

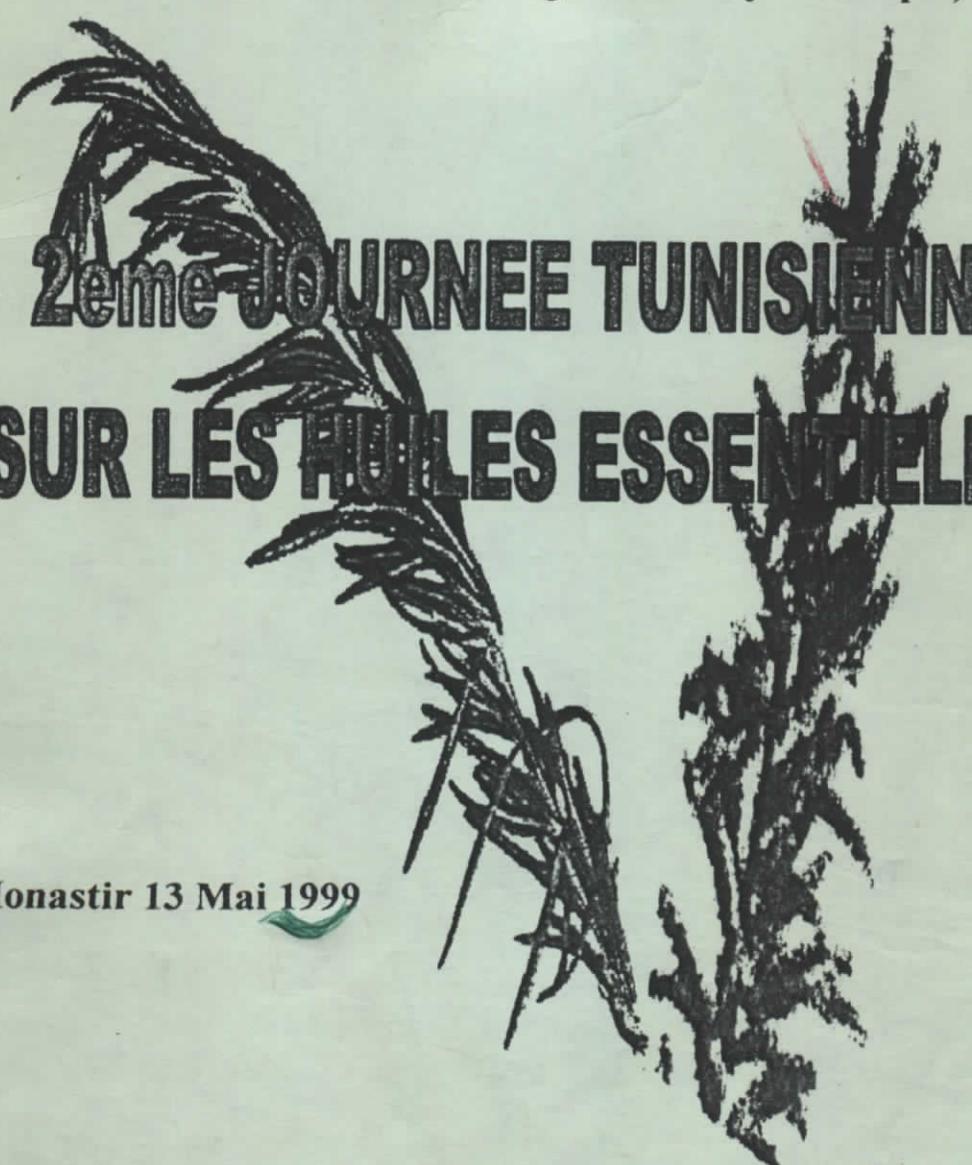
MICROFICHE

10636

SOUS LE PATRONAGE DE  
MONSIEUR LE MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR  
MONSIEUR LE SECRETAIRE D'ETAT A LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE ET A LA TECHNOLOGIE

LA DELEGATION REGIONALE DU SERST  
L'ASSOCIATION TUNISIENNE DES PLANTES MEDICINALES  
LA FEDERATION INTERNATIONALE DES ASSOCIATIONS  
DE PHYTOTHERAPIE

LA FACULTE DE PHARMACIE DE MONASTIR  
(Laboratoire de Pharmacognosie – Phytothérapie)



**2eme JOURNEE TUNISIENNE  
SUR LES HUILES ESSENTIELLES**

Monastir 13 Mai 1999

10636



**SOUS LE PATRONAGE DE**  
**MONSIEUR LE MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR**  
**MONSIEUR LE SECRETAIRE D'ETAT A LA RECHERCHE**  
**SCIENTIFIQUE ET A LA TECHNOLOGIE**

**LA DELEGATION REGIONALE DU SERST**  
**L'ASSOCIATION TUNISIENNE DES PLANTES MEDICINALES**  
**LA FEDERATION INTERNATIONALE DES ASSOCIATIONS DE**  
**PHYTOTHERAPIE**

**LA FACULTE DE PHARMACIE DE MONASTIR**  
**(Laboratoire de Pharmacognosie – Phytothérapie)**

**Organisent**

**2<sup>ème</sup> JOURNEE TUNISIENNE SUR**  
**LES HUILES ESSENTIELLES**

**Monastir 13 Mai 1999**



# SOMMAIRE

## A/ Communications Orales

Page

- Réalités et perspectives du secteur des H.E. en Tunisie  
*R. STAMBOULI*
- Procédés d'extraction et innovations technologiques  
*M. IDERNE* 1
- Organisation Internationale du contrôle de qualité des H.E  
*M. ROUSET* 2
- Le Marché International des H. E. et la place occupée par la Tunisie  
*R. CHEMLI* 7
- La législation en matière d'utilisation des H. E. dans le domaine de l'agro-alimentaire, de la cosmétique et de la thérapeutique  
*M.S. SENAUX* 8
- Législation Tunisienne dans le domaine des H.E.  
*K. IDIR* 9
- Normalisation des H. E. en Tunisie  
*R. ESSOUSSI*
- Les Règles d'utilisation des H.E. en thérapeutique  
*J. LAPRAZ* 10

