2.6. Domaines d'utilisation de *Cucurbita pepo*

2.6.1. Usages médicaux

2.6.1.1. Utilisations appuyées par des données cliniques

Pour le traitement symptomatique des difficultés avec la miction associé à l'adénome prostatique de stade I-II et de la vessie irritable.

2.6.1.2. Utilisations décrit dans la médecine traditionnelle

Utilisé pour le traitement de l'asthme, les brûlures, l'eczéma, la constipation, la fièvre, les maux de dents et les ténias (WHO monographs on selected medicinal plants., 2009).

2.6.2. Utilisations cosmétiques et soins de peau

L'huile de graines de citrouille a été utilisée à travers le monde comme un traitement pour les plaies, les ulcères et autres problèmes de peau. Sa haute teneur en stérol et vitamines E le rend idéal pour l'cet effet (ATHAR et NASIRA., 2005).

2.6.3. Agro-alimentaire

La citrouille consommé comme légume dans diverses parties du monde (SENTU et DEBJANI., 2008).

Chapitre II

Les Huiles Essentielles

Chapitre II : Les Huiles Essentielles

Les premières preuves de fabrication et d'utilisation des huiles essentielles datent de l'an 3000 avant J.C. Les huiles essentielles semblent donc avoir accompagné la civilisation humaine depuis, ses premières genèses. Les égyptiens, puis les grecs et les romains ont employé diverses matières premières végétales ainsi que les produits qui en découlent, notamment les huiles essentielles. Ces utilisations concernaient différents domaines: parfumerie, médecine, rites religieux, coutumes païennes, alimentation,... etc.

Par la suite, les huiles essentielles ont bénéficié des avancées scientifiques, au niveau des techniques d'obtention et de l'analyse de leur composition chimique. Parallèlement, leur utilisation a aussi tiré profit de l'avènement de l'aromathérapie. René-Maurice Gattefosse a créé, en 1928, le terme de l'aromathérapie et il a mené de nombreux travaux concernant les huiles essentielles, notamment leurs propriétés ; ces résultats sont à l'heure actuelle à l'origine de nombreuses autres recherches (BESOMBES., 2008).

1. Définition

Le terme huile essentielle est le parfum des plantes aromatiques. Elle s'appelle aussi essence ou huile volatile (CHOUITAH., 2012).

D'après la Pharmacopée Européenne, définit les exigences relatives à la composition qualitative et quantitative des médicaments, les essais à effectuer sur les médicaments et sur les substances et matériaux utilisés pour leur fabrication (<https://www.edqm.eu/fr/european-pharmacopoeia-8th-edition-1563.html>., 28/02/2015), une huile essentielle est un produit odorant, généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par distillation sèche, soit par un procédé mécanique approprié sans chauffage (BARLIER., 2014).

D'après Naves (1976), aucune des définitions des huiles essentielles n'a le mérite d'être claire, ni précise (BOUSBIA., 2011). Cet auteur définit les huiles essentielles comme des mélanges de divers produits issus d'une espèce végétale, ces mélanges passent avec une certaine proportion d'eau lors d'une distillation effectuée dans un courant de vapeur d'eau. Cette définition a été reprise à peu de choses près par Association Française de Normalisation (AFNOR) et International Standard Organization (ISO) (BOUGUERRA., 2012) : une huile essentielle est définie comme un produit obtenu à partir d'une matière première d'origine végétale, après séparation de la phase aqueuse par des procédés physiques : soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe des plantes contenant des citrals, soit par distillation sèche (DUVAL., 2012).

Selon les normes internationales, les huiles essentielles doivent être liquides à température ambiante, de consistance huileuse mais non grasse, leur densité inférieure à celle de l'eau à l'exception de quelques cas (cannelle, sassafras et vétiver), volatiles, insolubles dans l'eau, et solubles dans les huiles végétales, dans l'éther et dans l'alcool jusqu'à un certain pourcentage, peu polaires (CHIBANI., 2013).

2. Répartition et localisation

2.1. Répartition

Les huiles essentielles n'existent quasiment que chez les végétaux supérieurs. Il y aurait, selon Lawrence (ABI-AYAD., 2009), Natural Products Editor, Perfumer & Flavorist magazine; Editor-in-Chief, Journal of Essential Oil Research (<http://www.perfumerflavorist.com>., 28/02/2015), 17500 espèces aromatiques (CHOUITAH., 2012). Elles sont des substance largement réparties dans le règne végétal, certaine familles en sont très riches :

- Les labiées : les menthes, les lamiers, la sauge et les lavandes.
- Les rutacées : les citrus, les agrumes et la bergamote.
- Les myrtacées : l'eucalyptus, le goyavier, le myrte et le giroflier (NAIT ACHOUR., 2012).

Elles peuvent être stockées dans tous les organes végétaux (ABI-AYAD., 2009). Le tableau suivant représente la répartition des huiles essentielles chez quelques plantes

Tableau 2 : Répartition des huiles essentielles chez quelques plantes (LAMAMRA., 2010).

Organes	Plantes
Les sommités fleuries	Lavande et Menthe
Les écorces	Cannelier
Les racines	Vétiver
Les rhizomes	Gingembre
Les fruits	Anis, Fenouil et Badiane
Le bois	Camphrier
Les feuilles	Citronnelle et Eucalyptus
Les graines	Muscade
Les boutons floraux	Clou de girofle

2.2. Localisation

Les huiles essentielles sont produites dans des cellules glandulaires spécialisées recouvertes d'une cuticule.

Elles sont alors stockées dans des cellules à huiles essentielles (Lauraceae ou Zingiberaceae), dans des poils sécréteurs (Lamiaceae), dans des poches sécrétrices (Myrtaceae ou Rutaceae) ou dans des canaux sécréteurs (Apiaceae ou Asteraceae). Elles peuvent aussi être transportées dans l'espace intracellulaire lorsque les poches à essences sont localisées dans les tissus internes.

Les huiles essentielles très altérables, sensibles à l'oxydation et ont tendance à se polymériser donnant lieu à la formation de produits résineux, pour ça sur le site de stockage, les gouttelettes d'huile essentielle sont entourées de membranes spéciales constituées d'esters d'acides gras hydroxylés hautement polymérisés, associés à des groupements peroxydes. En raison de leur caractère lipophile et donc de leur perméabilité extrêmement réduite vis-à-vis des gaz, ces membranes limitent fortement l'évaporation des huiles essentielles ainsi que leur oxydation à l'air, il convient alors de les conserver à l'abri de la lumière et de l'air (LAIB., 2011).

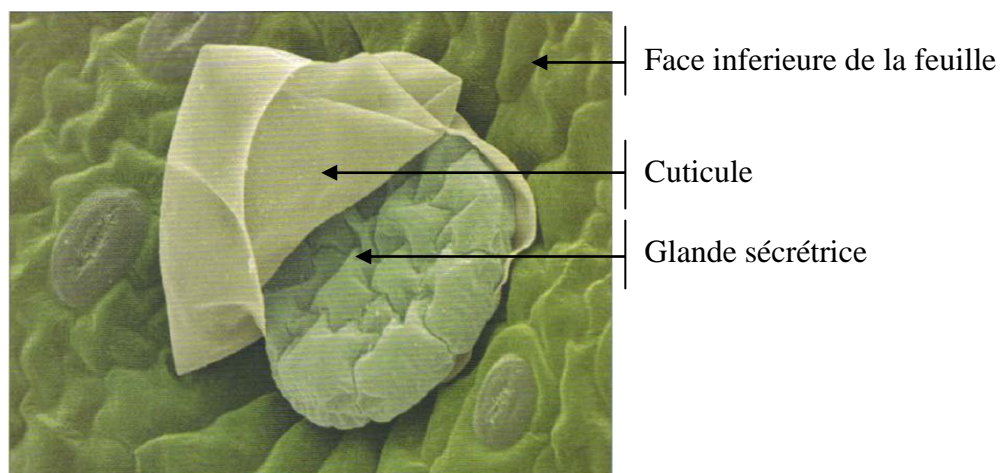


Figure 2 : Glande sécrétrice avec cuticule dans la face inférieure de la feuille d'*Origanum vulgare* (LAMAMRA., 2010).

