

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



Université 20 Août 1955 Skikda

Faculté des Sciences

Département des Sciences Agronomiques

Filière : Sciences Agronomiques

Option : Agro-écologie



Mémoire de fin d'études :

En vue de l'obtention du diplôme de Master II en **Agro-écologie**

Thème :

Extraction et caractérisation des huiles essentielles des feuilles de citron

Présenté par :

- BEN MERABET Chaima
- BEN GHERSALLAH Nour El Houda
- BOURRICHE Ferial

Membres de Jury:

Mme :Oudjane Faiza	(MCA) Présidente	Université 20 Aout 1955-Skikda
Mme: Amira Khedidja	(MCA) Examinatrice	ENSET – Skikda
Mme: Djeghader Nour El-Houda	(MCA) Promotrice	Université Badji Mokhtar-Annaba

Année universitaire : 2023-2024

Remerciements

Nous remercions tout d'abord « **Dieu** » le tout puissant de nous avoir donné du courage, la santé, la patience, et la volonté de mener à bien ce modeste travail.

Nous tenons à présenter nos vifs remerciements **aux membres du Jury** qui ont accepté d'évaluer ce travail. Leurs remarques éclairées vont sans aucun doute, largement contribuer à améliorer notre mémoire. Il s'agit de :

Madame « **OUDJANE Faiza** » Maître de Conférences A, au département des Sciences Agronomiques, à l'Université de 20 Aout 1955-Skikda, d'avoir accepté de nos faire l'honneur de présider le jury.

Madame « **AMIRA Khedidja** » Maître de Conférences A au département des Sciences de la Nature et de la Vie à l'Ecole Normale Supérieure d'Enseignement Technologique- Skikda, d'avoir pris de son temps et accepté d'évaluer notre travail.

Nous tenons à remercier également notre encadrante « **DJEGHADER Nour El-Houda** » Maître de Conférences A, au département des Sciences de la Nature et de la Vie à l'Université de Badji Mokhtar-Annaba, pour ses conseils, son aide et soutien durant toute la période du travail.

Dédicace

Je dédie ce travail

À

Moi-même, toujours forte et combattante,

À

Mes chers parents, Salah et Wafia, que Dieu bénisse et protège,

À

Mes chers frères, Oussama et Abd errahman, que Dieu les garde toujours à mes côtés,

À

L'âme de mon cher frère Ishaq, que Dieu ait son âme,

À

*Tous ceux qui méritent d'être appelés **ma famille**,*

À

Mes compagnons de route qui ont toujours été là pour moi,

À

Ceux de l'autre côté du monde, qui nous ont inspirés par leur patience, leur courage, leur force et leur détermination, vous restez notre fierté...

M^{lle} Ben Merabet
Chaima

Dédicace

Je dédie ce travail

À

Mon Cher père source de force et de vie

À

Ma chère maman source d'amour et d'affection.

À

Mes chères sœurs Manel et hadjer source de joie, d'espoir, et bonheur et leurs princesses que j'admire.

À

Mon Cher frère Imad Eddine Mon partenaire dans mes souvenirs d'enfance

À

Mes très chères tantes et mon Cher oncle Youcef

À

*Nos compagnons de chemin, partenaires de la première et de la dernière étape,
je vous aime*

À

*Ma famille, mes amis d'enfance et mes collègues pendant toute mes années
d'études je vous souhaite une vie pleine de bonheur et de succès et que Dieu, le
tout puissant, vous protège.*

Dédicace

Avec l'aide de dieu le tout puissant qui m'a éclairé les chemins du savoir, j'ai pu réaliser ce modeste travail que je dédie :

À maman

La femme qui a souffert sans me laisser souffrir, qui n'a jamais dit non à mes exigences et qui n'a épargné aucun effort pour me rendre heureuse : Mon adorable mère Fatiha.

*L'homme à qui je dois ma vie, ma réussite m'a doté d'une éducation digne ; son amour a fait de moi ce que je suis aujourd'hui. **Mohamed***

À mes chers frères :

Vous êtes mon soutien solide et constant. Je ne peux pas décrire à quel point je suis reconnaissant de vous avoir dans ma vie. Merci de croire en moi, de toujours m'encourager et de me soutenir dans les moments difficiles. Charf Eddine, Chems Eddine, Raid et mon petit frère Abd Rahim.

À ma grand-mère Safia :

Soleil de tendresse et de chaleur qui éclaire mes jours, ombre compagne sur tout le chemin de ma vie.

À ma tante Warda :

Merci pour ton soutien lors de mes premiers pas vers l'université, et pour tes encouragements

À la famille de ma mère :

*Vous êtes la source de l'amour et de la générosité, un pilier solide dans ma vie,
je vous remercie de tout mon cœur d'être là.*

À mon cousin Adel :

*Tu es le soutien solide sur lequel je me suis appuyé dans mon parcours scolaire,
merci pour ta patience et ta persévérance, et pour ton aide à chaque étape.*

À ma tante Mariam :

*Un soleil chaleureux qui a illuminé ma vie de son amour et de sa tendresse,
merci à vous, et à vos enfants et vos petits-enfants*

À Mon oncle, ses enfants et petits-enfants.

	M ^{lle} Ben Gharsellah Nour ElHouda
--	---

Sommaire

Numéro du titre	Titre	Numéro de page
REMERCIEMENTS		
DEDICACE		
LISTE DES FIGURES		
LISTE DES TABLEAUX		
I	INTRODUCTION	01
II	PARTIE THEORIQUE	02
1	Généralités sur les huiles essentielles	02
1-1	Définition des huiles essentielles	02
1-2	Composition chimique des huiles essentielles	03
1-2-1	Groupes des terpénoïdes	03
1-2-2	Groupe des composés aromatiques	03
1-2-3	Composés d'origine diverse	03
1-3	Localisation des huiles essentielles	04
1-4	Rôle des huiles essentielles dans la plante	04
1-5	Les activités biologiques des huiles essentielles	05
1-6	Méthodes d'extraction des huiles essentielles	07
2	Généralités sur le <i>Citrus limon</i>	09
2-1	Définition de <i>Citrus limon</i>	09
2-2	Taxonomie de <i>Citrus limon</i>	10
2-3	Origine et distribution de <i>Citrus limon</i>	10
2-4	Description botanique de <i>Citrus limon</i>	10
2-4-1	Port	11
2-4-2	Feuille	11
2-4-3	Fleurs	11
2-4-4	Fruits	11
2-4-5	Racines	11

2-5	Composition chimique de <i>Citrus limon</i>	12
2-5-1	Huiles essentielles	12
2-5-2	Composés phénoliques	13
2-5-3	Vitamines	14
2-5-4	Minéraux	14
2-5-5	Acide organiques	15
2-5-6	Fibres alimentaires	15
2-5-7	Sucres naturels	15
2-5-8	Autres composés	15
2-6	Bienfaits de <i>Citrus limon</i>	15
III	PARTIE PRATIQUE	17
1	Matériel et méthodes	17
1-1	Objectif du travail	17
1-2	Préparation de la plante	18
1-3	Matériel et produits utilisés	20
1-4	Extraction de l'huile essentielle de <i>Citrus limon</i>	21
1-4-1	Principe d'extraction	21
1-4-2	Procédé d'extraction	21
1-4-3	Conservation des huiles essentielles de <i>Citrus limon</i>	23
1-4-4	Propriétés organoleptiques des huiles essentielles de <i>Citrus limon</i>	23
1-4-5	Rendement d'extraction	23
1-4-6	Evaluation de quelques indices physico-chimique des HEs de <i>Citrus limon</i>	23
a	pH	23
b	Indice de réfraction	24
c	Indice de Brix	25
2	Résultats et discussion	26

2-1	Caractérisation de l'huile essentiel de <i>Citrus limon</i>	26
2-1-1	Propriétés organoleptique de l'huile essentielle de <i>Citrus limon</i>	26
2-1-2	Paramètres physicochimiques de l'huile essentielle de <i>Citrus limon</i>	26
IV	CONCLUSION	32
V	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	33
VI	RESUMES	40

Liste des figures

Numéro du titre	Titre	Numéro de page
01	<i>Citrus limon</i> (prise personnelle le 27/01/2024).	09
02	Différentes parties du citronnier <i>Citrus limon</i> (A : feuille, B : Fleur, C : fruit) (prise personnelle le 14/06/2024).	12
03	Etapas expérimentales (Schéma personnel).	17
04	Arbres de citronnier des trois régions choisies (A :Sidi Harb, B: El Hadaiek, C : Ain Bouziane) (prise personnelle le 27/01/2024).	19
05	Feuilles sèches de citronnier (prise personnelle le 20/02/2024).	19
06	Prise personnelle du matériel utilisé (le 12/02/2024).	20
07	Dispositif d'hydrodistillation (prise personnelle le 27/02/2024)	21
08	Les différentes étapes d'extraction (prise personnelle le 27/02/2024)	22
09	Conservation des huiles essentielles après extraction par Clevenger (prise personnelle le 27/02/2024)	22
10	Graphe en secteurs montrant d'extraction l'huile essentielle de <i>Citrus limon</i> des trois régions étudiées.	27
11	Résultat sur papier pH (prise personnelle le 27/02/2024).	28
12	Histogramme des valeurs du pH de l'huile essentielle de <i>Citrus limon</i> des trois régions étudiées.	29
13	Variation des valeurs de l'indice de réfraction sur le réfractomètre (prise personnelle le).	30
14	Histogramme montrant l'indice de réfraction de l'huile essentielle de <i>Citrus limon</i> des trois régions étudiées.	30
15	L'indice de Brix de l'huile essentielle de <i>Citrus limon</i> des trois régions étudiées.	31

Liste des tableaux

Numéro du titre	Titre	Numéro de page
01	Taxonomie de <i>Citrus Limon</i>	10
02	Principaux composants de l'huile essentielle de <i>Citrus limon</i>.	13
03	Les composés phénoliques de <i>Citrus limon</i>.	13
04	Quelques minéraux de <i>Citrus limon</i>.	14
05	Matériel et produit utilisé.	20
06	Mode opératoire de la détermination du pH de <i>Citrus limon</i>.	24
07	Mode opératoire de la détermination de l'indice de réfraction de <i>Citrus limon</i>.	24
08	Mode opératoire de la détermination de l'indice de Brix de <i>Citrus limon</i>.	25
09	Propriétés organoleptiques de l'huile essentielle de <i>Citrus limon</i> des trois régions étudiées.	26
10	Rendement d'extraction de l'huile essentiel de <i>Citrus Limon</i> de trois régions étudiées	27
11	Propriétés physico-chimique de l'huile essentielle de <i>Citrus Limon</i> de trois régions étudiées.	28



I. Introduction



I-Introduction :

L'Algérie compte environ 3 139 espèces végétales identifiées, avec une diversité notable. Environ 35 % de ces espèces sont d'origine méditerranéenne, 12 % euro-méditerranéenne et 11 % nord-africaine. En outre, 700 de ces espèces sont endémiques à l'Algérie, ce qui souligne la richesse et l'unicité de la flore du pays (IUCN, 2018). Plus d'un quart des plantes en Algérie sont utilisées traditionnellement à des fins médicinales. Parmi ces plantes, le *Citrus limon*, communément connu sous le nom de citronnier, occupe une place importante en raison de ses multiples bienfaits thérapeutiques.

Pour ce travail se concentre sur le *Citrus limon*. Cette plante est non seulement valorisée pour ses fruits, mais également pour ses feuilles et son huile essentielle, qui sont largement utilisés dans diverses pratiques médicinales et aromatiques. Le citronnier est apprécié pour ses propriétés antiseptiques, anti-inflammatoires et digestives (Kačániová *et al.*, 2024), et son utilisation dans la médecine traditionnelle algérienne reflète un savoir-faire ancestral transmis de génération en génération.

