

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique



**Université Dr. MOULAY Tahar - Saïda -
Faculté des Sciences - Département de CHIMIE**

**Mémoire de fin d'études pour l'obtention du diplôme
Licence en chimie**

(Option : Chimie organique)

par :

- M^{elle} **Addadi Hanaa**
- M^{elle} **Ferradji Siham Milouda**

T H E M E

**Extraction d'huile essentielle d'une
plante médicinale
« La Menthe »**

Soutenus le : 16/06/2014 devant les jurys composés de:

M ^{me} M.CHABANI	Présidente	Maître assistant A	Univ. SAÏDA
M ^r M. ZBIDA	Examineur	Maître assistant A	Univ. SAÏDA
M ^r A. GENDOUI	Examineur	Maître assistant A	Univ. SAÏDA
M ^r M.BOUTALEB	Encadreur	Maître assistant A	Univ. SAÏDA

Remerciements

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ وَ الْحَمْدُ لِلَّهِ رَبِّ الْعَالَمِينَ
وَ الصَّلَاةِ وَ السَّلَامِ عَلَى نَبِيِّنَا مُحَمَّدٍ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ
وَ سَلَّمَ.

سبحان الله الذي وهبنا نعمة العقل سبحان الذي يستحق الشكر على نعمته
وحده
لا شريك له سبحان الذي جعل لنا العلم نورا و هدايا سبيل الرشاد.

*Nous remercions dieu tout-puissant de nous avoir donné
le privilège d'étudier et de suivre le chemin de la science.*

*Nous remercions tous ceux qui par leur aide, par leurs
conseils, leurs discussions ou leurs encouragements nous
avons réalisé ce travail, parmi eux.*

*Nous tenons à remercier très sincèrement Mr Boutaleb.M
pour ces conseils avisés qui nous a permis d'avancer vers
un résultat meilleur et pour son aide et sa disponibilité a
fin de réaliser ce travail. Son encadrement été précieux
tout au long de l'année.*

*Et enfin nous remercions toutes les personnes que nous
n'aurons pas nommées ici, bien qu'elles nous soient chères
et qui ont contribué de prète ou de loin à
l'accomplissement de ce travail.*

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

Mes très chers parents qui m'ont offert leur amour et leur soutien et qui n'ont cessé de m'encourager et m'enseigner persévérance durant toute mes années d'études.

Mes très chers frères : Aïssa , Ahmed , et les petits Alaa , Younes et Housseem

Mes très chères sœurs surtout Samia, Hayat, Kheira et les petites Riham et Nour El-Houda.

Ma grande famille ADDADI.

La famille Benaïssa et Bouab.

Notre promoteur Mr Boutaleb.M.

Tous mes camarades de la promotion 2013-2014 Chimie organique, minérale et chimie physique, surtout à Alia, Faiza, Nouria, Bakhta, Nawal, Siham ... Et à tous mes enseignants qui m'ont enseigné durant mes années d'études.

Hanaa Addadi

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

Mes très chers parents.

Mon très cher frère : Achour.

Mes très chères sœurs Farah et Mamika.

Ma grande famille Ferradji.

La famille Lechhab.

Notre promoteur Mr Boutaleb.M.

Tous mes camarades de la promotion 2013-2014 Chimie organique, et mes amis surtout à Soumia et Hanaa ... Et a tous mes enseignants qui m'ont enseigné durant mes années d'études.

Siham Ferradji

SOMMAIRE :