3. Utilisations

Ces produits naturels présentent un grand intérêt comme matière première destinée à différents secteurs d'activité tels que : (HAMEURLAINE., 2009)

3.1. Thérapeutique

Les huiles à utilisation médicinale peuvent être vendues pures en petits flacons ou sous forme de vaporisateurs, de pastilles, de bonbons... etc. Elles peuvent également être utilisées comme inhalant pour soulager les difficultés respiratoires, comme dentifrice (dans l'eau),

ainsi que pour rafraîchir ou soulager la gorge. Par conséquent, les huiles essentielles ont une variété d'applications et, dans bien des cas, la même huile peut être recherchée pour des propriétés différentes selon les secteurs industriels. Les propriétés médicinales des huiles essentielles sont nombreuses, mais chacune possède ses vertus particulières (LAMAMRA., 2010).

3.2. Parfumerie et cosmétologie

Les propriétés odoriférantes des huiles essentielles confèrent à ces dernières une consommation importante en parfumerie et en cosmétique.

A la cosmétologie et le secteur des produits d'hygiène on notera la présence des huiles essentielles dans les préparations dermatopharmacologiques (bais calmant ou relaxant), et leur emploi dans les rouges à lèvres, les shampoings et les dentifrices, se sont surtout les huiles essentielles de lavande, de citron, de citronnelle qui sont utilisées (KESBI., 2011).

3.3. Alimentation

L'industrie alimentaire utilise les huiles essentielles pour rehausser le goût des aliments, pour parfumer et colorer. Le secteur des boissons gazeuses s'avère un gros consommateur d'huiles.

Aussi, les fabricants d'aliments préparés les utilisent de plus en plus parce que le nombre de produits augmente et le consommateur recherche d'avantage les produits avec des ingrédients naturels. Dans ce secteur, les volumes d'huiles essentielles peuvent être très importants. L'huile la plus utilisée dans le monde est l'huile essentielle d'orange (LAMAMRA., 2010).

4. Rôle des huiles essentielles chez les plantes

Le rôle des huiles essentielles dans la plante est peu connu jusqu'à présent (KHEBRI., 2011).

En effet, ces substances jouent un rôle non négligeable dans la pollinisation et la dispersion des spores. Souvent, elles constituent un moyen de défense vis-à-vis des pathogènes (microorganismes, champignons, insectes et herbivores) et parfois elles semblent avoir une action téléttoxique sur la germination. Ces diverses actions sont facilitées par la localisation périphérique des éléments sécréteurs (NOURACHANI., 2010).

5. Propriétés physico-chimiques

En ce qui concerne les propriétés physico-chimiques, les huiles essentielles forment un groupe très homogène. Les principales caractéristiques sont :

- Liquides à température ambiante.
- Volatiles et très rarement colorées.
- Une densité faible pour les huiles essentielles à forte teneur en monoterpènes.
- Un indice de réfraction variant essentiellement avec la teneur en monoterpènes et en dérivés oxygénés. Une forte teneur en monoterpènes donnera donc un indice élevé.

Cependant, une teneur élevée en dérivés oxygénés produira l'effet inverse.

Solubles dans les alcools à titre alcoométrique élevé et dans la plupart des solvants organiques mais peu solubles dans l'eau.

Douées d'un pouvoir rotatoire puisqu'elles sont formées principalement de composés asymétriques (LAIB., 2011).

6. Propriétés Toxicologiques

Les huiles essentielles contiennent des milliers de composants : elles sont très efficaces, mais aussi très dangereuses et toxiques.

La toxicité des huiles essentielles, principalement des cétones monoterpéniques, est connue depuis le siècle dernier (KESBI., 2011).

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

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

On connaît par contre beaucoup mieux le risque de toxicité aiguë lié à une ingestion massive, en particulier la neurotoxicité des huiles essentielles à thuyone (thuya, absinthe, tanaïse, sauge, officinale) ou à pinocomphone (hysope) : ces cétones induisent des crises épileptiformes et tétaniformes, des troubles psychiques et sensoriels nécessitant l'hospitalisation.

De telles intoxications ne sont pas exceptionnelles. D'autres monoterpènes sont également toxiques à doses fortes, à titre d'exemple, camphre et menthol, (risque de spasme de glotte chez le jeune enfant), cinéole, E-anéthole. Cette toxicité non négligeable conduit à adopter une attitude prudente face aux pratiques telles que l'aromathérapie lorsqu'elles

utilisent des huiles essentielles pures et à doses fortes par voie orale et, à fortiori, en mélange (HAMEURLAINE., 2009).

7. Caractéristiques des huiles essentielles

7.1. Chémotypes

Les chémotypes ou chimiotypes sont les différents ensembles de molécules chimiques que des plantes, appartenant à la même espèce (JOUAULT., 2012). Une plante, de même variété botanique, élabore des huiles essentielles de composition biochimique différente (donc de propriétés différentes) en fonction de son origine (pays, climat, altitude, sol, saison,...) (TEGGAR., 2012). Il définit la molécule aromatique révélatrice des principales propriétés thérapeutiques de l'huile essentielle (MAYER., 2012).

La composition d'une huile essentielle est en général très complexe. Jusqu'à présent, plus de 3000 constituants ont été isolés à partir des huiles essentielles (DASILVA., 2010).

Les huiles essentielles sont des composés de groupes Terpénoides d'une part et de groupe des composés aromatiques dérivés du phénylpropane beaucoup moins fréquent d'autre part (HAMDANI., 2012).

7.2. Composés aromatiques

Les dérivés du phénylpropane sont moins abondants que les terpénoides (HELLAL., 2011). Cette classe comporte des composés odorants bien connus comme la vanilline, l'eugénol, l'anéthole, l'estragole et bien d'autres (EL HAIB., 2011). Ils sont plus fréquents dans les huiles essentielles d'Apiaceae (anis, fenouil, cannelle, basilic)(HELLAL., 2011).

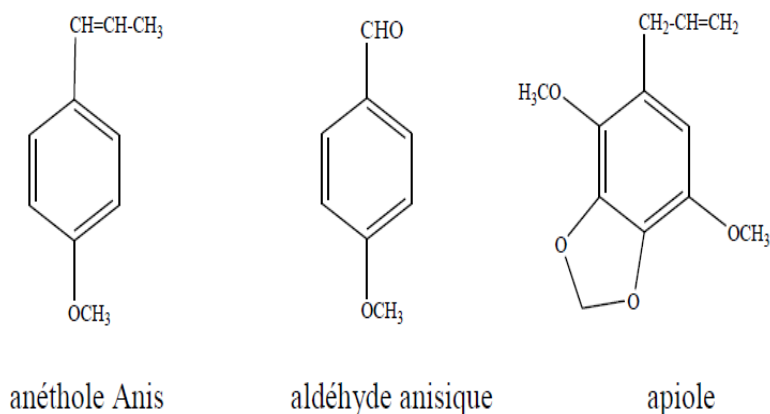


Figure 3 : Structure de quelques composés aromatiques (SAIHI., 2011).

7.3. Terpénoïdes

Ce sont des molécules composées d'un nombre variable d'unités d'isoprène (JOUAULT., 2012), c'est-à-dire $(C_5H_8)_n$ (NAIT ACHOUR., 2012) comptant les monoterpènes, les sesquiterpènes et les diterpènes (JOUAULT., 2012).