Cette recherche a pour objectif d'évaluer la qualité et la sécurité de l'huile essentielle de citron, afin de confirmer son potentiel d'application dans les industries pharmaceutiques et parapharmaceutiques. Par ce faire, ce mémoire est structuré en deux grandes parties :

- **Partie théorique**, et couvre les généralités sur les huiles essentielles, incluant leur historique, les méthodes d'extraction, les applications diverses des huiles essentielles. Elle présente également les caractéristiques botaniques du *Citrus limon*, la composition chimique des huiles essentielles de citron et leurs applications variées.
- **Partie expérimentale**, et décrit les méthodes utilisées pour l'extraction des huiles essentielles (HEs) et les étapes effectuées pour l'évaluation des paramètres physicochimiques de l'HE de *Citrus limon*. Les résultats de l'analyse chimique des huiles essentielles de *Citrus limon* provenant de trois régions différentes sont ensuite présentés et discutés, en mettant en lumière la qualité, la sécurité et les implications potentielles pour leur utilisation dans l'industrie pharmaceutique et parapharmaceutique.



II. Partie

théorique



II-Partie théorique

1-Généralités sur les huiles essentielles :

1-1-Définition :

Les huiles essentielles représentent des mélanges naturels complexes de composés volatils, extraits par hydrodistillation ou par expression mécanique (**Kalembe, 2003**). Elles proviennent d'une variété de sources telles que les feuilles, les graines, les bourgeons, les fleurs, les brindilles, les écorces, le bois, les racines, les tiges ou les fruits, comme mentionné par **Burt, (2004)**. De plus, les gommés qui s'écoulent des arbres peuvent également être une source d'huiles essentielles. Ces précieuses substances sont obtenues par différentes méthodes telles que l'hydrodistillation ou l'expression à froid, comme dans le cas des agrumes (**Burt, 2004**). Les autres différentes définitions de l'huile sont les suivantes :

-Définition selon AFNOR :

La norme AFNOR, Association Française de NORmalisation, définit une huile essentielle comme l'extrait obtenu à partir de matière végétale par divers procédés tels que l'entraînement à la vapeur d'eau, la distillation sèche ou l'expression des épicarpes de Citrus. Cependant, cette définition restreint l'extraction aux seuls procédés mentionnés, excluant ainsi les produits obtenus par d'autres méthodes telles que l'utilisation de solvants organiques ou de fluides à l'état supercritique (**AFNOR, 2000**). Ainsi, c'est l'origine de la matière première et le processus d'extraction qui déterminent ce qui constitue une huile essentielle. Les produits obtenus par extraction avec des solvants organiques peuvent être appelés concrètes ou résinoïdes en fonction de la nature de la matière première.

-Définition Selon la CPE :

Conformément à la Pharmacopée Européenne (CPE), une huile essentielle est définie comme un produit odorant, souvent complexe en composition, obtenu à partir d'une matière végétale spécifique par divers moyens tels que l'entraînement à la vapeur, la distillation sèche ou un procédé mécanique approprié sans chauffage (**DGCCRF, 2017**). Elle est généralement séparée de la phase aqueuse par des méthodes physiques préservant sa composition. La matière végétale peut être traitée de différentes manières, à l'exception des fruits de genre *Citrus* qui sont toujours traités frais par expression à froid, ce qui est désigné comme une essence par l'AFNOR.

1-2-Composition chimique des huiles essentielles :

La composition chimique d'une huile essentielle est influencée par divers facteurs, dont certains sont liés aux processus d'extraction, mais elle dépend principalement de la composition de l'essence produite par la plante. Cette dernière est influencée par des facteurs environnementaux mais surtout par le patrimoine génétique de la plante. La présence ou l'absence de certains composants chimiques à différents stades de croissance est déterminée par le patrimoine génétique, tandis que leur concentration est influencée à la fois par la génétique et les conditions environnementales (**Deschepper, 2017**). Les huiles essentielles peuvent contenir plusieurs milliers de molécules différentes, avec des proportions variant considérablement, et qui sont selon **Samate, (2002)** :

1-2-1-Groupe des Terpénoïdes :

En général, les huiles essentielles ne contiennent que les terpènes les plus volatils, essentiellement les mono- et sesquiterpènes, caractérisés par leur masse moléculaire relativement faible. Ces composés hydrocarbonés, comportant respectivement dix et quinze atomes de carbone, peuvent être saturés ou insaturés, acycliques, monocycliques, bi cycliques ou polycycliques. Ils peuvent également être accompagnés de dérivés oxygénés tels que les alcools, esters, éthers, aldéhydes, cétones, etc.

1-2-2-Groupe des Composés Aromatiques :

Moins systématiquement que les trapézoïdes, une autre famille chimique fréquemment présente parmi les composés volatils est celle des dérivés du phénylpropane. On y trouve souvent des allyles- et propenylphénols, parfois des aldéhydes, caractéristiques de certaines huiles essentielles d'Apiacées (anis, fenouil, persil, etc.), comme l'anéthole, l'anisaldéhyde, l'apiol, le méthylchavicol, mais également dans celles de clou de girofle, de muscade, de cannelle, etc., incluant l'eugénol, la myristicine, les asarones, les cinnamaldéhydes.

1-2-3-Composés d'origine diverse :

Certaines huiles essentielles peuvent contenir de faibles quantités de composés acycliques non terpéniques et de poids moléculaires relativement bas, tels que des alcools,

II-Partie théorique

aldéhydes, cétones, etc. Parmi les essences naturelles, on distingue des essences simples, riches en un composé prédominant, des essences complexes, ne possédant aucun composé dominant, ainsi que toutes les variations intermédiaires possibles.

1-3-Localisation des huiles essentielles :

Les huiles essentielles se rencontrent dans tout le règne végétal et famille botanique, d'une grande façon chez certaines familles : conifères, rutacées ombellifères et lamiacées (**Ben cheikh, 2017**). Elles sont élaborées par des glandes sécrétrices qui se trouvent sur presque toutes les parties de la plante et elles sont sécrétées au sein de cytoplasme de certaines cellules ou se rassemblent sous formes de petites gouttelettes comme la plupart des substances lipophiles (**Gonzalez-Trujano, 2007**). La synthèse des huiles essentielles sont généralement associées à la présence des structures histologique spécialisés souvent localisation sur ou à proximité de la surface de la plante qui sont : cellules a huile essentielle "lauracear », les poils sécréteurs "laminaceas », poche sécrétrices "myrtaceae ", les canaux sécréteurs qui existent dans des nombreuses familles. Il est remarquable que les organes d'une même espèce peuvent renfermer des huiles essentielles de composition différents selon la localisation dans la plante (**Degryse et al., 2008**).

1-4-Rôle des huiles essentielles dans la plante :

Le rôle des constituants volatils dans la plante demeure mal défini, mais plusieurs hypothèses ont été avancées par différents auteurs ; **Veschaffelt, (1915)** qui suggère que les essences naturelles pourraient servir de mécanisme de défense contre les prédateurs tels que les micro-organismes, les champignons et les insectes, en influençant leurs comportements trophiques vis-à-vis des plantes. **Lutz, (1940)**, montre que ces constituants volatils agissent comme des modérateurs des réactions d'oxydation intramoléculaires, protégeant ainsi la plante des agents atmosphériques. Une théorie plus récente de **Croteau, (1986)**, suggère que les huiles volatiles agissent comme des régulateurs de l'énergie lumineuse et thermique au profit de la plante, en régulant la transpiration diurne et en absorbant les rayons ultraviolets grâce à leurs constituants insaturés, ce qui serait en lien avec la photochimie **Erman, (1985)**, met en évidence le rôle crucial des huiles essentielles dans la pollinisation et la dispersion des diaspores en attirant les insectes pollinisateurs, ce qui revêt une grande importance écologique et physiologique. Enfin, **Bouquet, (1972)**, suggère que certains constituants volatils pourraient être des composés intermédiaires du métabolisme et être présents à l'état libre pendant certaines périodes en relation avec l'activité végétative de la plante.

1-5-Les activités biologiques des huiles essentielles :

Les huiles essentielles (HEs) possèdent une large gamme d'activités biologiques, rendant leur utilisation précieuse dans divers domaines tels que la médecine, l'agriculture, et la cosmétique. Grâce à leur composition chimique riche et variée, elles présentent des propriétés importantes tels que l'activité antibactériennes, antifongiques, antivirales, anti-inflammatoires, et antioxydantes (**Bedi *et al.*, 2010**).

-Activité antibactérienne des huiles essentielles :

Les huiles essentielles sont reconnues pour leur capacité à inhiber la croissance de divers microorganismes pathogènes. Par exemple, les huiles essentielles de l'arbre à thé, d'eucalyptus et de thym sont particulièrement efficaces contre les bactéries (**Vassiliou *et al.*, 2023**). Cette propriété est largement exploitée dans les produits de soin de la peau, les désinfectants et les conservateurs alimentaires.

-Activité antifongique :

Dans le domaine agro-alimentaire et phytosanitaires on peut utiliser les huiles essentielles comme un agent de protection contre les champignons phytopathogènes et les microorganismes qui attaquent la production agricole comme l'huile de la citronnelle (**Radithia *et al.*, 2023**).

-Activité anti-tumorales :

Les huiles essentielles (HEs) ont attiré l'attention des chercheurs pour leurs potentiels effets antitumoraux. Cette activité repose sur la capacité de certains composés présents dans les HEs à inhiber la croissance des cellules cancéreuses, à induire l'apoptose (mort cellulaire programmée), et à interférer avec les processus métastatiques (**Pavithra *et al.*, 2018**).

II-Partie théorique

-Activité antiparasitaire :

Les huiles essentielles (HEs) sont largement reconnues pour leurs propriétés antiparasitaires, ce qui signifie qu'elles peuvent être efficaces pour repousser, tuer ou contrôler les parasites tels que les insectes, les acariens et les organismes parasites (**Harmansa & Yavuzcan, 2023**).

-Activité antiseptique :

Les huiles essentielles sont souvent utilisées pour leurs propriétés antiseptiques, qui consistent à détruire ou à inhiber la croissance des micro-organismes pathogènes tels que les bactéries, les virus et les champignons (**Benayed, 2008**).

-Activité antiviral :

Les virus donnent lieu à des pathologies qui posent des problèmes existant jusqu'à présent, les HE possèdent des propriétés pour traiter ces fléaux infectieux "les virus sont très sensibles aux molécules aromatiques » (**Benayed, 2008**).

-Activité antioxydante :

Les huiles essentielles sont également riches en antioxydants, qui aident à neutraliser les radicaux libres dans le corps. Des huiles comme celles de clou de girofle, de cannelle et d'origan sont particulièrement puissantes dans ce domaine. Leur capacité à prévenir l'oxydation des cellules est précieuse pour la santé de la peau et la prévention de maladies chroniques (**Zhang et al., 2015**).

-Activité anti-inflammatoire :

On peut utiliser les huiles essentielles dans le traitement de plusieurs pathologies dont les maladies de composante inflammatoire tout comme *cupressus sempervirens*. Les HEs de menthe poivrée et camomille romaine sont des solutions naturelles pour soulager la douleur et réduire l'inflammation. Elles sont souvent utilisées pour soulager les douleurs musculaires et articulaires, ainsi que les inflammations cutanées. Ces propriétés anti-inflammatoires sont attribuées à des composés comme le linalol et le menthol (**Bekhechi et al., 2024**).

1-6-Méthodes d'extraction des huiles essentielles :

Selon **Boukhatem *et al.*, (2019)**, il existe plusieurs méthodes d'extraction des huiles essentielles, telles que :

Distillation :

La distillation est la méthode la plus courante d'extraction des huiles essentielles. Elle utilise la chaleur pour séparer l'huile essentielle du matériau végétal. Il existe trois types principaux de distillation

-Hydro-distillation (HD) :

L'hydrodistillation est une méthode d'extraction d'huile essentielle qui utilise de la vapeur d'eau pour séparer l'huile du matériau végétal. La matière végétale est placée dans un alambic avec de l'eau. L'eau est ensuite chauffée, ce qui crée de la vapeur. La vapeur traverse la matière végétale et transporte l'huile essentielle avec elle. La vapeur et l'huile essentielle sont ensuite condensées en liquide. L'huile essentielle est ensuite séparée de l'eau

-Distillation à la vapeur d'eau (VE) :

La distillation à la vapeur d'eau est similaire à l'hydrodistillation, mais elle utilise de la vapeur d'eau pure au lieu d'eau avec de la matière végétale. Cette méthode est utilisée pour les matières végétales sensibles à la chaleur.