## B/ Communications par affiche

- Apport de la Spectrométrie de Masse dans l'analyse des constituants d'Huiles Essentielles de Romarin d'origine nord et sud du Bassin Méditerranéen 13  
*I. CHERAIEF , M. TARHOUNI , M. HAMMAMI*
- Etude de la réduction électrochimique de la Pulégone dans différents milieux 15  
*F. MATOUSI MHALLA , S. HARRAZI*
- Extraction par vapo-distillation de l'Huile Essentielle des grains d'Anis. 16  
*M. ROMDHANE, A. OUEDDERNI, A. GADRI, M.T. DADDACHI  
C. TIZAOUI, C. GOURDON, G. CASAMATTA*
- Etude botanique et chimique de *Artemisia campestris* L. 17  
*A. AKROUT , R. CHEMLI , M. HAMMAMI*
- Etude comparative de l'huile essentielle de *Citrus aurantium* var. *amara* (Rutacées) entre les différentes provenances. 18  
*O. BOUSSAADA, R. CHEMLI, E. KOKKALOU*
- Les Huiles Essentielles de Bigaradier et de Romarin 19  
*F. H. NASFI*
- Etude analytique de l'huile essentielle d'*Origanum majorana* L. 20  
*N. BEN HAMIDA, M. ABDELKEFI, M. CHAABOUNI*
- Extraction de l'huile des graines de *SIMMONDSIA CHINENSIS* 21  
Composition et étude structurale des constituants  
*M.T. KADDACHI , K. MTIBAA ,J. COSSY , Ph.. KAHN*
- Extraction de l'huile des graines de *DATURA STRAMONIUM* 23  
Extraction et étude structurale des constituants  
*M.T. KADDACHI , T. JEDIDI ,J. COSSY , Ph.. KAHN  
M. NEFFATI*
- Contribution à l'étude d'une Graminée à Huile Essentielle acclimatée en Tunisie : *Cymbopogon citratus* 25  
*K. LAMIN*

# **Communications Orales**

A PROPOS DE L'OBTENTION DES HUILES ESSENTIELLES ET DE QUELQUES  
TECHNIQUES UTILISEES EN PHARMACIE, AGRO-ALIMENTAIRE,  
PARFUMERIE

*Michel IDERNE*

*Parc d'Activités du Rosenmeer*

*B.P 64 67 560 ROSCHEIM FRANCE*

Les huiles essentielles sont des substances odorantes volatiles complexes contenues dans le végétal. Ces substances sont plus ou moins modifiées lors de leur extraction.

La Pharmacie distingue surtout deux méthodes d'extraction :

- L'hydrodistillation
- L'obtention des huiles essentielles par expression du zeste

Deux autres techniques apparaissent actuellement :

- L'extraction sous haute pression par gaz supercritiques
- L'hydrodiffusion

L'ensemble de ces techniques résume parfaitement notre époque : de la tradition au modernisme. L'intellectuel et sa sagesse ne peut qu'approuver cette démarche vers l'avenir.

## ORGANISATION INTERNATIONALE DU CONTROLE DE QUALITE DES HUILES ESSENTIELLES

Les huiles essentielles comme la plupart des matières premières à usage industriel sont soumises à des contrôles de qualité.

### BUT DU CONTROLE

Le contrôle de qualité d'une huile essentielle a pour but de prouver à un acheteur que l'échantillon qu'on lui propose possède bien les qualités voulues. Cette qualité est matérialisée par la conformité à des spécifications rassemblées dans des normes.

### TYPES DE NORMES

A/ En général, acheteurs et vendeurs utilisent des normes de qualité qui sont pré-définies par différents organismes; on peut citer, par exemple :

- L'ISO (International Standard Organization)
- Des organismes nationaux de normalisation
  - \* AFNOR : Association française de Normalisation
  - \* AENOR : Association espagnole de Normalisation
  - \* B.S.I. : Association de Grande-Bretagne
- Des Pharmacopées pour ce qui est du domaine pharmaceutique
- Des organismes officieux tels que :
  - \* Food Chemical Codex
  - \* E.O.A. (Essential Oil Association) aux USA

La conformité à ces normes est une garantie internationale.

**B/** Mais à côté de ces normes officielles ou officieuses il existe des normes de qualité privées. Ces normes définies d'un commun accord entre client et fournisseur sont destinées à garantir la qualité d'un type particulier d'huile essentielle désiré par l'acheteur.

Par exemple un acheteur peut très bien dire : pour mes fabrications j'ai besoin d'un Néroli ou d'un Romarin répondant à telle spécification particulière. Le fournisseur lui proposera alors un produit qui ne répondra pas aux normes internationales mais qui conviendra à la fabrication. Où trouvera-t-il ce type de produit?

- Dans une origine botanique voisine (une espèce différente mais du même genre)
- Dans une origine géographique différente. Exemple : un romarin pauvre en cinéole 1.8 se trouvera en Espagne.
- Dans une méthodologie différente de production. Exemple : un Néroli à haute ou basse teneur en acétate de linalyle.

### QUE COMPREND UNE NORME

L'acheteur se trouve devant un échantillon de 50ml d'huile essentielle ou devant un fût de 200 litres. Qu'est-ce qui va lui prouver qu'il se trouve bien devant le produit dont il a besoin. Comment peut-on définir une huile essentielle?

#### \* *Origine botanique*

On connaît bien aujourd'hui les principales huiles essentielles commercialisées et on sait quelles sont les plantes qui les secrètent. La connaissance de l'origine botanique est donc un renseignement précieux.

Mais attention : le commerce international connaît parfois très mal la botanique. Il va appeler "huile essentielle d'Origan d'Espagne" un produit fabriqué par *Thymbra capitata* et non par un *Origanum*.

Dans d'autres cas il ignore totalement la nature botanique de la plante d'origine. Par exemple certains courtiers turcs ne savent absolument pas le nom de la plante (ou des plantes) qui produisent l'huile essentielle qu'ils commercialisent sans peine sous le nom d'huile essentielle d'origan.

#### \* *Origine géographique*

On sait très bien que l'huile essentielle de Citron d'Italie est différente de celle récoltée en Floride ou en Californie. Le Romarin Tunisie est différent du Romarin Espagne.

### \* *Composition chimique*

C'est la composition chimique d'une huile essentielle qui est à l'origine de ses propriétés aromatisantes, parfumantes, thérapeutiques ou toxiques. Pour définir une huile essentielle il faut donc obligatoirement bien connaître sa composition chimique; or celle-ci est très complexe. Comment faire?

- **Autrefois** - Depuis les travaux de WALLACE (qui a obtenu pour cela le prix Nobel de Chimie) on pouvait avoir une idée indirecte de la composition chimique en mesurant :

- les caractéristiques physiques, densité, pouvoir rotatoire...
- quelques caractéristiques chimiques, indice d'acide, indice d'esters, teneur en alcool libres...

Aujourd'hui encore de nombreux recueils de normes ne donnent que ces caractéristiques.

- **Aujourd'hui** - L'utilisation de la chromatographie en phase gazeuse avec des colonnes capillaires permet d'isoler, identifier, quantifier les principaux composants d'une huile essentielle. De cette connaissance est née la notion de "Profil chromatographique" qui donne une liste des composants caractéristiques et les limites acceptables de variation de leurs teneurs.

La nouvelle génération de normes AFNOR - ISO - Pharmacopée française et même Pharmacopée Européenne comprend les "Profils" et le contrôle de la qualité s'en trouve considérablement amélioré.

**COMMENT ORGANISER UN CONTROLE DE QUALITE DES H.E.  
AU NIVEAU D'UN PAYS**

On peut envisager le contrôle de qualité des huiles essentielles sous 3 aspects :

- contrôle des H.E. achetées à l'étranger
- contrôle des H.E. produites dans le pays et exportées
- contrôle des H.E. produites dans le pays et utilisées sur place

**A/ CONTROLE DE QUALITE DES HUILES ESSENTIELLES ACHETEES A L'ETRANGER**

Chaque utilisateur doit contrôler la qualité des matières premières (donc les H.E.) qu'il importe. Il utilisera en général les normes les plus récentes qui sont les plus efficaces. Mais il peut également, en accord avec le vendeur, créer sa propre norme.