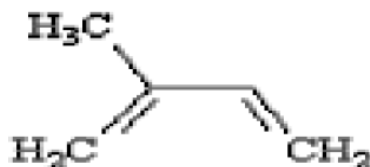


Figure 4 : Structure de l'unité isoprénique (HAMEURLAINE., 2009).

La classification des terpénoïdes repose sur le nombre d'unités terpéniques (LOGRADA., 2010) :

7.3.1. Monoterpènes

Composés à 10 carbones, souvent volatils, aromatiques (sens olfactif) et biologiquement actifs (bactériostatiques, signalisation plantes-insectes). Ils sont largement présents dans les résines et les huiles essentielles (exemples du pinène constituant majeur de l'essence de térébenthine et du menthol). On distingue les monoterpènes linéaires, des monoterpènes monocycliques et bicycliques.

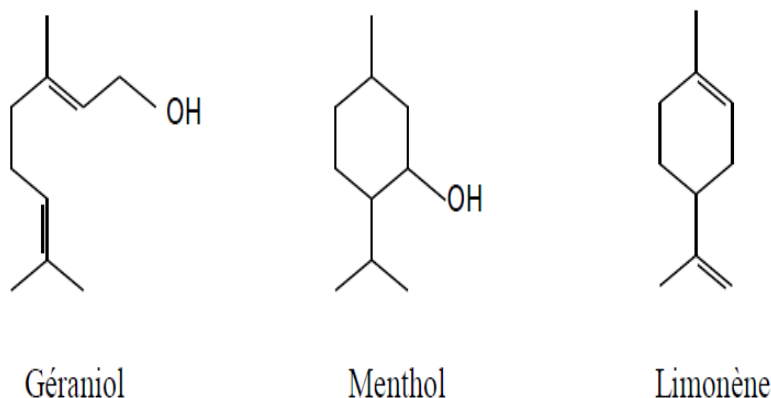


Figure 5 : Structure de quelques monoterpènes (SAIHI., 2011).

7.3.2. Sesquiterpènes

Composés à 15 carbones assez représentés chez les végétaux. Le farnésol un sesquiterpène linéaire de nombreuses huiles essentielles, abondamment utilisé en parfumerie. On distingue également les sesquiterpènes monocycliques et polycycliques (exemple : le caryophyllène, un sesquiterpène bicyclique en partie responsable du piquant du poivre).

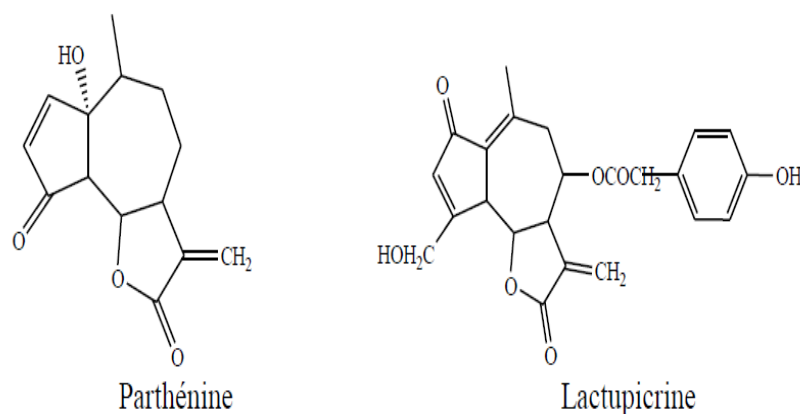


Figure 6 : Structure de quelques sesquiterpènes (SAIHL, 2011).

7.3.3. Composés d'origine diverses

Il existe un nombre non négligeable de produits résultant de la transformation de molécules non volatiles issues soit de la dégradation des terpènes ou des acides gras (HELLAL., 2011). D'autres composés azotés ou soufrés peuvent subsister mais sont rares (LAMAMRA., 2010).

8. Méthodes d'analyse chimique des huiles essentielles

La plupart des méthodes appliquées dans l'analyse des huiles essentielles reposent sur des procédures chromatographiques. La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une méthode appropriée pour la séparation et l'identification des composants d'une huile ; elle réalise à la fois une analyse qualitative et quantitative. La CPG couplée à la spectroscopie de masse (CPG/SM), permet de fournir un chromatogramme accompagné d'un ensemble de spectres de masse correspondants à chaque pic chromatographique, ce qui permet l'identification précise de la majorité des constituants séparés par la CPG (KEHAL., 2013).

8.1. Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

La Chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une méthode d'analyse par séparation (VENTURINI., 2012) des constituants d'un mélange (CHIKHOUNE., 2011) qui s'applique aux composés gazeux ou susceptibles d'être vaporisés par chauffage sans décomposition. Cette technique de séparation permet d'effectuer l'individualisation des constituants à partir d'échantillons de l'ordre du milligramme voire du microgramme (VENTURINI., 2012). Il est volatilisé (SEDDIK., 2010). Le principe de base repose sur les équilibres de concentration des composés présents (CHIKHOUNE., 2011).

L'échantillon est introduit, sous forme liquide ou gazeuse, dans l'injecteur qui a la double fonction de le porter à l'état de vapeur et de l'amener dans le flux gazeux en tête de la colonne.

La séparation est basée sur la différence des interactions des composés de l'échantillon avec les deux phases : une phase mobile et une phase stationnaire. En effet, les différences des pressions de vapeur des molécules de chaque composé sont à l'origine de leur partition entre la phase mobile et la phase stationnaire. Les composés, qui ont traversé la colonne grâce au gaz vecteur, passent dans un détecteur les uns après les autres, après un laps de temps en rapport avec leurs propriétés physiques et chimiques (SELADJI., 2014). Les effluents sortant à tour de rôle de la colonne doivent être repérés et ce repère transformé en un signal électrique que l'on puisse enregistrer pour constituer le chromatogramme. les détecteurs existants : détecteurs à conductivité thermique (catharomètre), azote-phosphore, à capture d'électrons et à ionisation de flamme (CHIKHOUNE., 2011).

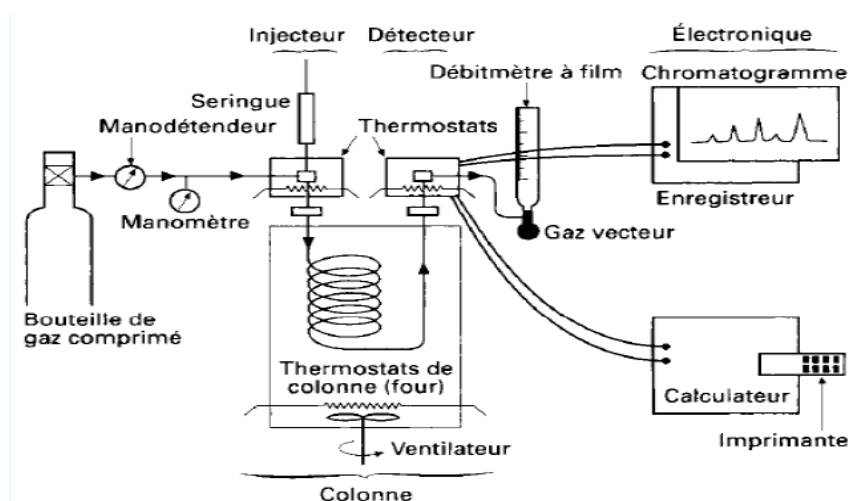


Figure 7 : Principe du chromatographe en phase gazeuse (CHIKHOUNE., 2011).

8.2. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectroscopie de masse (CPG/SM)

Aujourd'hui, c'est une des techniques les plus utilisées de la chimie analytique. L'intérêt de ce couplage est la séparation des constituants d'un mélange. La chromatographie en phase gazeuse est réservée à l'analyse de composés relativement volatils et thermiquement stables.