-Expression à froid :

L'expression à froid est une méthode d'extraction des huiles essentielles qui utilise une pression mécanique pour extraire l'huile du zeste des fruits d'agrumes. C'est la méthode préférée pour extraire les huiles essentielles d'agrumes car elle ne nécessite pas de chaleur, ce qui peut endommager les composés délicats de l'huile.

-Extraction par Solvant (S) :

L'extraction par solvant est une méthode d'extraction d'huiles essentielles d'une matière végétale en utilisant un solvant. Le solvant dissout l'huile essentielle de la matière végétale, puis

II-Partie théorique

la solution est évaporée pour laisser l'huile essentielle. Il existe plusieurs types de solvants peuvent être utilisés pour l'extraction par solvant, notamment

-Extraction par le dioxyde de carbone (CO₂) supercritique :

L'extraction par CO₂ supercritique est une méthode d'extraction relativement nouvelle qui utilise du dioxyde de carbone (CO₂) dans un état supercritique pour extraire les huiles essentielles des plantes. Le CO₂ supercritique est un gaz qui se comporte à la fois comme un liquide et un gaz. Il a la capacité de dissoudre des substances comme les huiles essentielles, mais il est également facilement séparé de l'extrait, ce qui en fait un solvant sûr et respectueux de l'environnement. Le processus d'extraction par CO₂ supercritique est relativement simple. Le CO₂ est pompé dans un extracteur contenant la matière végétale. Le CO₂ supercritique dissout les huiles essentielles de la matière végétale, puis le CO₂ et l'extrait sont séparés. Le CO₂ est ensuite renvoyé dans le processus d'extraction, tandis que l'extrait est collecté.

-Extraction assistée par micro-ondes :

L'extraction assistée par micro-ondes est une méthode prometteuse pour la distillation des huiles essentielles, car elle permet de réduire considérablement le temps de traitement et d'augmenter le rendement. Bien qu'aucun développement industriel n'ait encore été réalisé, cette technologie fait l'objet de nombreuses recherches en raison de ses nombreux avantages, notamment son caractère écologique, son économie d'énergie et de temps, son investissement initial réduit et sa capacité à minimiser les dégradations thermiques et hydrolytiques.

L'une des applications les plus remarquables de l'extraction assistée par micro-ondes est la SFME (Solvent Free Microwave Extraction). Cette technique originale combine le chauffage par micro-ondes et la distillation sèche pour extraire les huiles essentielles sans utiliser d'eau ni de solvant. Le matériel végétal est placé dans un réacteur au sein d'un four à micro-ondes, où l'eau contenue dans la plante est chauffée de manière interne, provoquant la dilatation des cellules et la rupture des glandes et des réceptacles oléifères. L'huile essentielle ainsi libérée s'évapore avec l'eau de la plante.

2-Généralités sur le *Citrus Limon* :

2-1-Définition de *Citrus limon* :

Le citronnier, un arbre majestueux pouvant atteindre cinq mètres de haut, offre au monde un fruit précieux : le citron. Issu de la famille des Rutacées (Gollouin & Tonelli, 2013), cet agrume se pare d'une écorce épaisse, évoluant du vert tendre au jaune éclatant sous l'effet du froid (Fig.01). Emblème du soleil méditerranéen, il symbolise la santé et le dynamisme, rayonnant parmi les fruits les plus appréciés à travers le globe (Gonzalez-Molina *et al.*, 2010).



Figure 01 : *Citrus limon* (prise personnelle le 27/01/2024).

II-Partie théorique

2-2-Taxonomie de *Citrus limon* :

Selon **Padrini & Lucheronie, (1996)**, la classification de citronnier est la suivante :

Tableau 01 : Taxonomie de <i>Citrus limon</i> .	
Classe	Magnoliopsida
Ordre	Sapindales
Famille	Rutaceae
Genre	Citrus
Espèce	<i>Citrus limon</i>

2-3-Origin et distribution de *Citrus limon* :

L'origine de citronnier est restée inconnue à cause de son polymorphisme et de sa diversité inter-variétal. Les chercheurs situaient son ancêtre sauvage dans le région d'Assam, la région Indo-Birmane en Chine. Il y a même des études phylogénétiques montre qu'il est né en Méditerranée (**Benaissat, 2015**). L'Algérie est considérée comme l'un des pays célèbres pour la production d'agrumes dans la région du Nord-Ouest. La culture des agrumes a été introduite en Algérie à l'époque romaine, où elle était cultivée dans la région de Bouna et dans les Kabyles occidentaux. Jusqu'à nous jours les régions productrices de citron en Algérie sont situées dans les zones côtières du nord, où en se trouvent le climat méditerranéen qu'il est favorisé à la culture des agrumes. Les wilayas les plus connus pour leurs plantation d'agrumes sont : Blida en tête du classement de la production avec 4 millions de quintaux suivie Chlef avec 1,7 millions de quintaux puis Mostaganem avec 1,5 millions de quintaux puis Tipaza, Skikda, Jijel avec moins de 1,5 millions de quintaux (**MADR, 2009**).

2-4-Description botanique de *Citrus limon* :

Le citronnier (*Citrus limon*) est un petit arbre à feuilles persistantes, originaire d'Asie. Il est largement cultivé pour ses fruits, les citrons, qui sont utilisés en cuisine, pour la parfumerie et en médecine traditionnelle. On peut le décrit comme suit (**Makhloufi & Mehda, 2021**) :

II-Partie théorique

2-4-1-Port :

Le citronnier est un arbre de taille moyenne, atteignant généralement une hauteur de 3 à 6 mètres. Il possède une couronne arrondie et un tronc souvent tordu et ramifié près de la base.

2-4-2-Feuilles :

Les feuilles du citronnier sont simples, alternes, coriaces, et persistantes. Elles mesurent entre 5 et 10 centimètre de long, avec des bords légèrement dentelés. Les feuilles sont de couleur verte brillante sur la face supérieure et plus pâles en dessous (**Fig.02**). Les jeunes feuilles et les pétioles peuvent présenter de petites ailes (ailettes) caractéristiques des agrumes.

2-4-3-Fleurs :

Les fleurs de Citrus limon sont blanches et odorantes, souvent teintées de pourpre à l'extérieur (**Fig.02**). Elles sont généralement solitaires ou groupées en petites inflorescences aux extrémités des branches. Chaque fleur possède cinq pétales et de nombreux étamines. La floraison peut avoir lieu plusieurs fois par an, mais elle est principalement concentrée au printemps.

2-4-4-Fruits :

Le fruit du citronnier est une baie ovoïde ou oblongue (**Fig.02**), généralement appelée "citron". Les citrons mesurent entre 6 et 12 centimètre de long et de 4 à 6 centimètre de diamètre. Leur écorce est épaisse, jaune vif à maturité, et recouverte de glandes à huile essentielle. La pulpe est juteuse, acidulée, divisée en segments, et contient de nombreuses graines (ou pépins). La teneur élevée en acide citrique donne au citron sa saveur acide caractéristique.

2-4-5-Racines :

Le système racinaire du citronnier est généralement peu profond mais bien ramifié, ce qui lui permet de bien s'adapter à différentes conditions de sol. Il préfère cependant les sols bien drainés et légèrement acides à neutres.

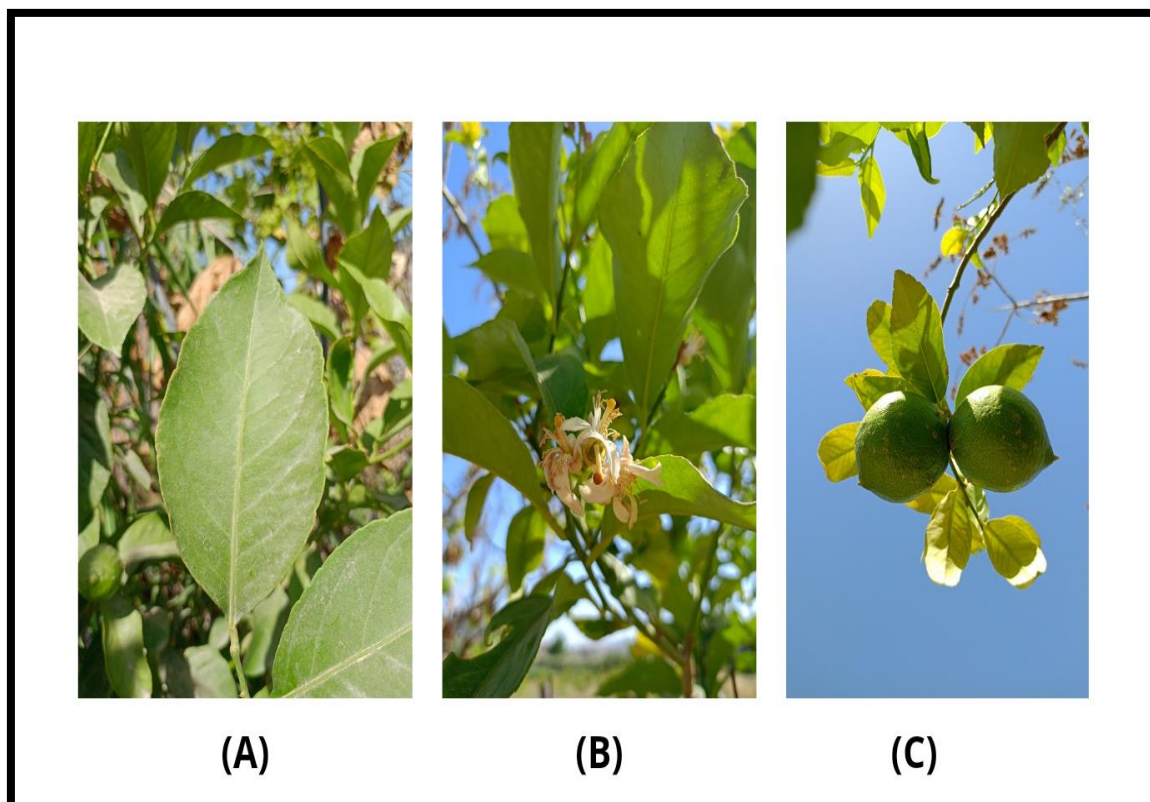


Figure 02 : Différentes parties du citronnier *Citrus limon* (A : feuille, B : Fleur, C : fruit) (prise personnelle le 14/06/2024).

2-5-Composition chimique de *Citrus limon* :

Le citronnier et ses fruits sont riches en divers composés chimiques qui contribuent à leurs propriétés nutritives, médicinales et aromatiques. Une description détaillée des principaux constituants chimiques du citronnier est la suivante :

2-5-1-Huiles Essentielles :

Les huiles essentielles sont présentes principalement dans les feuilles, les fleurs et l'écorce du fruit. Les principaux composants incluent sont présentés dans le **tableau 02 (Fisher & Phillips, 2008 ; Lota *et al.*, 2001 ; Sokovic *et al.*, 2007).**

II-Partie théorique

Tableau 02 : Principaux composants de l'huile essentielle de <i>Citrus limon</i>.	
Composants	Rôle
Limonène	Constituant majoritaire de l'huile essentielle de zeste, représentant environ 70-90%. Il donne le parfum caractéristique des agrumes.
Citral	Présent dans les feuilles et les fleurs, confère un arôme citronné.
Linalol	Contribue à l'arôme floral.
Géraniol	Présent en petites quantités, ajoute un parfum doux et floral.
B-pinène, γ-terpinène, et sesquiterpènes	Contribuent aux propriétés antimicrobiennes et antifongiques de l'huile essentielle.

2-5-2-Composés Phénoliques :

Les composés phénoliques sont des antioxydants puissants présents dans divers tissus du citronnier (González-Molina *et al.*, 2010 ; Tounsi *et al.*, 2011) (Tab.03).