**B/ CONTROLE DE QUALITE DES HUILES ESSENTIELLES EXPORTEES**

Certains pays ont mis en place un laboratoire qui contrôle obligatoirement toutes les huiles essentielles exportées. Le Portugal, l'Italie, par exemple, l'ont fait. Ceci permet de donner un label de qualité à la production nationale et donc de faciliter l'exportation.

**C/ CONTROLE DE QUALITE DES HUILES ESSENTIELLES PRODUITES ET UTILISÉES  
DANS LE PAYS**

Dans un pays où il y a de multiples distillateurs d'huile essentielle et un très grand nombre de petits utilisateurs il semble utile de créer une structure officielle chargée du contrôle de qualité car ce contrôle ni les petits producteurs, ni les petits utilisateurs ne peuvent le faire.

**FAUT-IL CREER UN LABORATOIRE NATIONAL  
CHARGE DU CONTROLE DE QUALITE**

C'est un problème qu'il faut étudier avec tous les interlocuteurs intéressés dans le pays. Il y a de gros producteurs qui ont déjà leur laboratoire de contrôle (soit dans le pays producteur, soit dans le pays acheteur). Il y a les petits producteurs ou utilisateurs qui ne pourront jamais avoir leur propre laboratoire.

Il est intéressant pour un pays, son Ministère de l'Agriculture ou des Finances, de mieux connaître les productions locales afin de les valoriser par exemple. C'est là un sujet de réflexion... il faut y penser.

7

# LE MARCHÉ INTERNATIONAL DES HUILES ESSENTIELLES ET LA PLACE OCCUPEE PAR LA TUNISIE

*R. CHEMLI*  
*Faculté de Pharmacie de Monastir*

Depuis la plus haute antiquité, l'homme confectionne et apprécie les parfums, de formule très souvent protégée, et caractérisés par les odeurs de ses huiles essentielles.

Jusqu'à la fin du 19<sup>ème</sup> siècle les huiles essentielles utilisées sont d'origine naturelles.

Durant le 20<sup>ème</sup> siècle un essor considérable a été observé au niveau de la production des huiles essentielles de synthèse qui enregistrent un volume croissant dans la commerce international.

Dans ce contexte de concurrence, l'assurance de la qualité et la certification de la conformité deviennent une exigence pour garantir un écoulement sans risque de la production des huiles essentielles produites à travers le monde.

Dans cet exposé nous aborderons les échanges internationaux, les tendances de monopolisation, et la place occupée par les petits producteurs dont la Tunisie.

# LA LEGISLATION EN MATIERE DES HUILES ESSENTIELLES DANS LES DOMAINES DE L'AGRO-ALIMENTAIRE, DE LA COSMETIQUE ET DE LA THERAPEUTIQUE

Prof. M.S. SENAUX

(620 Route de Grasse 06 620 Le Bar sur Loup FRANCE)

Les "huiles essentielles" dont nous rappelons brièvement la définition (ex : norme AFNOR NFT 75-006 établie pour assurer la loyauté des transactions commerciales), ont de multiples utilisations industrielles.

Chaque application est concernée par de nombreux textes réglementaires et/ou codes d'usages que nous développons et dont l'objectif est de garantir la sécurité des consommateurs.

## 1) Aromatisation des denrées alimentaires

L'approche mondiale du sujet s'établit autour de trois pôles : USA - Europe - Sud Est Asiatique.  
Cet exposé reprend les règles qui régissent l'emploi des huiles essentielles.

U.S.A "listes positives FDS - FEMA/GRAS  
"liste négative FDA  
"monographies du Food Chemical Codex

EUROPE "Directive 88/388/CEE du 22 Juin 1988  
"Décision 88/389 du 22 Juin 1988  
"Travaux du Conseil de l'Europe (révision de la 3ème édition du Livre Bleu)

JAPON + PAYS "Spécificité des législations au Japon, en Malaisie, Thaïlande...  
DU SUD EST  
ASIATIQUE

## 2) Matières premières pour la Parfumerie et les Cosmétiques

Si le Code des Bons Usages de l'IFRA est universellement reconnu (cette discipline librement consentie par les industriels, a défini des huiles essentielles prohibées ou limitées dans les produits de Parfumerie et les Cosmétiques, des procédés d'obtention spécifiques), la tendance en Europe est à l'élaboration d'une réglementation. En effet, l'Union Européenne a mis en place une législation relative aux produits cosmétiques qui impose des contraintes en matière d'utilisation des huiles essentielles et la création d'un inventaire des matières premières utilisées.

" Directive 76/768/CEE du 27 Juillet 1976  
" Directive 93/35/CEE du 14 Juillet 1993  
" Décision 96/335/CEE: inventaire INEL

## 3) Emploi en thérapeutique

Un point est fait sur les monographies des huiles essentielles dans les principales pharmacopées avec en particulier l'évolution de l'approche "pharmacopée Européenne". Quelques exigences récentes de l'administration française en matière de mise en garde sont évoquées.

## 4) Garantie de la sécurité des utilisateurs

De nombreux opérateurs sont amenés à manipuler et transporter les huiles essentielles -produits concentrés- il convient donc de les sensibiliser, le cas échéant, par un étiquetage informatif sur les risques auxquels ils pourraient être exposés.  
Un bref rappel des exigences d'étiquetage au niveau de l'Europe et des USA complète cette présentation.

# LEGISLATION TUNISIENNE DANS LE DOMAINE DES HUILES ESSENTIELLES

**Kamel IDIR**

Direction de la Pharmacie et du Médicament  
Ministère de la Santé Publique

La Tunisie est un pays producteur d'huiles essentielles et l'exportation de ces produits renforce sa position dans ce domaine .

L'utilisation des huiles essentielles dans la formulation des spécialités pharmaceutiques en tant que principe actif ou comme adjuvant pour leurs propriétés aromatisantes ou parfumantes renforce l'intérêt qu'imposent ces produits.

Quel est la situation des Huiles Essentielles en Tunisie ?

## LES REGLES d'UTILISATION des HUILES ESSENTIELLES en THERAPEUTIQUE

par C. Duraffourd - J-C Lapraz

### A- Intérêt majeur des huiles essentielles

Leur seule efficacité communément reconnue pour l'instant, et qui est l'efficacité anti-infectieuse, impose le maintien des huiles essentielles en médecine. En outre, les problèmes soulevés par l'abus des antibiotiques amènent à recommander l'usage des huiles essentielles comme la seule alternative qui puisse leur être substituée dans une très large majorité des cas.

Si les huiles essentielles ont, elles aussi, une iatrogénicité, elle est d'une toute autre nature et n'entraîne, aux posologies recommandées en phytothérapie clinique, ni résistance des germes, ni sélectivité des flores saprophytes et pathogènes, ni altération des systèmes de défense.