Le spectromètre de masse permet l'identification et la quantification des analyses (SEDIK., 2010). Le domaine d'application des CPG/SM se confond avec celui de la CPG et

tous les progrès récents de la CPG ont été transposés à la CPG/SM, notamment en termes de rapidité d'analyse en analyse quantitative, des dosages exacts et précis sont obtenus avec une très grande dynamique de réponse (SELADJI., 2014). La technique est la suivante. On injecte un mélange dans l'appareil de CPG, on obtient un chromatogramme mais sitôt passé en CPG, les gaz ionisés sont injectés dans un spectrographe de masse. On obtient pour chaque pic de CPG (un temps de rétention correspondant) un spectre de masse permettant de caractériser le composé obtenu (SEDIK., 2010).

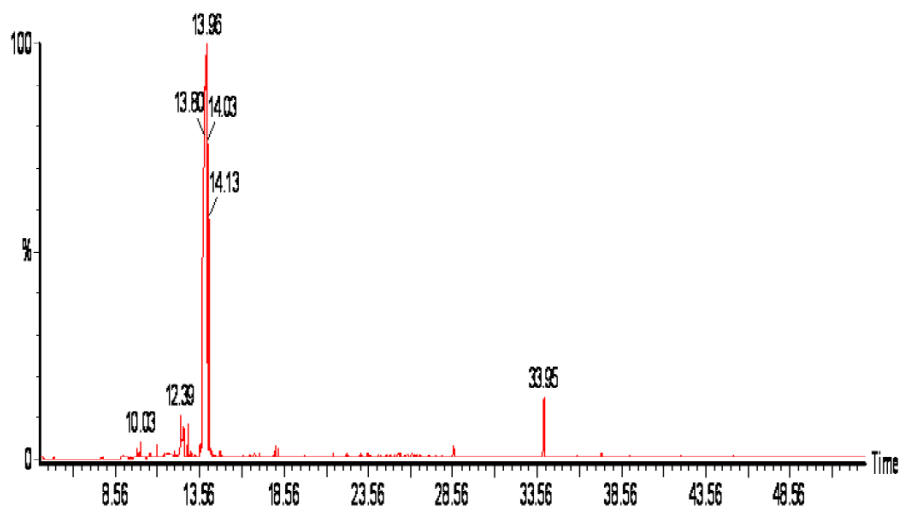


Figure 8 : Chromatogramme en phase gazeuse de l'huile essentielle d'Ajowan (SEDIK., 2010).

Nous avons regroupé dans le tableau suivant le temps de rétention de chaque pic et son identification probable.

Tableau 3 : Analyse pare CPG des huiles essentielles d'Ajowan (SEDIK., 2010).

N° du pic	1	2	3	4	5	6	7
Tr (min)	10,03	12,39	13,80	13,96	14,03	14,13	33,96
Identification	-	α -Terpinéol	-	Thymol	-	-	Ac.adipique

Chapitre III

Techniques d'Extraction des Huiles Essentielles

Chapitre III : Techniques d'Extraction des Huiles Essentielles

1. Historique

Depuis longtemps, les hommes avaient cherché le moyen de séparer les éléments huileux des produits aromatiques. Ils réussirent en soumettant la matière à l'action de la chaleur. Les substances aromatiques étaient transformées en vapeur ; il suffisait de les recueillir et de les refroidir pour les obtenir sous forme liquide (BOUSBIA., 2011).

Ce procédé qui se faisait à feu nu, prit le nom de distillation. Il était certainement connu des chinois et des indiens depuis 20 siècles avant J.C. Les égyptiens et les arabes ont prévalu des caractéristiques médicinales et aromatiques des plantes : la conservation des momies, l'aromatisation des bains, la désinfection des plaies avec les onguents, les parfums et la fabrication des boissons aromatiques (BENYAHIA., 2014).

2. Procédés d'extraction

Comme mentionné précédemment, il existe plusieurs méthodes d'extraction des huiles essentielles. Le choix de la méthode la mieux adaptée se fait en fonction de la nature de la matière végétale à traiter, des caractéristiques physico-chimiques de l'essence à extraire, de l'usage de l'extrait et l'arôme du départ au cours de l'extraction. Les principales méthodes d'extraction sont : (KESBI., 2011).

- Hydrdistillation.
- Distillation à vapeur saturée.
- Hydrodiffusion.
- Extraction par solvants.
- Expression à froid.
- Extraction par micro-ondes.

- Extraction par gaz supercritiques.

2.1. Distillation

Il existe trois méthodes de base de distillation pour l'obtention des huiles essentielles qui reposent sur le même principe : entraînement des constituants volatils du matériel végétal par la vapeur d'eau, hydrodistillation et l'hydrodiffusion. La différence entre eux réside dans le degré de contact entre l'eau liquide et le matériel végétal (LAMAMRA., 2010).

2.1.1. Hydrodistillation

L'hydrodistillation proprement dite est la méthode normée pour l'extraction d'une huile essentielle, ainsi que pour le contrôle de qualité (FROUHAT et LAHCINI., 2013).

Le principe de l'hydrodistillation correspond à une distillation hétérogène. Le procédé consiste à immerger la matière première végétale dans un bain d'eau. L'ensemble est ensuite porté à ébullition généralement à pression atmosphérique (BENABDELKRIM., 2013).

La chaleur permet l'éclatement et la libération des molécules odorantes contenues dans les cellules végétales. Ces molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau, un mélange azéotrope. Sachant que la température d'ébullition d'un mélange est atteinte lorsque la somme des tensions de vapeur de chacun des constituants est égale à la pression d'évaporation, elle est donc inférieure à chacun des points d'ébullition des substances pures.

Ainsi le mélange azéotrope « eau + huile essentielle » distille à une température égale 100 °C à pression atmosphérique alors que les températures d'ébullition des composés aromatiques sont pour la plupart très élevées. Il est ensuite refroidi et condensé dans un essencier ou vase florentin. Une fois condensées, eau et molécules aromatiques du fait de leurs différences de densité, se séparent en une phase aqueuse et une phase organique : "l'huile essentielle" (AYAIDIA., 2011).

La durée d'une hydrodistillation peut considérablement varier, pouvant atteindre plusieurs heures, selon le matériel utilisé et la matière végétale à traiter. La durée de la distillation influence non seulement sur le rendement mais également sur la composition de l'extrait (HAMEURLAINES., 2009).



Figure 9 : Hydrodistillation (Clevenger) (AYAIDIA., 2011).

2.1.2. Entraînement à la vapeur saturée

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des huiles essentielles, cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter (KHEPRI., 2011).

A la différence de l'hydro distillation, cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter. De la vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au dessus d'une grille (AYAIDIA., 2011).

Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange « eau + huile essentielle ». Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique (l'huile essentielle) (BENABDELKRIM., 2013).

L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile (HAMEURLAINES., 2009).

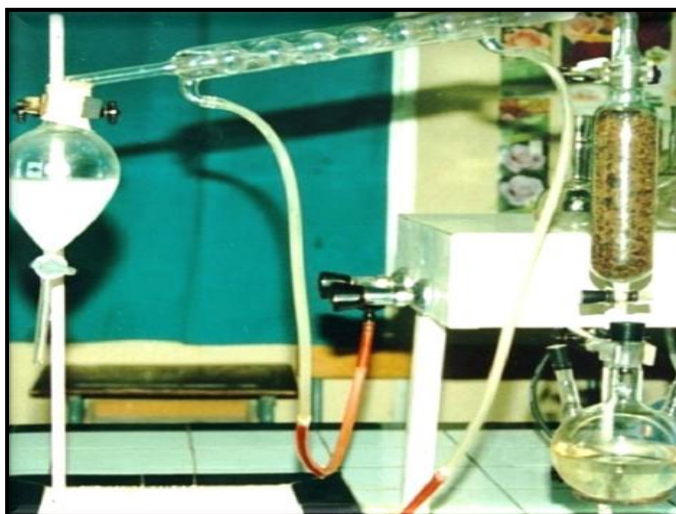


Figure 10 : Schéma du dispositif de l'entraînement à la vapeur d'eau (KHEPRI., 2011).