Tableau 03 : Les composés phénoliques de <i>Citrus limon</i>.		
Composants	Exemples	Rôle
Flavonoïdes	l'héspéridine, la diosmine, l'éridictyol et la quercétine.	Ils possèdent des propriétés anti-inflammatoires, antivirales et antioxydantes.

II-Partie théorique

Acides phénoliques	L'acide férulique, l'acide caféique et l'acide chlorogénique	Contribuent à l'activité antioxydante.
---------------------------	--	--

2-5-3-Vitamines :

Le citron est une source riche en vitamines, notamment la Vitamine C (Acide ascorbique) qui est présente en grande quantité, et connue pour son rôle essentiel pour le système immunitaire, la peau et les vaisseaux sanguins. On peut trouver la Vitamine A présentée sous forme de bêta-carotène, ainsi que la vitamine B (B1 : thiamine, B2 : riboflavine, B3 : niacine, B5 : acide pantothénique, B6 : pyridoxine, et B9 : folate) (Economos & Clay, 1999).

2-5-4-Minéraux :

Les citrons contiennent divers minéraux (USDA, 2020), dont ceux cités dans le **tableau 04**.

Tableau 04 : Quelques minéraux de <i>Citrus limon</i>.	
Composants	Rôle
Potassium	Important pour la fonction cardiaque et musculaire.
Calcium	Essentiel pour les os et les dents.
Magnésium	Impliqué dans de nombreuses réactions enzymatiques.
Phosphore, fer et cuivre	Présents en plus petites quantités mais essentiels pour diverses fonctions corporelles.

2-5-5-Acides Organiques :

Les acides organiques confèrent au citron son goût acidulé caractéristique (USDA, 2020), tel que l'acide citrique qui est le principal acide organique, représentant 5-6% du jus de citron. Il possède des propriétés antioxydantes et conservatrices. Il y a aussi l'acide malique et l'acide ascorbique qui sont présents en plus petites quantités (USDA, 2020).

2-5-6-Fibres Alimentaires :

Le citron contient des fibres alimentaires, principalement sous forme de pectine, qui est bénéfique pour la digestion et peut aider à réduire le cholestérol (Gorinstein *et al.*, 2004).

2-5-7-Sucres Naturels :

Le citron contient des sucres naturels, principalement le Fructose, glucose et saccharose qui sont présents en quantités relativement faibles comparées à d'autres fruits (Gorinstein *et al.*, 2004).

2-5-8-Autres Composés :

On peut trouver des Composés volatils qui contribuent à l'arôme distinct du citron, et des composés amers, tels que les limonoïdes, qui peuvent avoir des effets anticancéreux.

2-6-Bienfaits de *Citrus limon* :

L'utilisation du citron est influencée par sa composition biochimique. Riche en acide citrique, calcium, phosphore, potassium et vitamines E, K, B, et C (53 mg/100g), le citron est très recherché pour ses propriétés thérapeutiques, antiseptiques et antioxydantes. Il est utilisé pour traiter diverses maladies telles que le scorbut, la toux et le rhume. Des études suggèrent également que le citron, grâce à ses puissants flavonoïdes, pourrait jouer un rôle dans la prévention des maladies dégénératives du cerveau comme la maladie d'Alzheimer.

En tant qu'aliment, le citron peut être consommé frais ou transformé en jus, conserves et confitures. Il est également un condiment apprécié pour ses propriétés organoleptiques. Les sous-produits du citron sont largement valorisés. On en extrait des pectines, de l'acide citrique, des produits chimiques (flavonoïdes, vitamines) et des huiles de pépins. Les écorces séchées et

II-Partie théorique

les déchets des usines de transformation des citrons sont également utilisés comme aliments pour le bétail (**Munier, 2011**).

Le citron est également une source précieuse d'huile essentielle, très prisée pour ses multiples applications. L'extraction de ces essences peut se faire à partir des feuilles (petit-grain), des fleurs (néroli) ou des écorces des fruits. Les huiles essentielles de citron sont utilisées en parfumerie ainsi que dans les industries alimentaire, pharmaceutique et cosmétique (**González-Molina *et al.*, 2010**).



III. Partie pratique



III-Partie pratique

1-Matériel et méthodes :

Ce chapitre est consacré à la présentation du matériel et méthodes utilisés dans notre étude, à savoir, l'extraction de l'huile essentielle de l'espèce *Citrus limon* à partir des feuilles par hydrodistillation, ainsi que la caractérisation physicochimique de l'huile extraite. La partie pratique de ce mémoire a été réalisée au niveau du laboratoire numéro 03 de Physiologie Végétale de l'Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technologique (ENSET) de Skikda. La figure (03) suivante résume la méthodologie expérimentale.

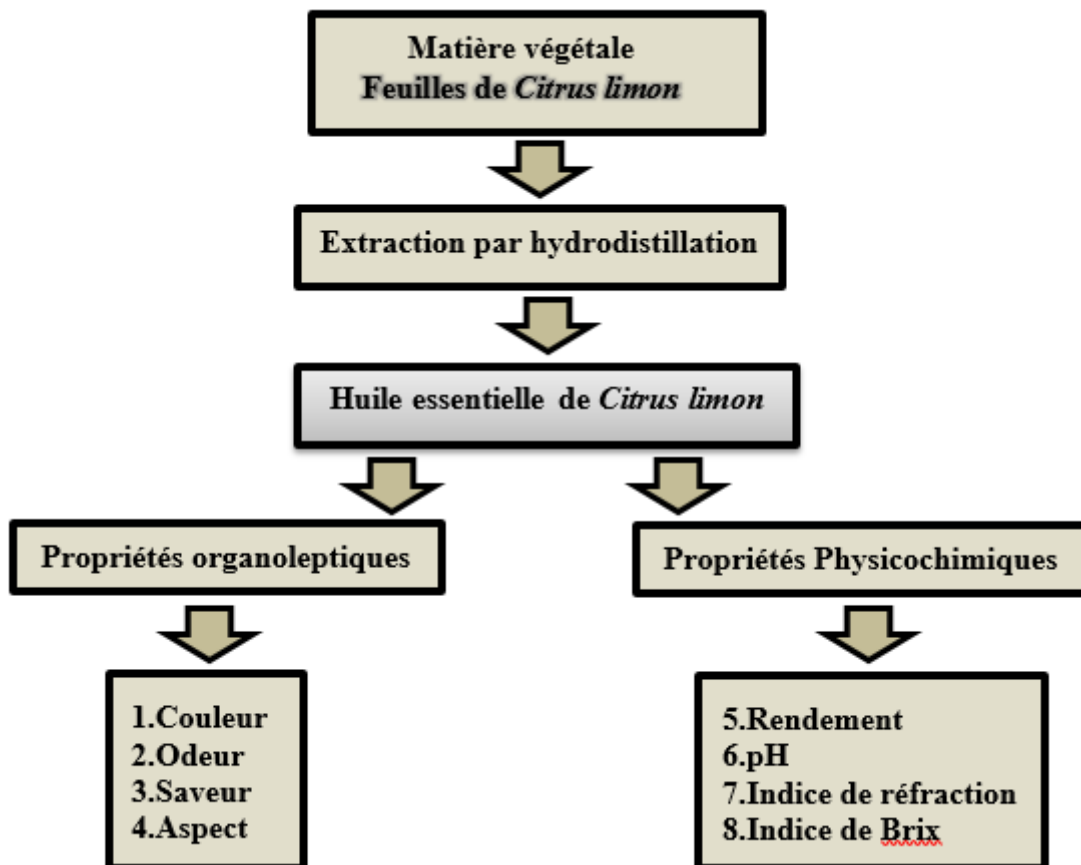


Figure 03 : Etapes expérimentales (Schéma personnel).

1-1-Objectifs du travail :

Le but de ce travail est de :

- Connaître la qualité et la sécurité de l'huile essentielle de citron, afin de confirmer sa capacité à être utilisée dans le domaine de l'industrie pharmaceutique et parapharmaceutique.

III-Partie pratique

Le choix de *Citrus limon* est basé sur :

- Utilisations de la plante par la population locale.
- Utilisation de la plante dans la fabrication des produits cosmétiques (parfums et d'huiles essentielles) et pharmaceutique.
- Utilisation pour la médecine alternative.

1-2-Préparation de la plante :

La plante utilisée dans ce travail a été récoltée le mois de Février 2024 (**Fig.04**), de différentes régions du Nord-Est Algérien, notamment :

-Sidi Harb : Sidi Harb est une région située dans la commune d'Annaba, connue pour son climat méditerranéen favorable à la culture des agrumes. Cette zone bénéficie de sols fertiles et d'une pluviométrie adéquate, ce qui en fait un environnement idéal pour la culture des citronniers. La région de Sidi Harb est également caractérisée par une agriculture diversifiée, ce qui contribue à la richesse agronomique locale.

-El Hadaiek : située dans la commune de Skikda, El Hadaiek se distingue par son climat subtropical humide, influencé par la proximité de la mer. Cette région bénéficie de précipitations relativement élevées et d'une humidité ambiante favorable à la culture des agrumes. La région de Skikda, en général, est reconnue pour ses productions agricoles variées, allant des céréales aux fruits, avec une place particulière pour les agrumes grâce à des conditions agroclimatiques favorables.

-Aïn Bouziane : Située dans la commune d'Aïn Bouziane, c'est une région à l'intérieur des terres, où le climat est légèrement plus continental par rapport aux zones côtières. Les températures sont plus élevées en été et plus basses en hiver, avec une variation saisonnière significative. Les sols de cette région sont bien drainés et propices à la culture des agrumes, en particulier des citronniers. La région est également connue pour son eau de source abondante, qui est utilisée pour l'irrigation et contribue à la vigueur des plantations.

III-Partie pratique

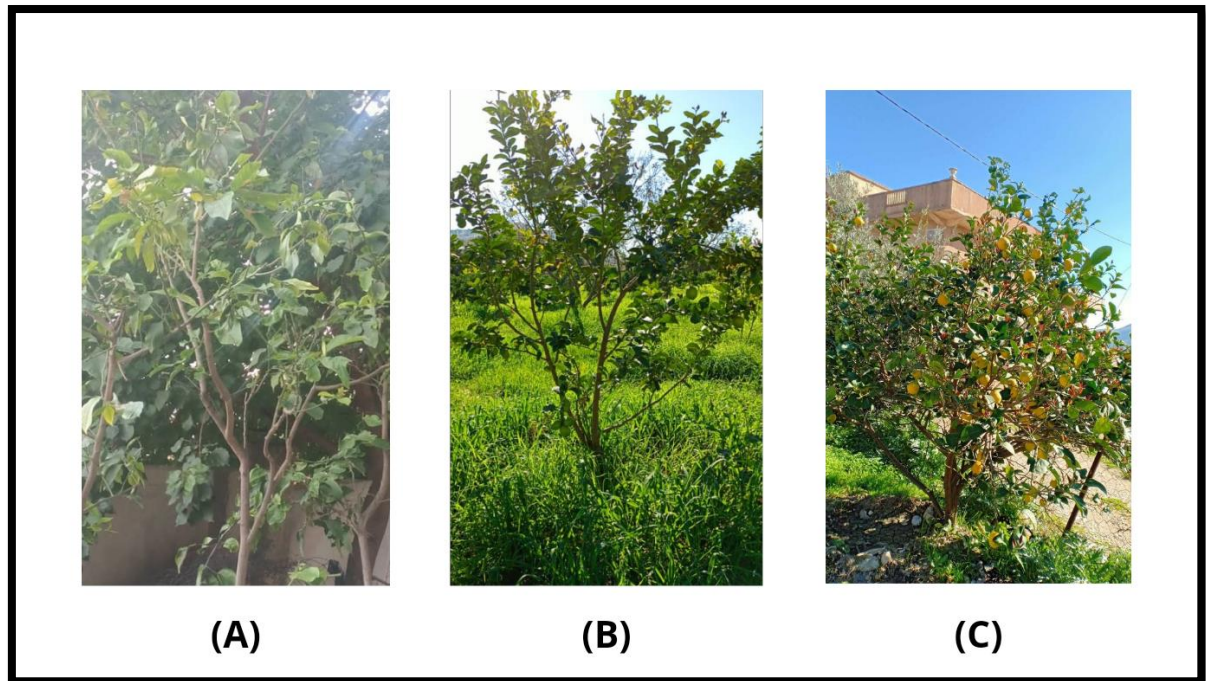


Figure 04 : Arbre de citronnier des trois régions choisies (A : Sidi Harb, B : El Hadaiek, C : Ain Bouziane) (prise personnelle le 27/01/2024).