Leur toxicité oblige à employer un matériel de qualité à bon escient: c'est-à-dire sur un diagnostic bien posé et selon les posologies parfaitement adaptées à l'état et à la physiologie propre à chaque patient.

### B- Utilisation en pathologie

#### **I - PROPRIETES ANTI-INFECTIEUSES**

Attribuables et reconnues sans conteste in vivo et in vitro, leur démonstration clinique se fait sans pouvoir être discutée, et ce sont celles dont la médecine actuelle a le plus besoin.

Elles intéressent en effet:

##### **1) Par voie locale:**

- toutes les zones découvertes
- toute la pathologie infectieuse
- toutes les infections loco-régionales
- enfin, adjuvantes au traitement général, il faut citer les actions loco-régionales réalisables par voie transcutanée.

*Ses avantages:*

à l'action microbicide, germicide, vermicide et fongicide (mesurable, dosable in vitro), à l'augmentation de l'action générale et loco-régionale possible par la seule voie transcutanée, à l'absence de résistance et d'accoutumance aux huiles essentielles, ne s'opposent que d'éventuelles réactions allergiques.

##### **2) Par voie générale:**

A condition d'observer des règles rigoureuses et une précision extrême tenant compte de nombreux facteurs autres qu'infectieux, et en suivant les modalités physiologiques telles

que nous les avons définies<sup>1</sup>, les huiles essentielles permettent de se passer des antibiotiques dans des cas très nombreux.

Les possibilités anti-infectieuses de l'aromathérapie se dégagent de façon nette pour toutes les infections aiguës ou chroniques, qu'elles soient microbiennes ou virales.

## II - AUTRES PROPRIETES

—L'utilisation ancienne des huiles essentielles par voie générale pour leurs effets diurétiques, carminatifs, anti-inflammatoires, antalgiques, est toujours valable.

- Les expérimentations animales ou tissulaires prouvent leur activité sur le système neurovégétatif et le système endocrinien. Or, à notre avis, l'ensemble des actions des huiles essentielles sont toutes rattachables à ce tropisme neuro-endocrinien.

## III - TOXICITE

Cette toxicité, où l'on retrouve les grandes lignes de la toxicité classique, confirme la réalité médicamenteuse du produit.

Les posologies adoptées sont donc à respecter scrupuleusement. On les préférera le plus souvent possible en gouttes plutôt qu'en gélules. Pour une dilution 1/125 par HE, 40 gouttes = 1 ml = 10 mg (ordre de grandeur):

### C- Recours à l'aromatogramme

Après de nombreuses expérimentations que nous menons depuis 1972, nous sommes personnellement restés fidèles à la technique des disques, car elle est la plus fiable, la plus simple, la moins onéreuse. Il n'existe aucun avantage à utiliser une autre technique, et notamment celle en phase liquide. Nous pouvons l'affirmer sur un recul de près de 25 ans.

Une technique rigoureuse permet de tirer de l'aromatogramme par disques tous les enseignements dont le médecin a besoin.

### Ces expérimentations nous ont permis de dégager que:

- Ce n'est pas le seul principe antiseptique qui détermine l'activité bactéricide ou non d'une huile essentielle,
  - Quelle que soit sa composition chémotypique, une huile essentielle générique est ou n'est pas active sur un germe. Il n'y a pas de relation linéaire, ni directement proportionnelle, entre concentration en principes actifs et activité bactéricide.
  - Plus une huile essentielle est riche en principes antiseptiques, moins elle est bactéricide.
- L'ensemble de ces considérations n'est vrai et reproductible qu'à la condition impérative que les huiles essentielles utilisées soient d'extraction naturelle, que cette extraction soit complète, c'est-à-dire suffisamment prolongée et que les huiles essentielles obtenues restent pures, qu'elles ne soient donc ni rectifiées, ni modifiées.

<sup>1</sup> Cf Cahiers de Phytothérapie Clinique N°1 C.Duraffourd, L.d'Hervicourt, J.C.Lapraz, éditions Masson.

Il est dangereux, dans une optique d'utilisation médicale par voie générale, d'utiliser sans réflexion critique les indications fournies par des tableaux arbitraires d'indices.

Loi du tout ou rien : pour une même race botanique de plante aromatique, l'huile essentielle pure et d'extraction complète qui en est issue aura, ou n'aura pas, sur un germe donné une activité microbicide

En conclusion, pour son utilisation pratique, l'aromatogramme n'est qu'un examen complémentaire pratique en laboratoire. En aucun cas il ne fait le diagnostic. Comme tout examen de laboratoire, quelle que soit sa spécificité, il n'apporte au clinicien qu'un complément d'information: confirme le diagnostic, l'étaye, l'oriente.

C'est le seul choix éclairé et guidé par la réflexion clinique qui permet l'efficacité de l'aromathérapie par voie générale.

**Différents critères président au choix des huiles essentielles indiquées par l'aromatogramme:**

*1) Fonction de la maladie*

- nature de la maladie
- localisation de la maladie
- nature du germe en cause

*2) Fonction du malade*

- âge, poids, etc...
- équilibre structural du patient
- formes d'expression de la maladie
- équilibre ponctuel du patient

*3) Selon les formes d'application du traitement*

- local
- loco-régional
- général

# **Communications par affiche**

APPORT DE LA SPECTROMETRIE DE MASSE DANS L'ANALYSE DES  
CONSTITUANTS D'HUILES ESSENTIELLES DE ROMARIN D'ORIGINE  
NORD ET SUD DU BASSIN MEDITERRANEEN

CHERAIEF <sup>1</sup>, M. TARHOUNI<sup>2</sup> et M. HAMMAMI<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>U.S.R. de Spectrométrie de Masse, Laboratoire de Biochimie,  
Faculté de Médecine 5019 MONASTIR.

<sup>2</sup>Laboratoire de Chimie, I.P.E.I MATEUR (Tunisie)

Pour une même espèce botanique, il peut exister plusieurs races chimiques ou polymorphisme chimique. Le *Rosmarinus officinalis* ou Romarin est une plante abondante et si commune dans les collines du Sud et Nord du bassin méditerranéen, constitue une espèce homogène au niveau du caryotype et pourtant des variétés ou races chimiques peuvent se constituer. Dans le cadre de la valorisation des plantes à huiles essentielles de la flore de Tunisie, nous décrivons une étude d'analyse par couplage CG-SM de la nature et la proportion des constituants chimiques par hydrodistillation en fonction de la pression.