2.1.3. Hydrodiffusion

L'hydrodiffusion est une variante de l'entraînement à la vapeur. Cette technique relativement récente et particulière. Elle exploite ainsi l'action osmotique de la vapeur d'eau.

Elle consiste à faire passer, du haut vers le bas et à pression réduite, la vapeur d'eau au travers de la matrice végétale.

L'avantage de cette méthode est d'être plus rapide donc moins dommageable pour les composés volatils, et de ne pas mettre en contact le matériel végétal et l'eau. De plus, l'hydrodiffusion permet une économie d'énergie due à la réduction de la durée de la distillation et donc à la réduction de la consommation de vapeur (EL HAIB., 2011).

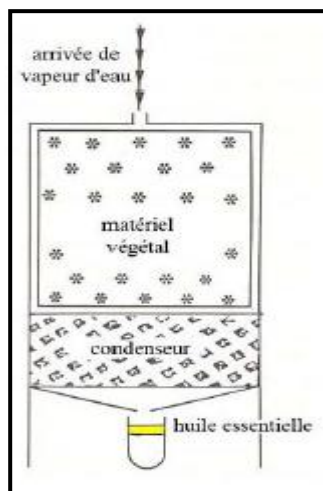


Figure 11 : Montage d'hydrodiffusion (EL HAIB., 2011).

2.2 Extraction par solvants

La méthode de cette extraction est basée sur le fait que les essences aromatiques sont solubles dans la plupart des solvants organiques (KESBI., 2011).

La technique d'extraction « classique » par solvant, consiste à placer dans un extracteur un solvant volatil et la matière végétale à traiter. Grâce à des lavages successifs, le solvant va se charger en molécules aromatiques, avant d'être envoyé au concentrateur pour y être distillé à pression atmosphérique (EL HAIB., 2011).

Le produit ainsi obtenu est appelé « concrète ». Cette concrète pourra être par la suite brassée avec de l'alcool absolu, filtrée et glacée pour en extraire les cires végétales. Après une dernière concentration, on obtient une « absolue ». Les rendements sont généralement plus importants par rapport à la distillation et cette technique évite l'action hydrolysant de l'eau ou de la vapeur d'eau. Du fait de l'utilisation de solvants organiques, cette technique présente toutefois des inconvénients qu'il est important de noter. En effet, l'intervention de solvants organiques peut entraîner des risques d'artéfacts et des possibilités de contamination de l'échantillon par des impuretés parfois difficile à éliminer. Le solvant choisi, en plus d'être autorisé devra posséder une certaine stabilité face à la chaleur, la lumière ou l'oxygène, sa température d'ébullition sera de préférence basse afin de faciliter son élimination, et il ne devra pas réagir chimiquement avec l'extrait. Parmi les solvants les plus utilisés, on recense: le méthanol, l'éthanol, l'éther de pétrole ou encore le dichlorométhane (AYAIDA., 2011).



Figure 12 : Montage du Soxhlet (CHARLES., 2008).

2.3. Expression à froid

Les huiles essentielles de fruits d'hespéridés ou encore d'agrumes ont une très grande importance dans l'industrie des parfums et des cosmétiques. Cependant ce sont des produits fragiles en raison de leur composition en terpènes et aldéhydes. C'est pourquoi, spécifiquement pour cette catégorie de matière première, est utilisé un procédé totalement différent d'une distillation classique, qui est l'expression à froid (AYAIDIA., 2011).

Le procédé d'extraction par expression à froid est assurément le plus simple mais aussi le plus limité. Il est réservé à l'extraction des composés volatils dans les péricarpes des hespéridés ou encore d'agrumes qui ont une très grande importance pour l'industrie des parfums et des cosmétiques. Il s'agit d'un traitement mécanique qui consiste à déchirer les péricarpes riches en cellules sécrétrices. L'essence libérée est recueillie par un courant d'eau et reçoit tout le produit habituel de l'entraînement à la vapeur d'eau, d'où la dénomination d'huile essentielle (EL HAIB., 2011).

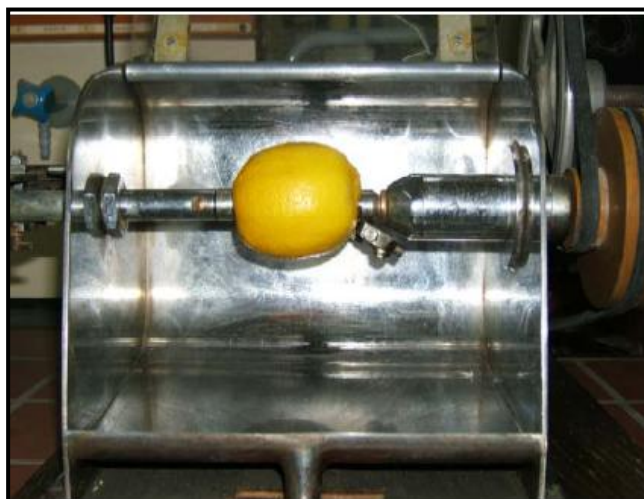


Figure 13 : Montage de l'expression à froid (BOUSBIA., 2011).

2.4. Extraction par micro-ondes

L'extraction par micro-onde est une technique qui a été développée au cours des dernières décennies à des fins analytiques. Le procédé d'extraction par micro-ondes est appelée en anglais Vacuum Microwave Hydrodistillation (VMHD) (AYAIDIA., 2011).

Dans ce procédé, la matrice végétale est chauffée par micro-ondes dans une enceinte close dans laquelle la pression est réduite de manière séquentielle. Les composés volatils sont entraînés par la vapeur d'eau formée à partir de l'eau propre à la plante. Ils sont ensuite récupérés à l'aide des procédés classiques de condensation, refroidissement et décantation. Ce procédé permet un gain de temps (temps d'extraction divisé par 5 à 10) et d'énergie (température plus basse) considérable. En guise d'exemple, l'extraction par micro-ondes de deux kilos de *Mentha piperita* permet d'obtenir environ 1% d'huile essentielle en 15 minutes alors que deux heures d'hydrodistillation sont nécessaires pour obtenir un rendement similaire à partir de la même masse de plante, la composition de l'huile essentielle obtenue par ce procédé est bien souvent semblable à celle obtenue avec un procédé d'entraînement à la vapeur traditionnel. Toutefois, une plus grande proportion de composés oxygénés est généralement observée dans les huiles essentielles extraites par micro-ondes (PIOCHON., 2008).

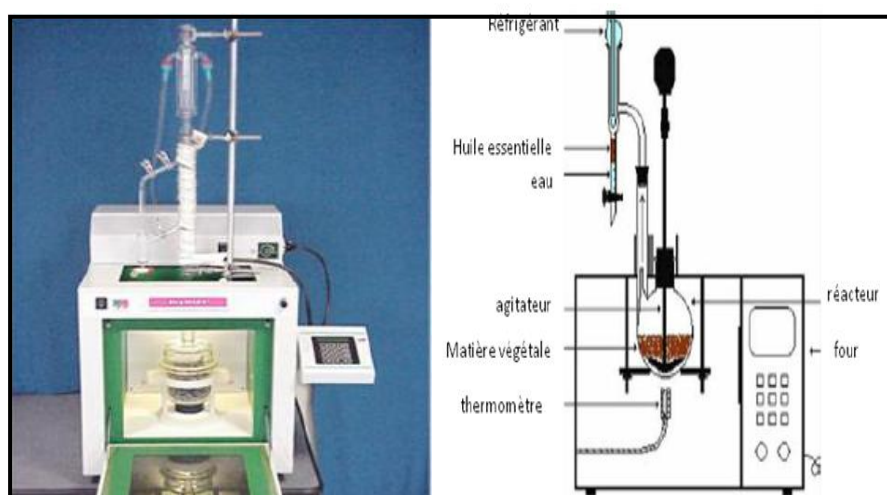


Figure 14 : Montage d'extraction assistée par micro-onde (EL HAIB., 2011).