Après récupération des feuilles de citron, elles ont été rincées avec l'eau distillée puis séchées à l'air et à l'ombre à une température ambiante pendant 10 jours (**Fig.05**), afin de préserver au maximum l'intégrité des molécules.



Figure 05 : Feuilles sèches de citronnier (prise personnelle le 20/02/2024).

III-Partie pratique

1-3-Matériel et produits utilisés :

Le matériel et les produits utilisés dans ce mémoire sont présentés sur le tableau et la figure suivants :

Tableau 05 : Matériel et produit utilisé.		
Matériel	Produit	
Dispositif d'hydrodistillation	Eau distillée	
		Ballon
		Chauffe ballon
		Réfrigérant
Ampoule à condensation		
Eppendorf (Fig.06A)		
Balance (Fig.06B)		
Becher (Fig.06C)		
Pipette (Fig.06D)		
Papier pH (Fig.06E)		
Réfractomètre (Fig.06F)		

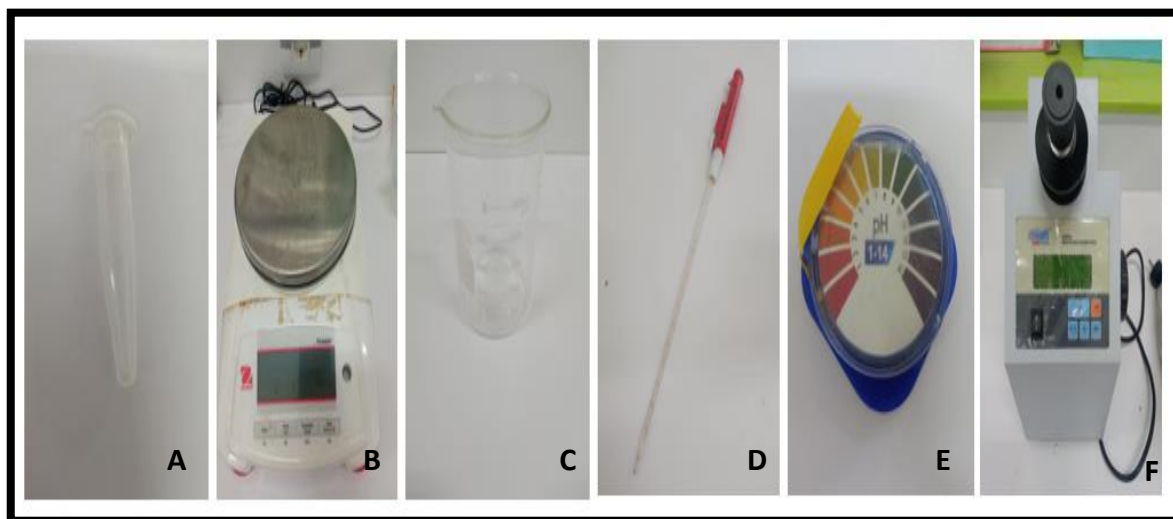


Figure 06 : Prise personnelle du matériel utilisé (le 12/03/2024).

III-Partie pratique

1-4- Extraction de l'huile essentielle de *Citrus limon* :

1-4-1-Principe d'extraction :

Le principe de l'hydrodistillation est basé sur l'éclatement et la libération des molécules odorantes (non solubles dans l'eau) contenues dans les cellules de la matière végétale une fois mise en contact avec de l'eau chaude. Ces molécules aromatiques une fois condensées, dans un réfrigérant, donnent les huiles essentielles (**Fig.07**).

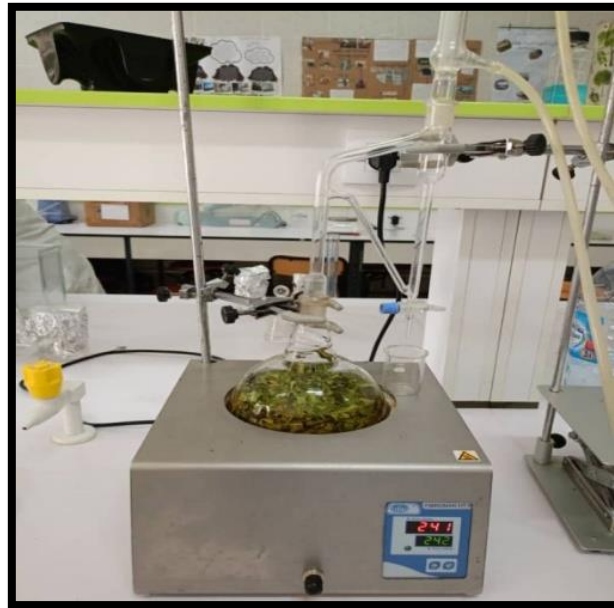


Figure 07 : Dispositif d'hydrodistillation (prise personnelle le 27/02/2024).

1-4-2-Procédé d'extraction :

- Préparer 140gramme de matière végétale (feuilles sèches coupées en petits morceaux), l'introduire dans un ballon avec 1000 millilitre d'eau distillée (le contenu du ballon ne doit pas dépasser les trois tiers pour éviter les débordements au cours de l'ébullition) ;
- L'ensemble est ensuite porté à ébullition, une fois on atteint l'ébullition, les cellules éclatent et commencent à dégager leurs contenus en huiles essentielles, qui par la suite sont transportées avec la vapeur d'eau jusqu'au réfrigérant ;
- Les vapeurs chargées d'huile et qui traversent le réfrigérant, se condensent et chutent dans une ampoule à décanter ;
- L'eau et l'huile se séparent par différence de densité ;

III-Partie pratique

- L'huile essentielle de *Citrus limon* sera par la suite récupérée et pesée pour le calcul du rendement (**Fig.08**).

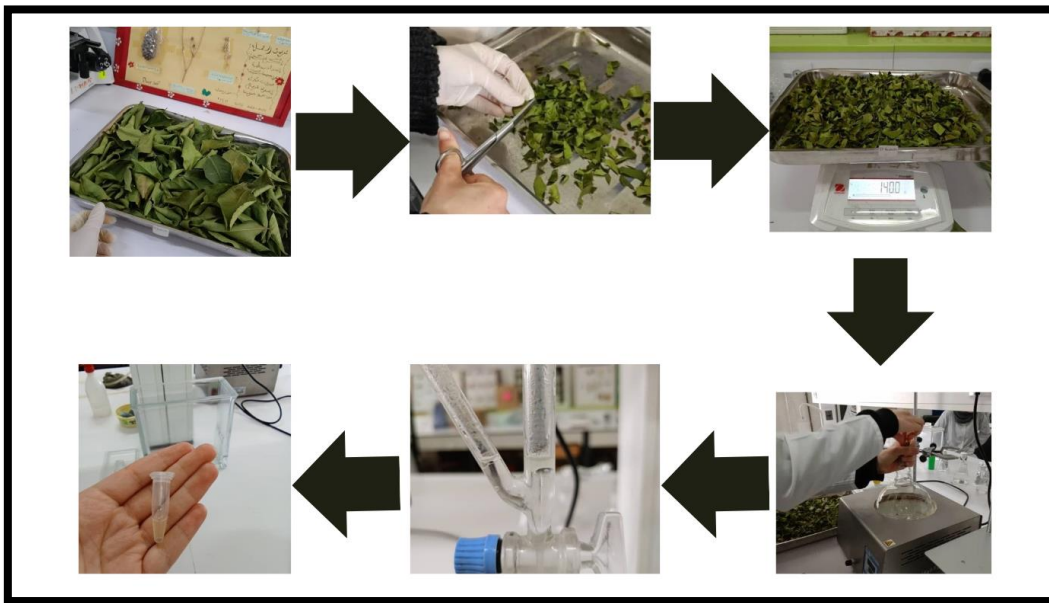


Figure 08 : Les différentes étapes d'extraction de l'HE (prise personnelle le 27/02/2024).

1-4-3-Conservation des huiles essentielles :

La plupart des molécules constitutives des huiles essentielles sont insaturées, ce qui les rend instables et sensibles à l'altération. L'huile essentielle extraite à partir de *Citrus limon* obtenue a donc été conservée à une température voisine de 4°- 6°C, dans des tubes en verre fermé et couverts avec du papier aluminium pour la préserver de l'air et de la lumière (**Fig.09**).

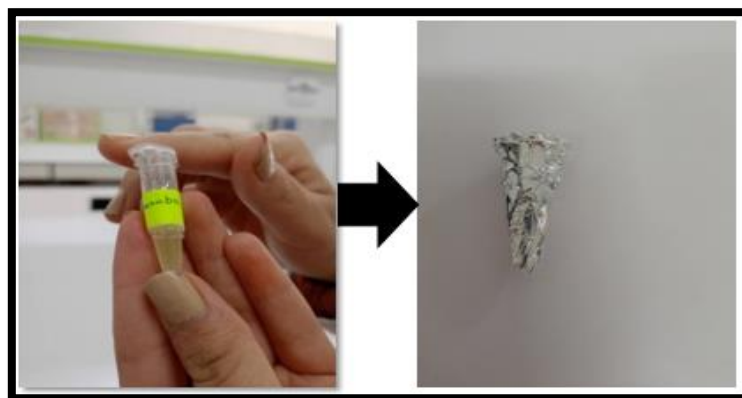


Figure 09 : Conservation des HEs après extraction par Clevenger (prise personnelle le 27/02/2024).

III-Partie pratique

1-4-4-Propriétés organoleptiques des huiles essentielles de *Citrus limon* :

Les huiles essentielles ont des propriétés sensorielles communes, notamment des caractéristiques pouvant être perçues par les organes de sens : couleur, odeur, saveur ou goût et apparence ou aspect. Pour cela, nous avons remis un échantillon d'huile essentielle de *Citrus limon* provenant de chaque région à 20 étudiants de l'ENSET afin de déterminer ses propriétés organoleptiques juste après son extraction et sa récupération.

1-4-5-Rendement d'extraction :

Selon la norme **AFNOR (1986)**, le rendement en huile essentielle (RHE), est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile essentielle obtenue après extraction (MHE) et la masse de la matière végétale utilisée (MS). Il est donné par la formule suivante :

- RHE : Rendement en HE en pourcentage (%).
- Mhe : Masse de l'huile essentielle en gramme.
- Mvg : Masse végétale sèche en gramme.

$$\text{RHE (\%)} = (\text{Mhe} / \text{Mvg}) \times 100$$

1-4-6-Evaluation de quelques indices physico-chimique des huiles essentielles de *Citrus limon* :

L'huile essentielle de *Citrus limon*, elle est soumise à une série d'analyses physico-chimiques, parmi lesquelles :

a-pH :

pH : l'abréviation de potentiel d'hydrogène mesure l'activité chimique des ions hydrogènes (H⁺) en solution.

III-Partie pratique

Tableau 06 : Mode opératoire de la détermination du pH de *Citrus limon*.

Préparation de l'échantillon	Étapes de la mesure
L'huile essentielle de citron a été prélevée à l'aide d'une pipette.	<ul style="list-style-type: none">-Mettre quelques gouttes d'HE sur un bout de papier pH.-Après le changement de la couleur du papier, comparer le résultat avec une gamme de couleurs qui varient selon le pH.

b-Indice de Réfraction (I.R) :

L'indice de Réfraction est le changement de direction de la lumière au passage d'un milieu à un autre. La mesure de l'indice a été faite par l'appareil « Refractometer ABBE » (Tab.07).

Tableau 07 : Mode opératoire de la détermination de l'indice de réfraction de *Citrus limon*.