Les huiles essentielles de Romarin sont obtenues avec un rendement de 1,8% et présentant un indice de refraction à 20°C de l'ordre  $1,468 < n_D < 1,457$ . L'analyse spectrale par couplage CG-SM en impact électronique, montre que les constituants de l'huile essentielle de Romarin tunisienne appartiennent aux différentes classes chimiques: hydrocarbures et terpènes aliphatiques cycliques et oxygenés. Les huiles essentielles d'origine tunisienne se caractérisent par leur richesse en cinéole-1,8; Bornéol et Camphre et qui se rapprochent par sa composition, des huiles d'origine marocaine. Par ailleurs, nous remarquons par un examen détaillé de composition des huiles essentielles de Romarin d'origine française et d'origine tunisienne se caractérisent sans ambiguïté pour l'acétate de bornyle [ $M^+ = 196$  et  $m/z$  95 (100%)] et  $\beta$ -caryophyllène ( $M^+ = 204$  et  $m/z$  (100%) respectivement. Ces variations semblent, d'une part, dépendre de l'existence de plusieurs type chimique et d'autre part, être influencées par des facteurs écologiques, notamment climatiques.

Par ailleurs, la variation de pression du procédé d'hydrodistillation du Romain Tunisien entraîne une élévation 2 fois plus du taux du camphre mais une diminution de 50% d' $\alpha$ -pinène alors que les taux du cinéole-1,8, du bornéol et de caryophyllène demeurent sensiblement constants.

Ce procédé conduit non seulement à des économies d'énergie non négligeable mais il s'avère intéressant de sélectionner des teneurs meilleurs des constituants chimiques l'huile essentielle de Romarin.

En conclusion, le Romarin est une plante très commune de la flore méditerranéenne. Sa teneur en huile essentielle obtenue par hydrodistillation sous pression s'est révélée intéressante présentant une entité bien définie. Cependant, une recherche d'identification des nouveaux constituants est en cours de réalisation en couplage CG-SM utilisant l'ionisation chimique positive (ICP) et ionisation chimique négative (INC). Une recherche de **différenciation de couples de diastéréoisomères** de certains composés de l'huile essentielle du Romarin mérite d'être entreprise .

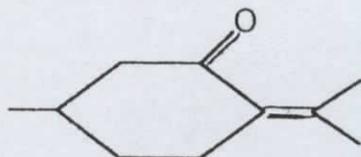
### Bibliographie

- Barranco R., Carrasco J., Martin E. et Frasset F. , Etude comparative entre les Huiles Essentielles de Romarin sylvestre et cultivé. Paper N°110, 8th International Essential Oil Congress, Cannes (France) octobre 1980.
- Boelens M.H., The Essential Oil from Rosmarinus officinalis L., *Perfum. Flav.*, 1985.10, 21-37
- vernia G, Lageot C. Couplage CG/SM pour l'analyse des arômes et des Huiles essentielles. *Analisis magazine* 1992 20, 34-38.
- Tournaire G., Lapierre J.C., VIIIème Congrès International des Huiles Essentielles. Canne, Grasse (France) Octobre 1980..

## ETUDE DE LA REDUCTION ELECTROCHIMIQUE DE LA PULEGONE DANS DIFFERENTS MILIEUX

FATMA MATOUSSI MHALLA et SAMIR HARRAZI , Laboratoire d'Electrochimie Organique et Analytique, Département de chimie , Faculté des Sciences , Monastir , 5000.

La pulégone est le principal produit présent dans l'extrait de la mentha pulégium, plante répandue dans le Nord Tunisien et autour du bassin méditerranéen en général . Le pourcentage massique correspondant est de 76% . C'est une cétone  $\alpha$ - $\beta$  insaturée ayant la structure suivante :



Sa réduction électrochimique a été étudiée sur une cathode de mercure dans différents solvants : l'acétonitrile , le diméthylsulfoxyde, l'éthanol et le mélange eau-éthanol . L'étude a été réalisée par voltamétrie cyclique et par électrolyse à potentiel contrôlé constant. Il en ressort que dans les solvants aprotiques (acétonitrile et diméthylsulfoxyde ) la pulégone est une molécule difficilement réductible ( $E_{1/2} = -2,5V/Ag/Ag^+$ ). Par contre elle l'est moins dans les solvants protiques et en particulier en milieu acide . De plus l'analyse des courbes voltamétiques et les résultats des électrolyses préparatives montrent , que dans tous les solvants, la dimérisation est la voie de réduction principale . Les dimères obtenus sont la  $\epsilon$  dicétone correspondant au dimère de la menthone et deux autres produits résultant de la déshydratation d'hydrodimères. La menthone , obtenue par la réduction biélectronique de la pulégone , apparaît souvent comme un produit secondaire dans les électrolyses préparatives. Le mécanisme de cette réduction est discuté à la lumière des résultats obtenus.

## EXTRACTION PAR VAPODISTILLATION DE L'HUILE ESSENTIELLE DES GRAINS D'ANIS

M. ROMDHANE, A. OUEDDERNI, A. GADRI, M.T. DADDACHI  
(Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès, 6029 Gabès TUNISIE)

C. TIZAOUI, C. GOURDON, G. CASAMATTA  
(ENSIGC chemin de la loge 31078 Toulouse cedex FRANCE)

La valorisation des ressources naturelles tunisiennes et en particulier l'exploitation du potentiel chimique des agroressources (herbes fines, plantes, fleurs...) peut avoir des retombées économiques considérables pour notre pays. En effet, différentes plantes contiennent des molécules à forte valeur ajoutée. Parmi ces molécules, on trouve des composés ayant une activité olfactive. Ils représentent ce qu'on appelle les "huiles essentielles (HEV)" qui sont utilisées dans les industries pharmaceutique et cosmétique. Les huiles essentielles sont présentes dans les plantes à des teneurs généralement faibles. d'où la nécessité de développer des techniques d'extraction de plus en plus performantes, telles que : l'expression à froid, l'enfleurage, l'extraction par solvant, la vapodistillation etc...

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à l'extraction des huiles essentielles des graines d'anis par vapodistillation.

*Anis vert (Pimpinella Anisium)* : Le grain constituant le fruit de cette plante se présente sous la forme de deux têtes d'épingles allongés. Il est ovide et de couleur vert grisâtre. Il présente une odeur aromatique particulière, sa saveur est sucrée, chaude et aromatisée. L'huile essentielle est composée principalement d'anéthol.

*Vapodistillation* : Depuis quelques années, une installation de vapodistillation a été conçue et montée à l'ENIG. Elle est composée essentiellement d'une colonne de 50 litres, comportant 5 paniers dont les fonds constituent des plateaux perforés et qui peuvent recevoir une masse totale de matière végétale solide allant de 2 à 5 kg. La vapeur d'eau, produite par une chaudière, passe à travers les plateaux pour entraîner avec elle les huiles essentielles. La condensation de cette vapeur à l'aide d'un condenseur conduit à deux phases, une phase aqueuse et une autre organique (huile essentielle). Une partie des huiles essentielles est présente en quantité non négligeable dans la phase aqueuse et peut atteindre 25% de la totalité des huiles. La récupération de ces huiles présentes en émulsion dans la phase aqueuse est réalisée par l'extraction à l'éther éthylique.