2.5. Extraction par gaz supercritique

Cette technique d'extraction permet d'extraire les principes actifs de la plante sans chauffage, le principe de ce procédé repose sur l'état supercritique du gaz carbonique, qui dans certaines conditions de pression et de température, se comporte comme un fluide qui a une densité d'un liquide et une viscosité d'un gaz. Il diffuse à travers les cellules de la plante, et extrait les principes actifs (KHEBRI., 2011).

Cette technique présente énormément d'avantages. Tout d'abord, le CO₂ supercritique est un solvant idéal puisqu'il est naturel, inerte chimiquement, ininflammable, non toxique, sélectif, aisément disponible et peu coûteux. De plus, il s'élimine facilement de l'extrait sans laisser de résidus. Outre ces avantages, le principal point fort est la qualité irréprochable de l'extrait puisqu'aucun réarrangement ne s'opère lors du processus. Son unique point faible est le coût très élevé de son installation (PIOCHON., 2008).

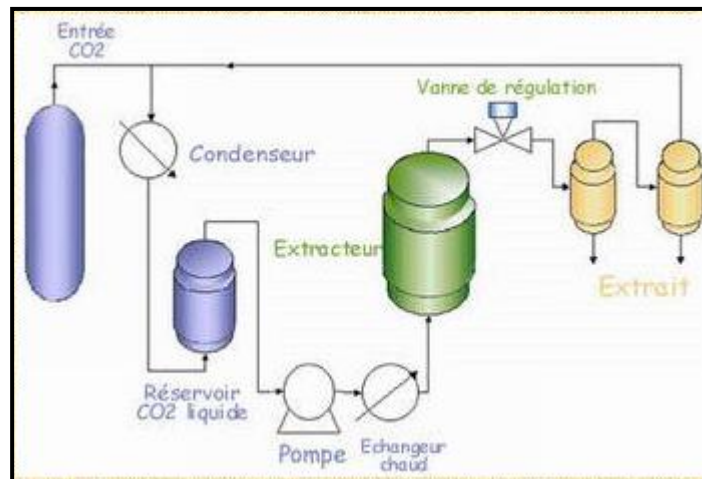


Figure 15 : Représentation schématique d'une chaîne d'extraction de composés par gaz supercritique (MESSEIN., 2010).

3. Tableau récapitulatif

Pour mieux comparer les méthodes entre eux, et pour bien faciliter le choix d'une méthode par rapport à autre, le tableau suivant regroupe les avantages et les inconvénients de toutes les méthodes citées.

Tableau 4 : Avantages et inconvénients des méthodes d'extraction

Méthode	Avantage(s)	Inconvénient(s)
Hydrodistillation	- Rendement plus grand.	-Le temps d'extraction plus long. -Plus grand quantité d'eau. -Hydrolyse des composés non saturé. -Pertes de quelques composés volatil.
Distillation à la vapeur saturé	-Rendement acceptable. -Pas des réaction d'hydrolyse.	-Pas utilisé pour les hespéridés.
Hydrodiffusion	-Moins de vapeur. -Temps de traitement plus court. -Meilleur rendement en huile.	
Extraction par solvants	-Rendement plus important par rapport aux autres méthodes.	-Grand volume de solvant. -Long temps de l'opération a exigé. -Reste des solvants toxique dans l'extrait. -Dégradation les composés non saturé.
Expression à froid	-Procédé le plus simple. -Ne modifie pas le produit obtenu.	-La rentabilité est moindre par rapport aux procédés actuels. -Il ne s'applique qu'à un seul type de plante : les agrumes.
Extraction par micro-ondes	-Moins d'énergie. -Plus effectives que les composés oxygénés. -Le temps d'extraction est très court.	-La température haute. -Rendement faible.
Extraction par gaz	-Simple séparation.	-Appareillage important.

supercritiaue	<ul style="list-style-type: none">-Recyclage possible du CO₂.-Technique non polluante.-Rendement intéressant.-Permet de travailler à température modérée.	<ul style="list-style-type: none">-Installation couteuse.-Pression critique de 73, 8 bar.
----------------------	---	--

Deuxième Partie

Partie Pratique

*Matériels, Méthodes,
Résultats et Discussion*

DEUXIEME PARTIE : PARTIE PRATIQUE

Matériels, Méthodes, Résultats et Discussion

1. Matériels

1.1. Matériel végétal

Cette étude a été destinée pour l'exploitation de l'extraction de la citrouille et de déterminer l'espèce *Cucurbita pepo* cultivé dans la wilaya d'El Oued et en particulier la commune de Hassi Khalifa par la Direction des Services Agricoles - El Oued.

L'étude a été menée sur les membres de plantes suivantes : pelures et graines.

Pour cela, un lavage très rigoureux des pelures avec de l'eau distillée était nécessaire.

Un séchage de 12 jours était indispensable pour éliminer toute présence de l'eau et pour bien dérouler l'extraction avec la matière végétale sèche uniquement.

Les graines étaient soigneusement lavées avec de l'eau distillée, puis séchées à température ambiante pendant 20 jours (KUSHWAHA et YADAV., 2013). Les graines sont, par la suite, broyées jusqu'à avoir une poudre très fine.



Figure 16 : Plante de *Cucurbita pepo* de la région d'El Oued.



Figure 17 : Gauche : pelures ; Droite : graines de *Cucurbita pepo*.

1.2. Extracteur

Un essencier de type Clevenger à huile légère a été utilisé pour extraire l'huile essentielle des écorces de *Cucurbita pepo*.



Figure 18 : Essencier type Clevenger

2. Hydrodistillation de *Cucurbita pepo*

La méthode utilisée est l'hydrodistillation. Etant donné que les huiles essentielles sont très peu solubles dans l'eau, nous avons mis à profit cette propriété pour leur extraction.

Les pelures sèches ou poudre de graines (50 g) sont introduites dans le ballon contenant de l'eau (750 ml). L'ensemble est chauffé progressivement jusqu'à l'ébullition de l'eau distillée. Après avoir terminé la manipulation, aucune goutte d'huile a été obtenue. Nous avons remarqué qu'une matière grasse (huile grasse) a été formée dans le ballon. Cette huile a une couleur jaune foncée avec une odeur agréable.

3. Discussion

D'après ces constatations, nous pouvons dire, qu'aucune huile essentielle a été obtenue.

Seule une huile grasse a été formée lors de l'extraction. Ce résultat est peut être expliqué par plusieurs raisons :

- La plante ou la partie extraite ne contient pas des huiles essentielle, ou à la rigueur, contient peu des cellules portantes des huiles ;
- La partie extraite de *Cucurbita* ne contient pas l'huile et autre partie doit être testée.
- La méthode d'extraction que nous avons choisi n'est pas la bonne, et elle doit être remplacée par une autre méthode telle que l'extraction par solvant ou autre ;
- Les conditions opératoire de l'extraction ne sont pas les bonnes, et doivent être optimisées ;

Conclusion Générale

Cucurbita pepo appartenant à la famille des Cucurbitaceae porte de nombreux synonymes végétaux. Elle est utilisée dans plusieurs domaines , y compris la médecine et les cosmétiques ainsi que la alimentation.