Introduction générale	Page 1/2
Chapitre I : Généralités sur les plantes médicinales et leurs principes actifs	
Introduction	Page 3
1- Plante médicinale	Page 4
1-1- Définition	Page 4
1-2- L'usage des plantes médicinales	Page 4
2- Le principe actif	Page 4
2-1- Nature du principe actif :	Page 5
a- Molécule organique synthétique	Page 6
b- Molécule organique hémi synthétique	Page 6
c- Molécule issue du monde végétal	Page 7
d- Peptide ou protéine issue des biotechnologies	Page 7
2-2- Libération du principe actif :	Page 6
a - Formes à libération retardée ou différée	Page 6
b - Forme à libération répétée	Page 6
c - Formes à la libération prolongée	Page 7
d - Formes à libération soutenue ou constant	Page 7
2-3- Facteurs influençant la libération du principe actif	Page 7
a - Température	Page 7
b - PH du milieu	Page 7
c - Agitation	Page 8
d - Viscosité	Page 8
3- Les huiles essentielles	Page 8
3-1 Définition d'huiles essentielles.....	Page 8
3-2- Composition chimique	Page 9
3-3- Propriétés des huiles essentielles	Page 9
3-3-1- Propriétés organoleptiques des huiles essentielles	Page 9
3-3-2- Propriétés physiques	Page 10
3-3-4- Les Propriétés chimiques	Page 10
3-3-5- Les chémotypes des huiles essentielles	Page 10
3-4- Précautions	Page 10

4 – Huiles essentielles de la menthe	Page 11
4-1- L'huile essentielle de <i>Mentha x piperita</i>	Page 11
4-2- L'huile essentielle de menthe	Page 11
4-3- L'huile essentielle de menthe Pouliot (<i>mentha pulegium</i> / Flio)	Page 11
Références	Page 12/13

Chapitre II : Description de la plante de la menthe

1 - Historique	Page 14
2 - La menthe	Page 16
2-1- Caractéristiques	Page 16
2-2- Les propriétés	Page 17
3 - Usages de la menthe	Page 17
3-1- Usages médicinales de la plante	Page 17
3-2- La menthe en automédication	Page 18
3-3- Les autres usages de la menthe	Page 18
4 - Différentes variétés	Page 19
4 - 1 - La menthe poivrée (<i>mentha x piperata</i>)	Page 19
4 - 2 - Menthe des champs (<i>Mentha arvensis</i>)	Page 21
4 - 3 - Menthe pouliot ou Menthe 'Flio' (<i>Mentha pulegium</i>)	Page 22
4 - 4 - Menthe verte (<i>Mentha spicata</i>)	Page 23
5 - Les différents constituants	Page 25
5-1- Menthol	Page 25
a- Définition	Page 25
b- Propriétés	Page 26
b - 1 - Propriétés chimiques	Page 26
b - 2 - Propriétés biologiques	Page 26
c- Synthèse du menthol	Page 27
5-2- Carvone	Page 27
a- Définition	Page 28
b- Propriétés	Page 28
b - 1 - Oxydation	Page 28
b - 2 - Réduction	Page 29
5-3- Pulégone	Page 29

Références	Page 31/32
------------------	------------

Chapitre III : Extraction et caractérisation d'huile essentielle de menthe

I - Les techniques d'extraction d'huiles essentielle	Page 33
1 - Introduction.....	Page 33
2 - Hydrodistillation (entraînement à la vapeur)	Page 33
3 - Extraction par solvant	Page 35
II - La chromatographie	Page 37
1 – Définition de la chromatographie	Page 37
2 - Terminologie générale de la chromatographie	Page 36
3 - Principe de la chromatographie	Page 38
4 - Réalisation d'une C.C.M	Page 40
5 - Révélation d'une C.C.M	Page 40
6 - Exploitation d'une C.C.M	Page 40
Références	Page 42

Partie expérimentale :

I - Extraction et chromatographie d'huile essentielle de menthe	Page 43
I – Extraction	Page 43
II - Chromatographie des huiles essentielles	Page 45
II - Spectrophotométrie Uv-Visible	Page 47
II – 1 - Absorption par les composés organiques.....	Page 48
II – 2 - Avantages	Page 48
II – 3 - Analyse par spectroscopie Uv-Visible	Page 48

Chapitre IV : Interprétations et conclusions :

Interprétations et conclusions	Page 51
Liste des figures	Page 54
Liste des tableaux	Page 55

Introduction générale

L'utilisation des plantes pour guérir les maladies ou la phytothérapie, a été connue depuis l'antiquité. Ibn khaldoun, dans son Introduction dit que «l'homme est le fils de son environnement », par conséquent l'homme serait influencé par les composantes de son environnement, cette influence s'appuie sur ses comportements, ses traditions sa culture ... etc. Et en plus, l'homme se trouve obligé d'utiliser les techniques et les ressources existantes autour de lui pour subvenir à ses besoins.