Préparation de l'échantillon	Étapes de la mesure
L'huile essentielle de citron a été prélevée à l'aide d'une pipette et placée dans un bécher propre.	<ul style="list-style-type: none">- Allumer le réfractomètre et calibrer l'appareil en utilisant une référence standard, généralement de l'eau distillée dont l'indice de réfraction est connu.-Déposer une goutte de l'huile essentielle de citron sur le prisme du réfractomètre.-Fermer le couvercle du prisme pour éviter les interférences de la lumière extérieure.-Lire directement l'indice de réfraction affiché sur l'écran du réfractomètre.

III-Partie pratique

c-Indice de Brix :

Brix indique la quantité de sucre présent dans un liquide. Le score est exprimé en degrés Brix. Un degré Brix signifie 1gramme de saccharose dans 100gramme de liquide. Plus le score Brix est élevé, plus les produits en question seront sucrés et auront de goût. Brix est mesuré par le même appareil utilisé dans la mesure de l'indice de réfraction (**Tab.08**).

Tableau 08 : Mode opératoire de la détermination de l'indice de Brix de <i>Citrus limon</i>.	
Préparation de l'échantillon	Étapes de la mesure
L'huile essentielle de citron a été prélevée à l'aide d'une pipette et placée dans un bécher propre.	<ul style="list-style-type: none">-Étendre une goutte de l'échantillon sur le prisme du réfractomètre.-Fermer le couvercle et lire la valeur de l'indice de Brix directement sur l'écran de l'appareil.

2-Résultats et discussion :

Ce dernier chapitre est consacré à la présentation des résultats expérimentaux obtenus dans notre étude et leur discussion. Il portera essentiellement deux parties. La première dédiée à la caractérisation des propriétés organoleptiques de l'huile essentielle des feuilles de citron et la seconde traitera les résultats de caractérisation des paramètres physicochimiques de cette huile par diverses techniques.

2-1-Caractérisation de l'huile essentielle de *Citrus limon* :

2-1-1-Propriété organoleptiques de l'huile essentielle de *Citrus limon* :

Les paramètres organoleptiques de nos huiles essentielle (couleur, odeur, saveur et aspect) sont résumés dans le tableau 09. Ces résultats sont conformes à ceux rapportés en littérature (Bey Ould Si Said, 2014 ; Meflah, 2015 ; Bessedik & Khenfer, 2015 ; Reghaissia, 2020 ; Gueffal & Zengui, 2021).

Tableau 09 : Propriétés organoleptiques de l'huile essentielle de <i>Citrus limon</i> des trois régions étudiées.				
Régions	Couleur	Odeur	Saveur	Aspect
Sidi Harb	Transparent	Typique du citral	Amer	Liquide
El Hadaiek	Jaune pale	Typique du citral	Amer	Liquide
Ain Bouziane	Jaune pale	Typique du citral	Amer	Liquide

2-1-2-Paramètres physicochimiques de l'huile essentielle de *Citrus limon* :

Cette partie comprend les résultats obtenus suite à l'extraction de l'huile essentielle de *Citrus limon* par hydrodistillation. Le rendement est calculé à partir du poids de l'huile essentielle (HE) extraite par rapport au poids de la masse végétale utilisée (MV) dans l'hydrodistillation (Tab.10).

III-Partie pratique

Tableau 10 : Rendement d'extraction de l'huile essentielle de <i>Citrus limon</i> des trois régions étudiées.				
Régions	Sidi Harb	El Hadaiek	Ain Bouziane	Norme AFNOR
Poids de MV	140g	140g	140g	0,5-2%
Poids de l'HE	0,3	0,4	0,3	
Rendement (%)	0,21	0,3	0,21	

L'évaluation du rendement d'extraction de l'huile essentielle de citron dans trois régions différentes montre des résultats intéressants. À Sidi Harb et Ain Bouziane le rendement est de 0,21 %, tandis qu'à El Hadaiek, il est plus élevé, atteignant 0,3 % (**Fig.10**). Différemment de nos résultats, le rendement d'extraction dans les travaux de **Didi & Yakoubi, (2021)**, est de 2,5%. Dans les travaux de **Bey Ould Si Said, (2014)** le rendement de l'HE de citron est d'une quantité moins importante (0,1%) par rapport à nos résultats. Les huiles essentielles obtenues sont 100 % pures, 100 % naturelles et la quantité est toujours faible par rapport à la masse végétale utilisée. La différence dans le rendement des travaux cités pourrait être expliquée par la différence de la technique d'extraction utilisée (Clevenger), les conditions de production locale ou même au taux d'humidité des organes.

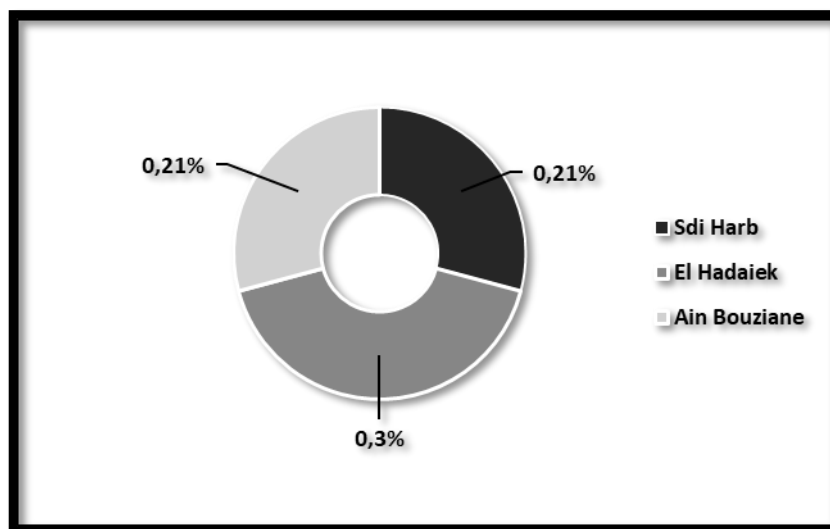


Figure 10 : Graphe en secteurs montrant d'extraction l'huile essentielle de *Citrus limon* des trois régions étudiées.

III-Partie pratique

Les résultats du pH, l'indice de réfraction et l'indice de Brix évalués dans cette étude sont présentés dans le tableau 11.

Tableau 11: Propriétés physicochimiques de l'huile essentielle de <i>Citrus limon</i> des trois régions étudiées.			
Régions	pH	IR	Brix
Sidi Harb	6	1,4789	75,4
El Hadaiek	6	1,4757	74,1
Ain Bouziane	6	1,4532	64,9
Norme AFNOR	Acide faible	1.4600-14760	

L'analyse du pH de l'huile essentielle de citron provenant de trois régions distinctes ne révèle pas des variations notables (**Fig.11**). À Sidi Harb, El Hadaiek et Ain Bouziane, le pH mesuré est de 6, indiquant une acidité légèrement moins (**Fig.12**). Nos résultats sont similaires aux résultats de **Meflah, (2015)** ; **Gueffal & Zengui (2021)** et **Kerfi-Gueteb & Benyahia (2020)**. Les différences de pH dans les trois régions étudiées peuvent être attribuées à plusieurs facteurs, tels que les conditions climatiques, la composition du sol, et les pratiques agricoles spécifiques à chaque région.

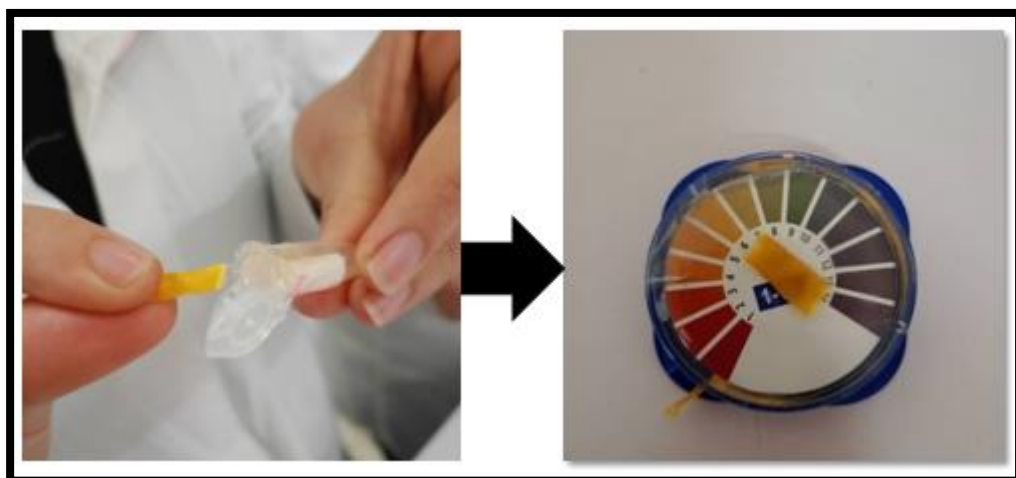


Figure 11 : Résultat sur papier pH (prise personnelle le 27/02/2024).

III-Partie pratique

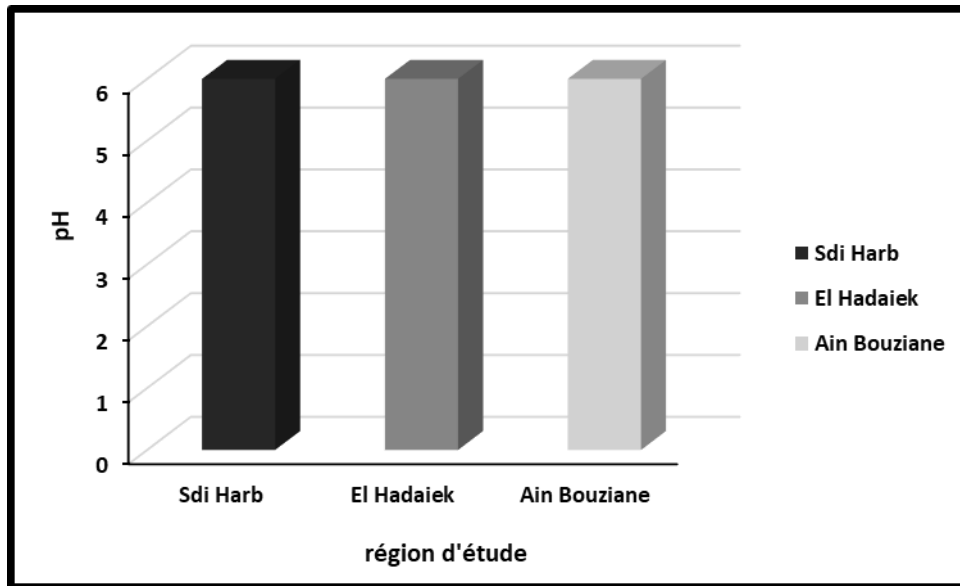


Figure 12 : Histogramme des valeurs du pH de l'huile essentielle de *Citrus limon* des trois régions étudiées.

L'étude de l'indice de réfraction de l'huile essentielle de citron provenant de trois régions différentes met en évidence des variations significatives. À Sidi Harb, l'indice de réfraction est de 1,4789, tandis qu'à Ain Bouziane, il est de 1,4757 (**Fig.13**). Cependant à El Hadaiek, l'indice de réfraction est de 1,4532 (**Fig.14**). L'indice de réfraction indique la capacité de l'HE à réfléchir la lumière. Ce rapport est généralement élevé. Il dépend de la composition chimique qui augmente en fonction des longueurs des chaînes d'acides, de leurs degrés d'insaturation et de la température, il varie essentiellement avec la teneur en monoterpènes et en dérivés oxygénés. Une forte teneur en monoterpènes donne un indice plus élevé. Dans l'étude de **Kerfi-Gueteb & Benyahia, (2020), Meflah (2015), Gueffal & Zengui (2021)** ; l'indice de réfraction était supérieur à nos résultats notamment 1,4750, 14770, 14780 respectivement. Pour l'indice de Brix la valeur enregistrée est de l'ordre de 75,4 et 74,1 pour Sidi Harb et El Hadaiek respectivement. Contrairement à Ain Bouziane où la valeur était 64,9 (**Fig.15**). Bien que l'indice de Brix soit traditionnellement associé à la teneur en sucre dans les solutions aqueuses, dans le contexte des huiles essentielles, il peut fournir des informations précieuses sur la concentration, la pureté et la qualité de l'huile essentielle. L'intérêt du sucre en tant que tel dans les huiles essentielles est généralement limité, sauf dans des cas spécifiques où la présence de sucres pourrait influencer les propriétés de l'huile pour des applications particulières.