L'extraction est une opération qui consiste à séparer certains composés d'un organisme végétal selon diverses techniques. Il existe plusieurs méthodes d'extraction dont certaines ont été développées par les artisans parfumeurs bien avant l'essor de la chimie moderne. La plus importante de ces méthodes ont l'hydrodistillation. C'est une méthode très utilisée pour l'extraction des huiles essentielles.

Huile essentielle est un mélange de substances terpéniques pour la plupart. Elles résultent du métabolisme secondaire ; les huiles essentielles ont des fonctions diverses : insecticides ou éloignement des herbivores ; responsables du parfum des fleurs, elles sont utilisées dans la fabrication des parfums.

Ces essences sont des concentrés de molécules aromatiques, se trouvant dans certaines cellules sécrétrices des fleurs, des feuilles, des graines, des pelures ou des racines, ainsi que dans l'écorce, la résine ou le bois des arbres. Elles sont principalement liquides, de densité inférieure à celle de l'eau et sont constituées au maximum de 300 molécules différentes (pour celles identifiées à ce jour). Les huiles essentielles sont très volatiles et ne rancissent pas.

L'objectif de notre travail est l'extraction par hydrodistillation de l'huile essentielle de *Cucurbita pepo* dite citrouille provenant de la région d'El Oued, et à déterminer ses caractéristiques.

L'hydrodistillation de *Cucurbita pepo* au niveau de notre laboratoire a montré un rendement nul de l'huile essentielle. Ce résultat était inattendu car la plante étudiée est originale et aucune étude de *Cucurbita pepo* a été trouvée dans la littérature.

Plusieurs explications peuvent être citées :

- La plante ou la partie extraite ne contient pas des huiles essentielle, ou à la rigueur, contient peu des cellules portantes des huiles ;
- La partie extraite de *Cucurbita pepo* ne contient pas l'huile et autre partie doit être testée.
- La méthode d'extraction que nous avons choisi n'est pas la bonne, et elle doit être remplacée par une autre méthode telle que l'extraction par solvant ou autre ;

- Les conditions opératoire de l'extraction ne sont pas les bonnes, et doivent être optimisées ;

A l'issue de ces résultats et les potentielles explications, des recommandations doivent être signalées :

- Etude très détaillée sur *Cucurbita pepo* doit être faite pour bien manipuler l'extraction des différentes parties de cette plante ;

- Puisque l'étude de cette plante est originale, il faut essayer toutes les méthodes d'extraction citées dans la partie bibliographique, l'hydrodistillation n'est pas forcément la meilleure méthode pour notre plante, des études très approfondie font l'objet d'étude de cette relation entre la méthode d'extraction et la quantité de l'huile extraite.

Références
Bibliographiques

1. ABI-AYAD F., 2009- Analyse de l'huile essentielle du thuya de *Berbérie* (*Tetraclinis articulata*) de la région de Tlemcen et étude de son pouvoir antimicrobien. Thèse magister. Tlemcen. Université Aboubekr Belkaid. 102p.
2. ATHAR M et NASIR S., 2005- Taxonomic perspective of plant species yielding vegetable oils used in cosmetics and skin care products. African Journal of Biotechnology. Vol. 4 (1) : 37-44p.
3. AYADIA B., 2011- Etude comparative de trois variétés d'huiles essentielles de menthe dans la région de Ouargla. Thèse master. Ouargla. Université Kasdi Merbah. 48p.
4. BARLIER L., 2014- Etat des lieux de l'utilisation des huiles essentielles au CHU d'Angers (de 2000 à 2013). Thèse doctorat. Université d'Angers. 87p.
5. BENABDELKARIM N., 2013- Contribution à l'étude du rendement et du pouvoir antimicrobien de l'huile essentielle de *Pituranthos chloranthus* de la région de Biskra. Thèse master. Tlemcen. Université Abou Bekr Belkaïd. 44p.
6. BENYAHIA A., 2014- Contribution à l'étude phytochimique et activités biologiques de deux plantes médicinales *Inula viscosa* et *Inula Montana*. Thèse master. Tlemcen Université Aboubekr Belkaïd. 47p.
7. BESOMBES C., 2008- Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydrothermo-mécanique d'herbes aromatiques : applications généralisées. Thèse doctorat. Rochelle. 289p.
8. BOUGUERRA A., 2012- Etude des activités biologiques de l'huile essentielle extraite des grains de *Foeniculum vulgare* Mill. en vue de son utilisation comme conservateur alimentaire. Thèse magister. Constantine. Université Mentouri. 77p.
9. BOUSBIA N., 2011- Extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires. Thèse doctorat. El-Harrach. INA. 127p.
10. CHARLES S., 2008- Valorisation des extraits de pin GMS (*Pinus banksiana*) par l'étude de leur composition chimique et de leurs activités biologiques. Thèse magister. Chicoutimi. Université du Québec. 95p.
11. CHIBANI S., 2013- Etude phytochimique et biologique de six plantes médicinales de l'est algérien. Thèse doctorat. Université Constantine. 163p.
12. CHIKHOUNE A., 2011- Texture d'une margarine nouvellement formulée et effet des huiles incorporées (hydrogénées et interestérifiées). Thèse magister. Université Constantine. 135p.

13. CHOUITAH O., 2012- Composition chimique et activité antibactérienne les huiles essentielles des feuilles de *Glycyrrhiza glabra*. Thèse doctorat. Université Oran. 132p.
14. DASILVA F., 2010- Utilisation des huiles essentielles en infectiologie orl. Thèse doctorat. Université Henri Poincaré. 145p.
15. DUVAL L., 2012- Les Huiles Essentielles á l'officine. Thèse doctorat. Université de Rouen. 137p.
16. EL HAIB A., 2011- Valorisation de terpenes naturels issus de plantes marocaines par transformations catalytiques. Thèse doctorat. Université de Touloues. 157p.
17. FROUHAT Z et LAHCINI B., 2013- Lutte biologique par l'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis*. Thèse master. Ouargla. Université Kasdi Merbah. 46p.
18. GHEDIRA K et GOETZ P., 2013- *Cucurbita pepo* L (Cucurbitaceae) Graine de courge ou citrouille. Springer-Verlag France : 1-2p.
19. HAMDANI D., 2012- Action des poudres et des huiles de quelque plants aromatiques sur les paramètres biologiques de la bruche du Horicot : *Acanthoscelides obtectus say* (Coleoptera : Bruchidae). Thèse magister. Tizi-Ouzou. Université Mouloud Mammeri. 96p.
20. HAMEURLAINE S., 2009- Mise en évidence des huiles essentielles contenues dans les plantes *Pituranthos scoparius* et *Rhantherium adpressum* de la région de Ghardaïa. Thèse magister. Ouargla. Université de Kasdi Merbah. 71p.
21. HELLAL Z., 2011- Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et antioxydantes de certaines huiles essentielles extraies des *Citrus*. Application sur la sardine (*Sardina pilchardus*). Thèse magister. Tizi-Ouzou. Université Mouloud Mammeri. 78p.
22. ITIS Report [en ligne] (page consultée le 03/03/2015).
http://www.itis.gov/servlet/SingleRpt/SingleRpt?search_topic=TSN&search_value=22373
23. JOUAULT S., 2012- La qualité des huiles essentielles et son influence sur leur efficacité et sur leur toxicité. Thèse doctorat. Université de Lorraine. 137p.
24. KEHAL F., 2013- Utilisation de l'huile essentielle de agent conservateur et aromatique dans la crème fraîche. Thèse master. Université Constantine. 77p.
25. KESBI A., 2011- Étude des propriétés physicochimique et évaluation l'activité biologique des huiles essentielles d'eucalyptus globules dans la région de Ouargla . Thèse master. Ouargla. Université Kasdi Marbah. 44p.