Lors des essais réalisés sur les graines d'anis, nous avons pu déterminer les conditions optimales de fonctionnement de l'unité. L'intervalle de pression (1,4 - 2,5 bars) a été exploré, et l'on a montré que le rendement maximum d'extraction, R ( $R = \text{masse d'huile} \cdot 100 / \text{masse des graines} = 2,5\%$ ) est obtenu pour une pression de 2 bars pour une charge de 2kg et une durée d'expérience de deux heures, nous avons pu extraire la majeure partie de HEV (90%) présente dans la matière végétale. ce qui montre la bonne performance de cette installation.

A une pression de 2 bars, la cinétique d'extraction des huiles a été étudiée en utilisant une charge de 2 et 5 kg de grains d'anis. En tenant compte de la productivité, de la valorisation de la matière première, et du rendement des HEV, on estime que les meilleurs résultats sont obtenus pour une charge de 2kg.

Par ailleurs, l'analyse par chromatographie sur plaque de plusieurs extraits prélevés à différents instants de l'opération montre qu'il y a une évolution de la composition des huiles extraites.

Enfin, un modèle de transfert de matière vapeur-solide a été développé ; il nous a permis un lissage satisfaisant des résultats expérimentaux. Ainsi, nous avons pu identifier les coefficients de transfert surface d'échange.

## ETUDE ETHNOBOTANIQUE ET CHIMIQUE D'ARTEMISIA CAMPESTRIS L.

A. AKROUT (IRA Medenine) et R. CHEMLI (Faculté de Pharmacie de Monastir)  
M. HAMMAMI, A. CHERAIEF (Faculté de Médecine de Monastir)

*Artemisia campestris* L. ou armoise champêtre connue dans le sud tunisien sous le nom de "T'gouft" est une plante spontanée de la famille des composées très répandue dans la région du Sud-Est de la Tunisie. est caractérisée par ses propriétés médicinales et allélopathiques.

L'étude ethnobotanique que nous avons réalisé dans cinq régions du Sud-Est de la Tunisie (Bengardane, Gabès, Jerba, Medenine et Tataouine) sur les utilisations de cette espèce en médecine traditionnelle, nous a montré qu'elle est utilisée surtout contre le venin des scorpions ou des serpents sous forme de poudre. Ce sont surtout les feuilles collectées pendant l'été (période d'Aouessou : Juillet-Aôut) qui sont consommées après les avoir séchées à l'air libre.

L'analyse chimique des feuilles de cette espèce a révélé qu'elles contiennent essentiellement des dérivés phénoliques, des acides aminés, des flavonoïdes, des huiles essentielles et quelques éléments minéraux (sodium, potassium, calcium, phosphore....)

L'étude par CPG/SM de la composition de l'huile essentielle extraite des feuilles de cette espèce issues de quatre sites différents (Bengardane, Benikhdache, Jerba et Tataouine), a montré qu'elle varie d'un site à l'autre. Les 16 principaux terpénoïdes (ceux dont la concentration est supérieure à 3%) trouvés dans cette huile ne sont pas uniformément répartis dans les échantillons des différents sites :  $\alpha$  pinène  $\beta$  pinène,  $\alpha$  cymène, terpinénol 4 et copaène, qui présentent plus de 50% en concentration de la totalité d'huile, se trouvent dans tous les échantillons ; l'hydroxy-7 méthylène-4 triméthyl-1,1,7 décahydro 1H cycloprop(e)azulène est absent dans les échantillons de provenance de Jerba et présent dans les autres échantillons ; farmésène est absent dans les échantillons de Bengardane et présente dans les autres ; le (diméthyl-1,5 hexenyl-4)-1 méthyl-4 benzène n'est présent que dans les échantillons de Jerba et Tataouine ; le diméthyl-3,7 hydroxy-1 octadiène-2,6 acétate et méthylène-8 triméthyl-4a,  $\alpha,\alpha$  méthanol-2 décahydro naphthalène ne se trouvent que dans les échantillons de Bengardane et Jerba ;  $\gamma$ , terpinène,  $\beta$ -muurolène et éthylidène-1 méthyl-7a octahydro 1H-indène sont spécifiques des échantillons de Benikhdache ; le camphre et  $\alpha$ -cubébène sont caractéristiques des échantillons de Bengardane alors que l'éthylidène-5 méthyl-1 cycloheptène est spécifique des échantillons de Jerba.

Cette différence observée au niveau de la composition de l'huile essentielle extraite des feuilles d'*A. campestris* qui pourrait influencer les propriétés pharmacologiques de cette huile, est due aux conditions climatiques qui varient d'un site à l'autre.

Contribution technique: M. BEN SALAH, G. SLAMA (Faculté de Pharmacie de Monastir)

# Etude comparative de l'huile essentielle de *Citrus aurantium var. amara* (Rutacées) entre les différentes provenances

\*\*\*\*\*

O. Boussaada, R. Chemli et E. Kokkalou

- Institut Agronomique Mediterranéen de Chania, Grèce 73100
- Laboratoire de Pharmacognosie-Phytothérapie, Faculté de Pharmacie, Monastir, Tunisie 5000.
- Laboratoire de Pharmacognosie-Phytochimie, Faculté de Pharmacie, Thessalonique, Grèce 54006.

## Résumé

*Citrus aurantium var. amara* est une plante produisant une huile essentielle recherchée par la parfumerie, l'industrie alimentaire, pharmaceutique et fréquemment utilisée à des préparations thérapeutiques.

La composition de l'huile essentielle varie selon la provenance et l'organe de la plante. Cette étude phytochimique a été entreprise afin de contrôler la qualité des huiles essentielles extraites des fleurs (néroli), des feuilles (petit grain) et de l'écorce, et de faire une comparaison entre les différentes provenances.

Les feuilles, les fleurs et les fruits de la plante ont été récoltés et soumis à une distillation par entraînement à la vapeur d'eau. Vingt sept (27) constituants majeurs ont été identifiés, à l'aide de CG-cap. et de CG-SM, montrant une variation quantitative.

Ainsi le néroli de Roxani présente une grande concentration des hydrocarbures monoterpéniques alors que Chanion et Corsican présentent les concentrations les plus basses.

De point de vue rendement en huiles essentielles, les résultats ont montré que la production de Petit grain chez Brazilian et Corsican est plus élevée que les autres provenances.

## LES HUILES ESSENTIELLES DE BIGARADIER ET DE ROMARIN.

*Foued H. NASFI*

Laboratoire des sciences du milieu naturel.  
Ecole Supérieure d'horticulture  
Chott-Mariem.

### RESUME.

Les huiles essentielles de Neroli (bigaradier) et de romarin sont assez recherchées de par le monde, pour leurs divers usages. Leur abondance en Tunisie fait que la distillation de ces deux essences par alombic familial donnant des "eaux", y est une vieille tradition. L'extraction de ces huiles essentielles, peut apporter à nos paysans un complément de revenu et à notre pays un potentiel d'exportation loin d'être négligeable. Sans compter qu'elle pourrait promouvoir notre jeune industrie de parfumerie et cosmétique.