III-Partie pratique



Figure 13 : Variation des valeurs de l'indice de réfraction sur le réfractomètre (prise personnelle le 12/03/2024).

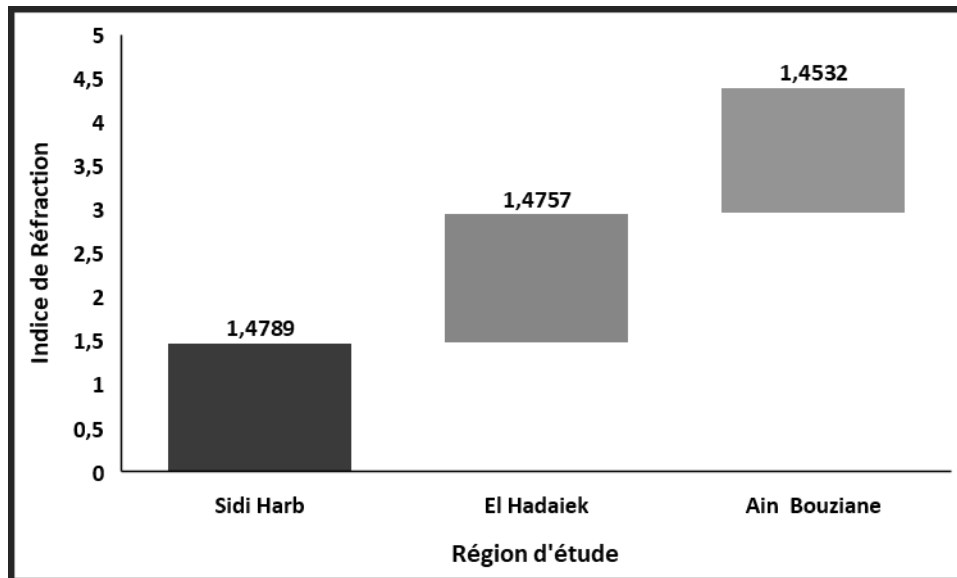


Figure 14 : Histogramme montrant l'indice de réfraction de l'huile essentielle de *Citrus limon* des trois régions étudiées.

III-Partie pratique

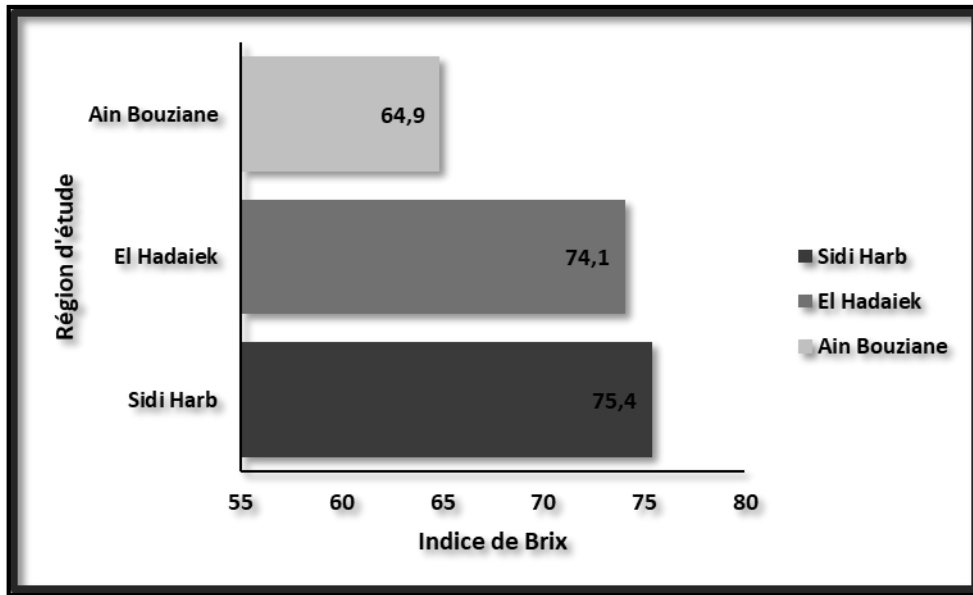


Figure 15 : L'indice de Brix de l'huile essentielle de *Citrus limon* des trois régions étudiées.



IV. Conclusion et perspectives



IV-Conclusion et perspectives :

Le citronnier, par ses multiples facettes et utilisations, se révèle être un élément incontournable de notre patrimoine botanique, culinaire, médicinal et culturel.

Ce travail a étudié l'extraction de l'huile essentielle de *Citrus limon* provenant de trois régions entre Annaba et Skikda, en se focalisant sur ses paramètres organoleptiques et physicochimiques. Les analyses ont révélé des variations dans les propriétés organoleptiques, telles que la couleur, ainsi que dans les caractéristiques physicochimiques, y compris l'indice de réfraction et l'indice de Brix. Ces différences soulignent l'influence des conditions géographiques et climatiques sur la qualité de l'huile essentielle. Les résultats obtenus fournissent des informations précieuses pour l'optimisation des méthodes d'extraction et l'amélioration de la qualité des produits dérivés.

L'avenir de la recherche sur le citronnier est prometteur, avec de nombreuses pistes à explorer pour maximiser ses bienfaits et applications. Parmi les perspectives les plus intéressantes, nous pouvons citer :

-Optimisation des Rendements en Huiles Essentielles : En étudiant davantage les conditions optimales de culture et de distillation, il serait possible d'augmenter les rendements et la qualité des huiles essentielles de citronnier.

-Applications Médicinales Innovantes : Les flavonoïdes et autres composés bioactifs présents dans le citron offrent des possibilités intéressantes pour le développement de nouveaux médicaments, notamment pour la prévention et le traitement des maladies dégénératives et cardiovasculaires.

-Développement de Produits Alimentaires et Cosmétiques : L'exploration des propriétés organoleptiques et des bienfaits pour la peau et les cheveux peut conduire à la création de produits innovants dans les industries alimentaire et cosmétique.



V. Références bibliographiques



V-Références bibliographiques

V-Références bibliographiques :

A

Abdelhamid, I. & Saouane, R. (2020). Contribution à l'étude de l'effet des huiles essentielles de *Citrus lemon* sur les caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques et sensorielles d'un fromage (DJBEN) fabriqué à partir de lait de chamelle. Mémoire de Master, Option : Assurance de Qualité et Sécurité Alimentaire, Département de Biologie, Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie. Université de Larbi Tebessi – Tébessa, 23-24pp.

AFNOR : Association Française de NORmalisation. (1986). Recueil des normes françaises sur les huiles essentielles, Association Française de Normalisation, Paris.

AFNOR : Association Française de NORmalisation . (2000). Recueil de normes : les huiles essentielles. Tome 1. Echantillonnage et méthodes d'analyse ». AFNOR, Paris, 440p.

B

Bedi, G., Tonzibo Zanahi, F., Oussou, K.R., Choppard, C. & Mahy, J.P. (2010). effect of essential oil of *chromoleana odorata* from ivory coast on cyclooxygenase function of synthase activity. *African Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 4(8) : 535-538pp.

Bekhechi, A., Watheq Malti, C.E., Babali, B., Bouafia, M., Bekhechi, C., Casanova, J., Paoli, M. & Tomi, F. (2024). Chemical Variability and Anti-Inflammatory Activity of Rosmarinus officinalis L. Leaf Essential Oil from Algerian Sahara. *Chem.Biodivers.*, 21(4) : e202302077pp.

Benaissat, F. (2015). La caractérisation de la sensibilité des variétés d'agrumes aux pourriture en post-récolte. Mémoire de Master, Université Sidi Mohamed Ben Abdellah Département des sciences agronomiques, 61p.

Benayed, N. (2008). Les huiles essentielles extraites des plantes médicinales marocaines : moyen efficace de lutte contre les ravageurs des denrées alimentaires stockées. Thèse de Doctorat, Département de Chimie, Faculté des Sciences, Rebat, 11-63pp.

Ben Cheikh, S.E. (2017). Etude de l'activité des huiles essentielles de la plante de *teucriumpolium paurasiamum* labiatae. Thèse de Doctorat, Génie des Procédés et Environnement, Département de Génie des Procédés, Université de Kasdi Merbah, Ouergla, 21-121pp.

V-Références bibliographiques

Bessedik, M. & Khenfer, B. (2015). Etude de l'activité antifongique des huiles essentielles d'*Eucalyptus globulus* et *Thymus algeriensis* contre quelques champignons phytopathogènes des palmes du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L). Mémoire de Master, Université de Kasdi-Merbah, Ouargla (Algérie).

Bey ould si said, Z. (2014). Activités biologiques des huiles essentielles des feuilles et du fruit d'une plante médicinale *Eucalyptus globulus*. Mémoire de Magister. Université de Bejaia (Algérie).

Boukhatem, M.N., Ferhat, A. & Abdelkrim K. (2019). Méthodes d'extraction et de distillation des huiles essentielles. *Revue Agrobiologia*, 9(2): 1653-1659pp.

Bouquet, A. (1972). Pantes médicinaux du Congo-Brazzaville : Uvariopsis, Pauridiantha, Diospyros. ORSTOM.Paris.

Burt, S.A. (2004). Essential oils their antibacterial properties and potential applications in foods. *International Journal of Food and Microbiology*,94, 223 -253pp.

C

Croteau F. (1986). Biochemistry of monoterpenes and sesquiterpenes of the Essential Herbs: spices and medicinal plants; *Recent advances in botaniy horticulture and pharmacology*. Vol. 1, Craken, Simon, Oryx Press, Phoenix.

D

Degryse, A.C., Delpa, I. & Voinier M.A. (2008). Risque et bénéfices possible des huiles essentielles. Mémoire de Master pour un diplôme en Ingénieur du Génie Sanitaire, Atelier de Santé-Environnement. 94p.

Deschepper, R. (2017) Variabilité de la composition des huiles essentielles et intérêt de la chémotype en aromathérapie. Thèse de Doctorat en Pharmacie, Faculté de Pharmacie, Université d'Aix Marseille, 10-11-52-53pp.

Didi, A.O. & Yakoubi, S.I. 2021. Extraction analyse et encapsulation d'huile essentielle de déchets de citron (*Citrus limon*) et déchets d'orange (*Citrus sinensis*), en vue de leurs valorisations.

V-Références bibliographiques

DGCCRF : Direction Générale de la Concurrence, de la Consommation et de la Répression des Fraudes. (2017). Huiles essentielles Conseils pour les utiliser en toute sécurité. Disponible sur : www.economie.gouv.fr/dgccrf. 1-7pp.

E

Economos, C. & Clay, W.D. (1999). Nutritional and health benefits of citrus fruits. *Food, Nutrition and Agriculture*, 24(1) : pp11-18.

Erman, W.F. (1985). Chemistry of monoterpenes, part B, Marcel Dekker, New York. *European Journal of Pharmacology*, 1991; 201:35-39pp.

F

Fisher, K. & Phillips, C.A. (2008). Potential antimicrobial uses of essential oils in food: is citrus the answer? *Trends in Food Science & Technology*, 19(3) ; pp156-164.

G

Gollouin, F. & Tonelli, N. (2013). De fruits et de graines comestibles du monde entier. Edition Brigitte Peyrot Poos, Paris, La voisier SAS.PP. 186-195.

Gonzalez-molina, E., Dominguez-perles, R., Moreno, D.A. & Garcia, V. (2010). Natural bioactive compounds of citrus limonfor food and health. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 51: 327-345pp.

Gonzalez-Trujano, M.E. (2007). evaluation of anti-nociceptive effect of romarin of officinalis L using three different experimental models in modents *J. Ethnopharmacol.*, 111(3), 476-82pp.

Gorinstein, S., Cvikrova, M., Machackova, I., Haruenkit, R., Park, Y.S., Jung, S.T. & Trakhtenberg, S. (2004). Characterization of antioxidant compounds in Jaffa sweeties and white grapefruits. *Food Chemistry*, 84(4): pp503-510.