26. KHEBRI S., 2011- Etude chimique et biologique des huiles essentielles de trois *Artemisia*. Thèse magister. Batna. Université El-hadj Lakhdar. 103p.
27. KUSHWAHA B et YADAV V., 2013- Evaluation of diuretic and antinephrolithiatic activity of *Cucurbita pepo* seeds in experimental rats. Journal of Pharmacy and Phytotherapeutics. Vol. 1(3) : 19-22.
28. La Pharmacopée Européenne [en ligne] (page consultée le 28/02/2015).
<https://www.edqm.eu/fr/european-pharmacopoeia-8th-edition-1563.html>
29. LAIB I., 2011- Etude des activités antioxydant et antifongique de l'huile essentielle des fleurs sèches de *Lavandula officinalis* sur les moisissures des légumes secs. Thèse magister. Constantine. Université Mentouri. 82p.
30. LAMAMRA M., 2010- Contribution à l'étude de la composition chimique et de l'activité antimicrobienne des huiles essentielles de *Tinguarra sicula*(L.) Parl. et de *Filipendula hexapetala* Gibb. Thèse magister. Sétif. Université Ferhat Abbas. 75p.
31. LEPILLIET A., 2012- Le De Historia Stirpium de Leonhart Fuchs : histoire d'un succès éditorial. Thèse master. Université Lyon. 113p.
32. LOGRADA K., 2010- Etude caryologique et phytochimique de six espèces endémiques du genre *Genista* L. en Algérie. Thèse doctorat. Sétif. Université Ferhat Abbas. 134p.
33. MAYER F., 2012- Utilisations thérapeutiques des huiles essentielles : étude de cas en maison de retraite. Thèse doctorat. Université de Lorraine. 87p.
34. MESSEIN F., 2010- Le Jasmin : étude botanique, chimique, thérapeutique et cosmétologique. Université Henri Poincaré. 97p.
35. NAIT A., 2012- Etude de la composition chimiques des essences de quatre espèces d'eucalyptus poussant dans la région tizi-ouzou. Thèse magister. Tizi-Ouzou. Université Mouloud Mammeri. 112p.
36. NOURACHANI I., 2010- Caractérisation physico-chimique et biologique de l'huile essentielle des écorces de *Cryptocarya crassifolia* (LAURACEAE). Thèse D.E.A. Université d'Antananarivo. 69p.
37. Perfumer & Flavorist magazine [en ligne] (page consultée le 28/02/2015).
<http://www.perfumerflavorist.com>
38. PIOCHON M., 2008- Étude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore laurentienne : composition chimique, activités pharmacologiques et hémi-synthèse. Thèse magister. Chicoutimi. Université du Québec. 156p.

39. SAIHI R., 2011- Etude phytochimique, Extraction des produits actifs de la plante *Artemisia campestris* de la région de Djelfa. Mise en évidence de l'activité biologique. Thèse magister. Université Oran. 70p.
40. SEDDIK M., 2010- Analyse physico-chimique, chromatographique et spectroscopique de l'huile essentielle d'*Ammoides Verticillata* de la région d'Adrar. Etude de son activité biologique et anti-oxydante. Thèse magister. Oran. Université D'Oran. 119p.
41. SELADJI D., 2014- Compositions chimiques, propriétés antimicrobiennes et antioxydants des huiles essentielles des racines de trois *PINACEAE* d'Algérie. Thèse master. Tlemcen. Université Abou bekr belkaïd. 39p.
42. SENTU S et DEBJANI G., 2008- Effect of ripe fruit pulp extract of *Cucurbita pepo* Linn. In aspirin induced gastric and duodenal ulcer in rats. Indian Journal of Experimental Biology. Vol.4 : 640-645p.
43. TEGGAR H., 2012- Optimisation et comparaison des cinétiques d'extraction des extraits aromatiques par procédés classiques et par micro-ondes. Thèse magister. Chlef. Université Hassiba BEN BOUALI. 97p.
44. Tela Botanica. Le réseau de la botanique francophone [en ligne] (page consultée le 03/03/2015).
http://www.telabotanica.org/page:eflorebdtfx?referentiel=bdtfx&niveau=2&modul=pdf-export&action=pdf-export&num_nom=20235
45. University of Colorado Boulder Museum of Natural History [en ligne] (page consultée le 03/03/2015).
<http://cumuseum.colorado.edu/exhibits/objects/pemberton-painting-cucurbita-pepo-l-pumpkin>
46. VENTURINI N., 2012- Contribution chimique a la définition de la qualité :exemples des spiritueux de myrte (*Myrtuscommunis* L.) ET de cédrat (*CITRUS MEDICA* L.) de corse. Thèse doctorat. Université de Corse -Pascal Paoli. 218p.
47. WHO monographs on selected medicinal plants, volume 4, World Health Organization, 2009.

Résumé

Notre objectif est l'étude de l'extraction par hydrodistillation des huiles essentielles de *Cucurbita pepo*, une espèce de citrouille, très répandue, d'origine américaine, et cultivée partout dans le monde.

La partie pratique a montré qu'aucune quantité de l'huile essentielle a été apparue. En revanche, une huile grasse très visqueuse a été obtenue dans le ballon. Plusieurs explications ont été élaborées. Une parmi eux les plus importantes tourne autour le bon choix de la méthode d'extraction de *Cucurbita pepo*.

Mots clés : hydrodistillation, Clevenger-modifié, huile essentielle, *Cucurbita pepo*.

ملخص

هدفنا من الدراسة هو استخراج الزيوت الأساسية عن طريق التقطير بالماء للثمرة القرعية، وهي نوع من اليقطينة، واسعة الانتشار، ذات أصل أمريكي، وتزرع في جميع أنحاء العالم.

الجزء التطبيقي لم يظهر أي كمية من الزيوت الأساسية، ومع ذلك تم الحصول على زيوت دهنية ثقيلة في الحوجلة، وقد وضعت عدة تفسيرات لذلك. أهمها تدور حول الاختيار الجيد لطريقة الاستخراج من الثمرة القرعية.

الكلمات المفتاحية: التقطير بالماء، كليفنجر معدل، الزيوت الأساسية، الثمرة القرعية.

Résumé

Notre objectif est l'étude de l'extraction par hydrodistillation des huiles essentielles de *Cucurbita pepo*, une espèce de citrouille, très répandue, d'origine américaine, et cultivée partout dans le monde.

La partie pratique a montré qu'aucune quantité de l'huile essentielle a été apparue. En revanche, une huile grasse très visqueuse a été obtenue dans le ballon. Plusieurs explications ont été élaborées. Une parmi eux les plus importantes tourne autour le bon choix de la méthode d'extraction de *Cucurbita pepo*.

Mots clés : hydrodistillation, Clevenger-modifié, huile essentielle, *Cucurbita pepo*.

ملخص

هدفنا من الدراسة هو استخراج الزيوت الأساسية عن طريق التقطير بالماء للثمرة القرعية، وهي نوع من اليقطينة، واسعة الانتشار، ذات أصل أمريكي، وتزرع في جميع أنحاء العالم.

الجزء التطبيقي لم يظهر أي كمية من الزيوت الأساسية، ومع ذلك تم الحصول على زيوت دهنية ثقيلة في الحوجلة، وقد وضعت عدة تفسيرات لذلك. أهمها تدور حول الاختيار الجيد لطريقة الاستخراج من الثمرة القرعية.

الكلمات المفتاحية: التقطير بالماء، كليفنجر معدل، الزيوت الأساسية، الثمرة القرعية.