Cependant, les techniques étaient inexistantes mais en contre partie il y en a plusieurs ressources, qui ont servi les être vivants ; seul parmi eux, l'homme a songé qu'il existe des ressources qui s'épuisent ou non renouvelables. D'autres qui ne s'épuisent pas et se renouvellent périodiquement nommées renouvelables. Parmi ces derniers nous trouvons les ressources végétales (notre souci), d'où avec son intelligence assignée par ses observations et ses hypothèses, l'homme et en particulier le savant a réussi de les régir ces à son profit, Et entre autre pour ses besoins sanitaires. Tous ça avaient contribué à dresser une longue histoire d'utilisation des plantes à des fins médicinales.

Malgré le développement de l'industrie pharmaceutique qui a permis à la médecine moderne de traiter un grand nombre de maladies qui étaient souvent mortelles, les plantes médicinales et les remèdes qu'on pouvait en tirer ne furent jamais totalement abandonnés et les gens ne cessèrent jamais de faire appel à la médecine traditionnelle, ce qui a conduit à maintenir vivante une tradition thérapeutique connue depuis nos ancêtres. Cela signifie qu'au moins une de ses parties (feuille, tige, racine etc.) peut être employée dans le but de se soigner. Leur efficacité relève de leurs composés, très nombreux et très variés en fonction des espèces, qui sont autant de principes actifs différents.

Cette thèse a pour but de contribuer à la détermination des propriétés et des effets bénéfiques des plantes sur la santé humaine, nous essayons par la suite de mettre en veille les activités thérapeutiques de ces plantes et d'aider à

choisir les plantes les mieux adaptées à notre état de santé général ou pour traiter des maladies graves.

Nous avons étudié, en particulier, la plante de menthe qui appartient à la famille des Lamiacées et compte environ 70 espèces dont certaines sont très connues. La menthe est originaire de plusieurs régions : l'Afrique du Nord, l'Asie et l'Europe. Elle est répandue dans le monde entier. Nous avons exposé deux genres de menthe c'est la menthe pouliot dite aussi la menthe poivrée et la menthe classique verte connue sur le nom de *Mentha spicata* ou *viridis*.

Le travail que nous présentons dans ce mémoire comprend plusieurs parties, une partie théorique comporte un rappel bibliographique sur les plantes de menthe et la notion de principe thérapeutique de ces plantes. La deuxième partie concerne le côté expérimental concernant l'extraction de l'huile essentielle des deux variétés de plante de menthe.

Dans le premier chapitre, nous rappelons le principe actif thérapeutique des plantes médicinales, en suite dans le deuxième chapitre nous essayons de décrire la plante de menthe.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude de l'extraction de l'huile essentielle de menthe et de décrire ces composantes principales.

Enfin, le dernier chapitre est dédié aux résultats et interprétations.

Chapitre I

Généralités sur les plantes médicinales
et leurs principes actifs

Introduction :

En Afrique de l'Ouest, comme dans le reste du continent, plus de 80 % de la population à recours à la médecine traditionnelle et aux plantes médicinales pour ses soins de santé primaire.

Le manque de médicaments essentiels, l'insuffisance des soins de santé, le coût élevé des médicaments et les habitudes socioculturelles des populations expliquent le recours aux pratiques traditionnelles à base de plantes médicinales.

L'art de guérir par les plantes est connu et pratiqué en Afrique depuis bien longtemps, car il exploite des savoirs transmis oralement de génération en génération à certaines catégories d'individus initiés que sont les tradipraticiens de santé et les herboristes. Les plantes médicinales et les connaissances relatives aux plantes médicinales et aux médecines traditionnelles sont un patrimoine important du continent africain.