Gueffal, S. & Zengui, M. 2021. Valorisation des huiles essentielles des feuilles de citron. Mémoire de Master, Spécialité : Génie Pétrochimique, Université Kasdi-Merbah, Ouargla. 59p.

H

Harmansa, Y.B. & Yavuzcan, Y.H. (2023). Anthelmintic effects of peppermint (*Mentha piperita*), lemon (*Citrus limon*), and tea tree (*Melaleuca alternifolia*) essential oils against

V-Références bibliographiques

Monogenean parasite (*Dactylogyrus* sp.) on carp (*Cyprinus carpio*). *Helminthologia*, 60(2): 125–133pp.

I

IUCN (International Union for Conservation of Nature). (2024). Groupe d'évaluation d'expert: Maghreb. Disponible sur: IUCN Green List Home - IUCN Green List, (dernière mise à jour en 2018).

K

Kačániová, M., Čmiková, N., Vukovic, N.L., Verešová, A., Bianchi, A., Garzoli, S., Ben Saad, R., Ben Hsouna Anis., Ban, Z. & Vukic, M.D. (2024). *Citrus limon* Essential Oil: Chemical Composition and Selected Biological Properties Focusing on the Antimicrobial (In Vitro, In Situ), Antibiofilm, Insecticidal Activity and Preservative Effect against *Salmonella enterica* Inoculated in Carrot. *Plants (Basel)*. 13(4) : 524p.

Kalemba, D. & Kunicka, A. (2003). Antibacterial and antifungal properties of essential oils. *Curr.Med.Chem.*, 10: 813-829pp.

Kerfi-Gueteb, I. & Benyahya, R. (2020) Caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles de l'écorce. De Citron (*Citrus limon*) et évaluation les activités antioxydants et anti-inflammatoires. Mémoire de Master en Biotechnologie et Valorisation des Plantes, Département de biotechnologie, Faculté des Sciences de la nature et de la vie, Université Saad Dahleb de Blida, 55p.

L

Lota, M.L., de Rocca Serra, D., Tomi, F., Jacquemond, C. & Casanova, J. (2001). Chemical variability of peel and leaf essential oils of sour orange. *Flavour and Fragrance Journal*, 16(2): 89-96pp.

Louis, C. (2009). Etude de photochimie, activités antimicrobiennes et antioxydantes de quelques plantes aromatiques et médicinales africaines. Thèse de Doctorat, Centre de Recherche en Sciences Biologiques Alimentaires et Nutritionnelle, Ouagadougou, 86-277pp.

V-Références bibliographiques

Lutz, (1940). Bulletin de la Société de plantes à huile essentielle. *Chemical and Biology*. 22 : pp 497.

M

MADR (Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural). (2019). Statistique Agricole, superficies et productions, Série B. 1-87pp.

Makhloufi, N. & Mehda, A. (2021). "Application de l'huile essentielle de *Citrus limon* pour la conservation de certains produits alimentaires. Mémoire de Master en Biochimie Fondamentale et appliquée, Université Mohamed Khider de Biskra 77p.

Meflah, S. (2015). Caractérisation des huiles essentielles de citron (feuille et fruit) de la région de Ouargla. Mémoire de Master, Spécialité : Génie de l'Environnement, Université Kasdi-Merbah, Ouargla. 68p.

Munier, S. (2011). Elaboration d'une crème de nuit à base d'huile essentielle de citron. Montpellier SupAgro - Universités Montpellier 1-12pp.

P

Padrini, P. & Lucheroni, M.T. (1996). Le grand livre des huiles essentielles –guide pratique pour retrouver vitalité, bien-être et beauté avec les essences. Ed : De Vecchi, Paris. Pages 11, 15, 61 et 111.

Pavithra, P.S., Mehta, A. & Rama S Verma, R.S. (2018). Induction of apoptosis by essential oil from *P. missionis* in skin epidermoid cancer cells. *Phytomedicine*. 5(50) :184-195pp.

R

Radithia, D., Tanjungsari, R., Saviti Ernawati, D. & Endah Parmadiati, A. (2023). The effectiveness of essential oil from *Citrus limon* peel on *Candida albicans* biofilm formation: An experimental in vivo study. *J.Taibah.Univ.Med.Sci.*, 18(1): 190–195pp.

Reghaissia, I. (2020). Extraction et caractérisation de l'huile essentielle de *l'Eucalyptus Globulus* : Application comme insecticide. Mémoire de Master, Spécialité : Génie Chimique, Université de 08 Mais 1945, Guelma, 93p.

V-Références bibliographiques

S

Samate, A.D. (2002). Composition chimique d'huiles essentielles extraites de plantes aromatiques de la zone soudanaise du Burkina Faso. Thèse de Doctorat en Sciences Physiques, Option Chimie Organique, Université de Ouagadougou, 4-18-19pp.

Sokovic M., Marin P.D., Brkic D. & Van Griensven L.J.L.D. (2007). Chemical composition and antibacterial activity of essential oils of ten aromatic plants against human pathogenic bacteria. *Food*, 1(2) : 220-226pp.

T

Tounsi, M. S., Wannes, W. A., Ouerghemmi, I., Jegham, S., Ben Jemia, M. & Zemni, H. (2011). Valorization of three varieties of *Citrus limon* L. Burm peels: phytochemical composition and antioxidant activity. *Journal of Medicinal Plants Research*, 5(20) : pp5017-5024.

Touré, D. (2015). Études chimique et biologique des huiles essentielles de quatre plantes aromatiques médicinales de Côte d'Ivoire. Thèse de Doctorat en Biologie Humaine Tropicale, Option Chimie-Biologie, Spécialité Biochimie, Unité de Formation et de Recherche en Sciences Médicales, Abidjan. Université Félix Houphouët-Boigny, 7p.

U

USDA: U.S. Department Of Agriculture. (2020). Food Composition Databases. Nutrient Data Laboratory. <https://fdc.nal.usda.gov/>

V

Vassiliou, E., Awoleye, O., Davis, A. & Mishra, S. (2023). Anti-Inflammatory and Antimicrobial Properties of Thyme Oil and Its Main Constituents. *J.Mol.Sci.*, 24(8): 6936p.

Verschaffelt. (1915). K. gl. Ak., Amsterdam, Gertz, Jahr, Wis. Botanica. 56, pp 536.

Z

V-Références bibliographiques

Zhang, Y.J., Ren-You Gan, R.Y., Li, S., Zhou, Y., Li,A.N., Xu, D.P. & Li, H.B. (2015). Antioxidant Phytochemicals for the Prevention and Treatment of Chronic Diseases. *Molecules*. 20(12): 21138–21156pp.



VI. Résumés



VI. Résumés :

Extraction et caractérisation de l'huile essentielles des feuilles de citron.

Cette étude porte sur l'extraction et l'analyse des paramètres organoleptiques et physico-chimiques de l'huile essentielle (HE) des feuilles de *Citrus limon* (citronnier) provenant de trois régions algériennes : Sidi Harb (Commune d'Annaba, Wilaya d'ANNABA), El Hadaiek (Commune El Hadaiek, Wilaya de Skikda) et Ain Bouziane (Commune Ain Bouziane, Wilaya de Skikda). Les principaux paramètres évalués incluent le pH, l'indice de réfraction, et l'indice de Brix. En parallèle, le rendement en huile essentielle ainsi que les caractéristiques organoleptiques de chaque échantillon ont été étudiés.

L'analyse organoleptique a permis de caractériser les profils sensoriels des huiles essentielles de *Citrus limon*, mettant en évidence des variations en termes de couleur. Le rendement en HE a également été calculé pour chaque région, révélant des différences notables influencées par les conditions environnementales et agronomiques spécifiques à chaque site. Les résultats de l'analyse physicochimique montrent des variations entre les échantillons provenant des différentes régions. Le pH, l'indice de réfraction, et l'indice de Brix ont été mesurés et comparés afin de déterminer la qualité des huiles essentielles extraites à partir des feuilles de *Citrus limon*.

En conclusion, cette étude fournit des informations précieuses sur les propriétés physico-chimiques et organoleptiques des huiles essentielles de feuilles de *Citrus limon*, soulignant l'importance de la région d'origine sur la qualité et le rendement de l'huile essentielle. Ces données peuvent être utilisées pour optimiser les méthodes d'extraction et améliorer la qualité des produits finis destinés à diverses applications industrielles et alimentaires.

Mots clés : Paramètres organoleptiques, paramètres physico-chimiques, *Citrus limon*, Sidi Harb, El Hadaiek, Ain Bouziane.

Extraction and Characterization of Essential Oil from Lemon Leaves.

This study focuses on the extraction and analysis of the organoleptic and physicochemical parameters of essential oil (EO) from *Citrus limon* (lemon) leaves originating from three Algerian regions: Sidi Harb (Commune of Annaba, Wilaya of ANNABA), El

Hadaiek (Commune of El Hadaiek, Wilaya of Skikda), and Ain Bouziane (Commune of Ain Bouziane, Wilaya of Skikda). The main parameters evaluated include pH, refractive index, and Brix index. In parallel, the yield of essential oil and the organoleptic characteristics of each sample were studied.

The organoleptic analysis enabled the characterization of the sensory profiles of *Citrus limon* essential oils, highlighting variations in terms of color. The EO yield was also calculated for each region, revealing notable differences influenced by the specific environmental and agronomic conditions of each site. The results of the physicochemical analysis show variations among the samples from the different regions. The pH, refractive index, and Brix index were measured and compared to determine the quality of the essential oils extracted from *Citrus limon* leaves.

In conclusion, this study provides valuable information on the physicochemical and organoleptic properties of essential oils from *Citrus limon* leaves, emphasizing the importance of the region of origin on the quality and yield of the essential oil. This results can be used to optimize extraction methods and improve the quality of finished products intended for various industrial and food applications.

Keywords: Organoleptic parameters, physicochemical parameters, *Citrus limon*, Sidi Harb, El Hadaiek, Ain Bouziane.

استخلاص وتحديد خصائص الزيت الأساسي من أوراق الليمون.

ركزت هذه الدراسة على استخلاص وتحليل المعلمات الحسية والفيزيائية الكيميائية للزيت الأساسي (EO) من أوراق الليمون (*Citrus limon*) القادمة من ثلاث مناطق جزائرية: سيدي حرب (بلدية عنابة، ولاية عنابة)، الحدايق (بلدية الحدايق، ولاية سكيكدة)، وعين بوزيان (بلدية عين بوزيان، ولاية سكيكدة). تشمل المعلمات الرئيسية التي تم تقييمها درجة الحموضة (pH) ومؤشر الانكسار ومؤشر بريكس. بالإضافة إلى ذلك، تم دراسة إنتاجية الزيت الأساسي والخصائص الحسية لكل عينة. سمح التحليل الحسي بتوصيف الملفات الحسية للزيوت العطرية من الليمون، مما أبرز الاختلافات من حيث اللون. تم أيضًا حساب إنتاجية الزيت العطري لكل منطقة، مما كشف عن اختلافات ملحوظة تتأثر بالظروف البيئية والزراعية المحددة لكل موقع. أظهرت نتائج التحليل الفيزيائي الكيميائي اختلافات بين العينات القادمة من المناطق المختلفة. تم قياس ومقارنة درجة الحموضة (pH) ومؤشر الانكسار ومؤشر بريكس لتحديد جودة الزيوت العطرية المستخرجة من أوراق الليمون.

VI-RESUMES

في الختام، توفر هذه الدراسة معلومات قيمة حول الخصائص الفيزيائية الكيميائية والحسية للزيوت الأساسية المستخرجة من أوراق الليمون، مما يؤكد على أهمية منطقة الأصل في جودة وإنتاجية الزيت الأساسي. يمكن استخدام هذه البيانات لتحسين طرق الاستخراج وتحسين جودة المنتجات النهائية المخصصة للاستخدامات الصناعية والغذائية المختلفة.

الكلمات المفتاحية: المعلمات الحسية، المعلمات الفيزيائية الكيميائية، *Citrus limon*، سيدي حرب، الحدائق، عين بوزيان.