Dans cette perspective, et devant l'arrivée des techniques modernes d'extraction des essences, nous avons voulu déterminer le taux de ces huiles dans ces deux espèces Tunisiennes, au moyen d'extraction chimique par solvant classique, en l'occurrence l'hexane.

L'"essence de neroli" est extraite des fleurs du bigaradier. Volatile, elle dégage un parfum suave. Les fleurs sont cueillies de Mars à Mai.

L'"essence de romarin" est extraite des cellules odorifères sécrétrices d'huile se trouvant dans les feuilles et les fleurs du romarin dont on cueille des branches entières formant la biomasse distillable, et ce de Mars à Novembre.

**Mode opératoire :** 500 g de fleurs de bigaradier (ou de rameaux de romarin) pour 1,1 litre d'eau distillée subissent une première distillation de 2 heures quarante minutes, donnant un distillat qui tombe par petites gouttes dans la tubulure droite en "V" d'un appareil de Clévenger. Or, celle-ci contient de l'hexane. Là, l'huile se mélange à l'hexane et l'eau se retrouve au fond de la tubulure, vue sa densité. L'huile évaporée emprunte généralement la jambe gauche du tube en "V". L'eau est évacuée par ouverture du robinet du bas. Quand la colonne hexane + huile devient importante, on la récupère par ouverture du robinet. On regarnit le tube en "V" d'hexane au fur et à mesure.

La deuxième opération consiste en une distillation fractionnée sous vide du mélange huile-hexane recueilli. Là, il y a séparation des divers constituants : reliquat d'eau, hexane et huile.

**Résultats.** Les résultats obtenus donnent des teneurs de 0,132 % pour le neroli et 0,756 % pour le romarin. Vue la petite taille de la prise d'essai, les pertes dues aux manipulations sont estimées à 15 % environ.

**Conclusion.** Il est à noter que cette technique est révolue depuis plus de 15 ans. Aujourd'hui, l'extraction industrielle et celle de laboratoire se font par distillation à froid, par vapeur descendante des hydrodiffuseurs et surtout par gaz carbonique liquide, meilleur procédé.

## ETUDE ANALYTIQUE DE L'HUILE ESSENTIELLE D'ORIGANUM MAJORANA L.

N. Ben Hamida - Ben Ezzeddine, M. M. Abdelkéfi\*, M. M. Chaabouni\*\*.

\* Département de Chimie - Faculté des Sciences de Tunis.

\*\* École Supérieure des Industries Alimentaires.

La Marjolaine, plante aux mille vertus, est cultivée en Tunisie essentiellement dans la région de Sfax. Depuis l'antiquité, on a attribué à son huile essentielle plusieurs rôles : elle soigne la toux, chasse le rhume, abaisse la fièvre, stimule l'appétit, lutte contre les gastralgies, l'aérophagie et la constipation, freine l'anxiété, ...

Le but de ce travail est de tenter de déterminer les composants de cette huile essentielle.

La distillation à l'eau donne après décantation:

- une phase organique : l'huile essentielle,
- une phase aqueuse qu'on extrait au pentane. Après chasse du solvant, on obtient une deuxième phase organique de même composition que la première.

L'étude analytique de ces phases organiques se compose de deux parties:

1. une chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire
2. une chromatographie couplée à une spectrométrie de masse pour vérifier ce qui a été trouvé dans la première partie.

C'est ainsi que nous avons pu affirmer que l'huile essentielle de marjolaine est constituée de  $\alpha$ -terpinène,  $\gamma$ -terpinène, bornéol, linalool, limonène, p-cymène, camphène, thymol, linalyl acétate, terpinéol, trans-caryophyllène, thujène, 3-octanol,  $\alpha$ -pinène,  $\beta$ -pinène, 1-octen-3-ol, ...

## EXTRACTION DE L'HUILE DES GRAINES DE *SIMMONDSIA CHINENSIS* COMPOSITION ET ÉTUDE STRUCTURALE DES CONSTITUANTS

M.T.KADDACHI <sup>a</sup>, K. MTIBAA <sup>a</sup>, J. COSSY <sup>b</sup>, Ph. KAHN <sup>b</sup>

<sup>a</sup> *Laboratoire de Chimie Organique Appliquée - École Nationale d'Ingénieurs de Gabès - 6029 Gabès*

<sup>b</sup> *Laboratoire de Chimie Organique - École Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles de Paris - 10, rue vauquelin - 75005 Paris*

L'exploitation du potentiel des agroressources passe, dans une première étape, par la récupération des composés spécifiques d'une espèce botanique donnée. Ceux-ci correspondent, en général, à des molécules à forte valeur ajoutée.

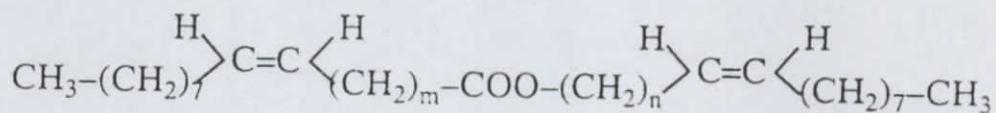
A ce titre, le *Simmondsia Chinensis* est une plante adaptée aux zones arides et qui constitue un excellent moyen pour la fixation des sables et la lutte contre la désertification. Ses graines produisent une huile qui constitue un produit de base recherché dans les branches les plus diversifiées des industries cosmétique, pharmaceutique, alimentaire, du cuir et des lubrifiants.

Le *Simmondsia Chinensis* est un arbuste ( de 2 à 3 m de hauteur) appartenant à la famille des Simmondiacées. Il est classé parmi les plantes à graines oléagineuses, compte tenu de sa richesse en huile (45 à 60 % ). Le tourteau (résidu des graines après extraction de l'huile) de *Simmondsia Chinensis* contient 32 à 45 % de protéines mais ne peut être utilisé en tant qu'aliment de bétail qu'après élimination des substances toxiques qu'il contient.

Nous avons extrait l'huile des graines de *Simmondsia Chinensis* récoltées à maturité dans des plantations situées dans le sud tunisien. L'extraction a été réalisée à l'aide d'un soxhlet par reflux de chloroforme ( ou d'éther éthylique) durant 18 heures. Le rendement de l'extraction est de 55 %.

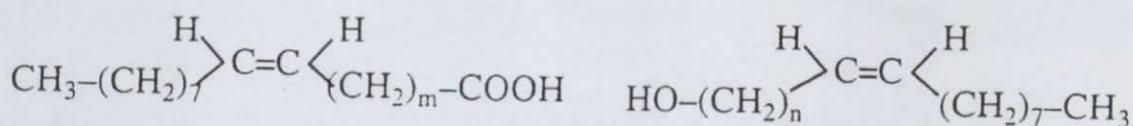
L'analyse de l'huile obtenue a été effectuée par GC - Masse, par les méthodes spectroscopiques et la comparaison des résultats avec les données de la littérature a montré qu'elle est constituée de quatre esters à longues chaînes en C38, C40, C42 et C44.