Et ces plantes, on ne les cherche pas, il y en a partout. Il suffit de tendre la main pour les cueillir. Aussi quel est notre étonnement toutes les fois que nous entendons dire: " Tel médicament manque ", alors que la plupart du temps, le remède dont l'absence est déplorée, est dans la cour du dispensaire ou de l'hôpital

1 - Plante médicinale :

1-1- Définition :

Une plante médicinale est une plante utilisée pour ses propriétés thérapeutiques. Cela signifie qu'au moins une de ses parties (feuille, tige, racine etc.) peut être employée dans le but de se soigner. Elles sont utilisées depuis au moins 7.000 ans avant notre ère par les Hommes et sont à la base de la phytothérapie.

Leur efficacité relève de leurs composés, très nombreux et très variés en fonction des espèces, qui sont autant de principes actifs différents.

À noter qu'il a été observé chez des grands singes la consommation de certaines plantes à usage thérapeutique. ^[1]

1-2- L'usage des plantes médicinales :

Il y a cinq points essentiels à connaître pour être en mesure d'utiliser une plante médicinale : ^[2]

1. L'identification de la plante (basée sur l'observation des fleurs, feuilles, fruits, etc. mais aussi sur l'odeur, le goût...)
2. Le mode de préparation (partie de la plante à utiliser, type de préparation, dosage de la préparation)
3. La posologie c'est-à-dire la quantité de préparation à absorber par jour
4. La durée du traitement
5. Les restrictions, contre-indications et précautions à observer.

2- Le principe actif :

Sont les composant naturellement présents dans cette plante ; ils lui confèrent son activité thérapeutique. Ces composants sont souvent en quantité extrêmement faible dans la plante : ils représentent quelques pour-cent à peine du poids total de celle-ci, mais ce sont eux qui en sont l'élément essentiel. De nombreux médicaments renferment des principes actifs extraits des plantes.

Il est donc nécessaire de réaliser une extraction qui va isoler la seule fraction intéressante de la plante et vous dispensera d'absorber les éléments inactifs de celle-ci. Ainsi, on disposera sous un volume très restreint, de l'essentiel du végétal. De plus, libérés de leur support végétal, les principes actifs sont mieux et totalement assimilés par l'organisme. De tous temps d'ailleurs, depuis que l'on utilise les plantes en médecine, on a traditionnellement procédé à l'extraction de leurs principes actifs selon des méthodes très diverses.^[3]

Les substances actives se trouvent dans la racine, parfois dans les fleurs, dans les feuilles ou dans l'écorce. L'activité thérapeutique des plantes médicinales peut varier en fonction de la partie sélectionnée, de la date de récolte, du lieu de récolte, du climat...

Exemple : en général, les feuilles sont plus actives récoltées juste avant la floraison ; les racines, elles, sont plus actives en hiver, durant le repos végétatif. C'est la phytochimie qui se charge d'étudier les substances actives, leurs structures, leur distribution dans la plante et les processus de transformation qui se produisent au cours de la vie d'une plante.^[4]

Le principe actif peut être composé :

- d'une substance chimique,
- d'un ensemble de substances chimiques,
- d'une substance naturelle :
 - minérale,
 - animale
 - à base de plantes.

2-1- Nature du principe actif :

Tous les principes actifs ont une nature chimique. A l'exception de quelques minéraux (sels de fer, oligo-éléments), ce sont tous des molécules organiques. Parmi lesquelles, on distinguera plusieurs types selon leur origine :^[5]

a- Molécule organique synthétique :

Le principe actif est totalement issu de la synthèse chimique (ex : hypocholestérolémiants, benzodiazépines, antidépresseurs, anti hypertenseurs,...)

b- Molécule organique hémi synthétique :

Le principe actif est isolé et purifié à partir d'une source naturelle (végétaux, bactérie,...), il est ensuite transformé chimiquement en principe actif par l'homme (hémi synthèse)

Exemple : 10-désacétylbaccatine il nommée aussi docétaxel.

c- Molécule issue du monde végétal :

Le principe actif est extrait, isolé et purifié à partir d'un végétal (racine, écorce, feuilles,...). C'est le cas de menthol extrait des feuilles de la menthe.

d- Peptide ou protéine issue des biotechnologies :

Le principe actif d'une protéine ou un peptide est produit par une culture de levures, de cellules immortalisées, de cellules humaines, puis isolé et purifié. C'est le cas de l'insuline, de peptides à action hormonale, de vaccins, d'anticorps thérapeutiques.

2-2- Libération du principe actif :

Différentes formes à libération contrôlée :

Ils existent plusieurs types de libération (50-60) qui peuvent classés en :^[6]

a - Formes à libération retardée ou différée :

La libération du principe actif se fait après un temps de latence ou un temps de rétention par rapport à la forme conventionnelle, chose qui permet de contrôler le lieu voulu et de cibler l'organe malade en connaissant le temps de séjour le long du tractus digestif (es : formes gastro-résistantes)

b - Forme à libération répétée :

Avec une prise unique, on obtient une libération semblable à celle de prise répétée d'une forme conventionnelle. Son avantage est la simplicité de sa prise et

son éloignement de la zone toxique. Par contre, des prises suivies de formes classiques conduites à l'accroissement des effets indésirables (longue présence de la courbe dans la zone toxique).

c - Formes à la libération prolongée :

Elles assurent une concentration plasmatique efficace sur une période de temps importante, mais on observe une forte chute de la concentration après un passage par un maximum (pc de solubilité)

d - Formes à libération soutenue ou constant :

La concentration plasmatique est maintenue constante pendant un temps plus long. La vitesse de libération admet une cinétique d'ordre zéro : ce qui représente le cas idéal.

2-3- Facteurs influençant la libération du principe actif : ^[7]

a - Température :

Généralement la libération du principe actif d'un médicament augmente avec une élévation de température. Ceci est bien justifié dans la relation d'Arrhenius : $K = K_0 E^{-E_a/RT}$

K_0 : un facteur pré exponentiel

E_a : énergie d'activation

R : constante des gaz parfaits

T : la température

La libération d'une substance est suivie par une cinétique de libération, cette cinétique est contrôlée par la constante K de la relation précédente, il est à noter qu'une petite élévation de température provoque énormément la constante de libération.

b - PH du milieu :

La libération du principe actif est favorisée dans des régions de PH fort c-à-d les PH très acides ou très basiques. Ceci à un rapport direct avec le milieu de libération (estomac, intestin, ...)

c - Agitation :

Généralement un milieu homogène en agitation favorise mieux la libération.

d - Viscosité :

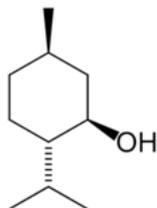
Tout dépend le cas de médicament.

3- Les huiles essentielles :

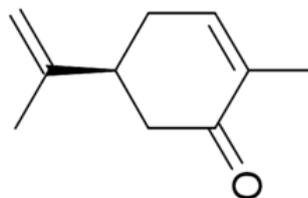
L'huile essentielle est une substance odorante volatile qui est extraite des végétaux par une distillation à la vapeur d'eau.

Est un liquide concentré et hydrophobe des composés aromatiques (odoriférants) volatils d'une plante. Il est obtenu par extraction mécanique, entraînement à la vapeur d'eau ou distillation.

L'huile essentielle est de plus en plus souvent utilisée dans les cosmétiques. Elle possède de nombreuses propriétés qui permettraient de soigner toute sorte de troubles ou de désagréments grâce à leurs propriétés antibactériennes et antiseptiques. ^[8]

Exemple :

Menthol



Carvone

3-1 Définition d'huiles essentielles :

Les huiles essentielles (HE) sont des substances odorantes et volatiles, extraites de plantes sous forme liquide. Contrairement à ce que ce nom indique, il n'y a aucun corps gras dans les huiles essentielles. Elles proviennent d'une sécrétion naturelle élaborée par certains végétaux pour se protéger des insectes

et des maladies, mais aussi pour éliminer les substances issues de leur métabolisme.