La structure de ces esters est:



$$m = 7,9,11 \quad n = 10,12$$

La méthanolyse, l'hydrolyse en milieu basique de l'huile de *Simmondsia chinensis* et l'ozonolyse en milieu réducteur à  $-78^\circ\text{C}$  des alcools et acides produits de l'hydrolyse ont été étudiées. La réaction d'ozonolyse nous a permis de positionner la double liaison dans les alcools et les acides entre les carbones C9 et C10 à partir du méthyle terminal de leurs chaînes carbonées:



Ces structures sont corroborées par les résultats des réactions d'époxydation des acides et des alcools.

## EXTRACTION DE L'HUILE DES GRAINES DE *DATURA STRAMONIUM* SÉPARATION ET ÉTUDE STRUCTURALE DES CONSTITUANTS

M.T.KADDACHI <sup>a</sup>, T. JEDIDI <sup>a</sup>, J. COSSY <sup>b</sup>, Ph. KAHN <sup>b</sup> et M. NEFFATI <sup>c</sup>

<sup>a</sup> *Laboratoire de Chimie Organique Appliquée - École Nationale d'Ingénieurs de Gabès - 6029 Gabès*

<sup>b</sup> *Laboratoire de Chimie Organique - École Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles de Paris - 10, rue vauquelin - 75005 Paris*

<sup>c</sup> *Institut des Régions Arides - Medenine*

L'intérêt de l'isolement à l'état pur des principes actifs des plantes médicinales utilisées de façon empirique est double. Non seulement ils fournissent des molécules actives mais, aussi ils peuvent servir pour la synthèse de nouveaux composés.

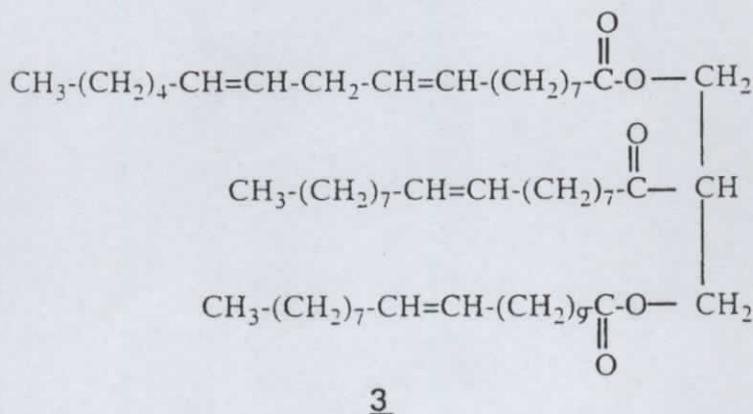
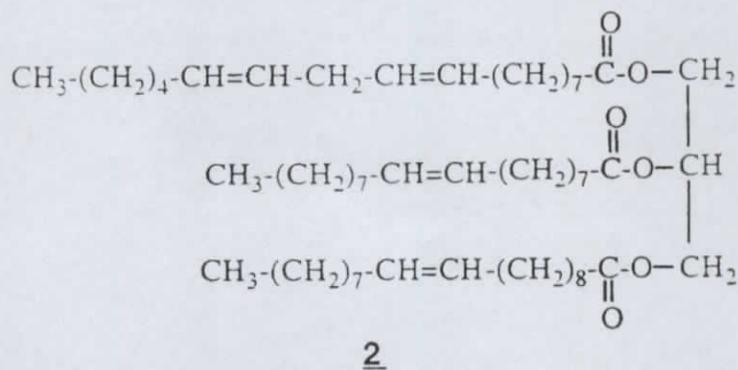
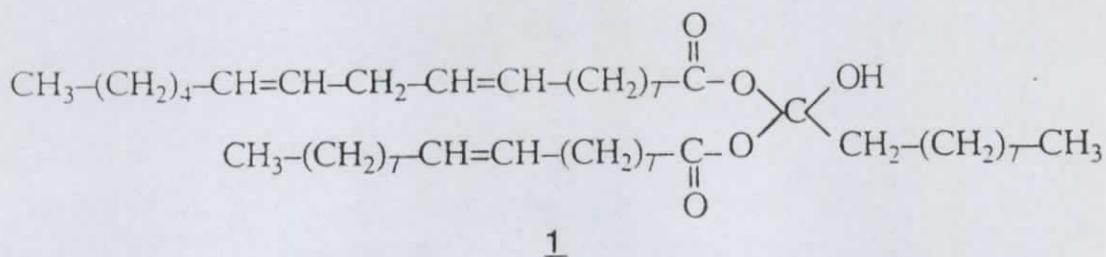
Le *Datura Stramonium* est une plante annuelle appartenant à la famille des Solanacées et qui est extrêmement toxique. Sa toxicité est due en particulier à trois alcaloïdes: la scopolamine, l'hyoscyamine et l'atropine. Les travaux antérieurs ont montré que les alcaloïdes sont localisés dans les différentes parties de la plante (graines, feuilles, racines et fleurs).

Notre étude a porté sur l'extraction de l'huile des graines de *Datura Stramonium* récoltées dans la région de Medenine. La technique d'extraction utilisée consiste en l'épuisement durant 48 heures dans un soxhlet par le chloroforme, des graines réduites en poudre. Le rendement est de l'ordre de 33,3 %.

L'analyse de l'huile obtenue par GC - Masse a montré qu'elle est constituée de quatre produits. L'utilisation de la chromatographie sur colonne de silice nous a permis d'isoler trois produits purs.

L'étude structurale a été faite grâce à l'emploi des méthodes spectroscopiques I.R., R.M.N. du proton (à 300 MHz), R.M.N. du <sup>13</sup>C (à 75 MHz), la séquence D.E.P.T., les diagrammes de corrélations spectroscopiques COSY H-H et COSY C-H, la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse et l'analyse élémentaire.

Les structures que nous avons proposées pour les trois produits 1, 2 et 3 isolés, à partir de l'huile des graines de *Datura Stramonium* sont:



CONTRIBUTION A L'ETUDE D'UNE GRAMINEE A HUILE  
ESSENTIELLE ACCLIMATEE EN TUNISIE

CYMBOPOGON CITRATUS

(Lemon Grass)

KAMEL LAMINE

Pharmacien Libre Pratique

Plante herbacée aromatique des tropiques (Indes, Java, Srilanka). Contenant une forte proportion en citral et géraniol.

Appelée verveine des indes pour son odeur de *Verbena triphylla*, en plus de son odeur nettement citronnée.

La culture se fait dans un sol bien drainé, ensoleillé avec une température de 7° au minimum.

La multiplication se fait par marcottage, et la récolte se fait par coupe des tiges à ras le sol; utilisées fraîches pour l'extraction de l'huile essentielle, séchées à l'ombre pour les infusés.

**Utilisation :**

- en médecine traditionnelle :

antispasmodique, antifongique, perspirante et antibactérienne.

-dans l'Industrie alimentaire et dans l'industrie de la parfumerie et des cosmétiques ,en tant qu'arome.

L'objectif de cette étude est de fournir une base pour des travaux de recherche en vue de la valorisation de cette plante.