L'huile essentielle est un produit odorant, généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entraînement par la vapeur d'eau, soit par distillation sèche, ou par un procédé mécanique approprié sans chauffage. L'huile essentielle est le plus souvent séparée de la phase aqueuse par un procédé physique n'entraînant pas de changement significatif de sa composition. ^[9]

3-2- Composition chimique :

C'est un mélange de molécules variées, comprenant en particulier des terpènes (hydrocarbures non aromatiques), c'est-à-dire dérivés de l'isoprène et non du benzène, et des composés oxygénés (alcools, aldéhydes, cétones, ester). ^[10]

3-3- Propriétés des huiles essentielles :

3-3-1- Propriétés organoleptiques des huiles essentielles :

Les huiles essentielles ont des propriétés organoleptiques communes comme le fait d'être liquides à température ambiante, d'être volatiles et entraînaibles à la vapeur d'eau. Elles sont aussi très odorantes et incolore ou jaune pâle sauf pour les huiles essentielles de cannelle, girofle, camomille matricaire, vétiver et bouleau où la couleur est relativement foncée. ^[11]

3-3-2-Propriétés physiques :

Les huiles essentielles ont aussi des propriétés physiques communes. Elles ne sont pas solubles dans l'eau mais en revanche elles le sont dans les solvants organiques et huiles végétales. Leurs densités sont inférieures à « 1 » sauf les huiles essentielles de cannelle, girofle, saffras et ail. Elles sont sensibles à

l'oxydation, conservation limitée, à la lumière et à la chaleur. Les huiles essentielles ont des indices de réfractions élevés et des pouvoirs rotatoires. ^[12]

3-3-4- Les Propriétés chimiques :

Les caractéristiques chimiques des huiles essentielles sont magiques.

Il en résulte que les huiles essentielles constituent des mélanges complexes de composés organiques possédant des structures et des fonctions chimiques très diverses, aboutissements de ces biosynthèses, en particulier celle des isoprénoïdes (Monoterpènes, sesquiterpènes, diterpènes, triterpènes, caroténoïdes). ^[13]

3-3-5- Les chémotypes des huiles essentielles

Le chémotype d'une huile essentielle est une référence précise qui indique le composant biochimique majoritaire ou distinctif, présent dans l'huile essentielle. C'est l'élément qui permet de distinguer une huile essentielle extraite d'une même variété botanique mais d'une composition biochimique différente. ^[14]

3-4- Précautions :

Les huiles essentielles sont très riches en principes actifs et extrêmement puissants. Il faut les manipuler avec précaution et les utiliser avec modération.

Certaines huiles sont dermocaustiques, comme l'origan. Par conséquent, il faut agir avec précaution extrême et respecter ces quelques règles de base :

- Ne jamais appliquer une huile essentielle sur les muqueuses.
- Le plus souvent, l'huile essentielle doit être très fortement diluée dans de l'huile végétale, mettre une huile essentielle pure sur la peau être très dangereux, sauf indication ne pas dépasser une concentration de plus de 5%.
- Certaines huiles essentielles peuvent être irritantes voire allergènes.
- Évitez l'exposition au soleil après application d'une huile essentielle, certaines sont photosensibles. ^[15]

3 - 5 - Huiles essentielles de la menthe :

3-5-1- L'huile essentielle de Mentha x piperita :

La plus utilisée en aromathérapie, contient :

- 30 à 50% de menthol,
- 15 à 25% de menthone (ou cétone du menthol),
- ainsi que des fractions variables de pulégone, néomenthol, pipéritone. ^[16]

3-5-2- L'huile essentielle de menthe crêpue :

Ou menthe verte ou menthe douce contient :

- environ 60% de carvone qui possède l'odeur mentholée douce typique de cette plante très utilisée en infusion en Afrique du Nord et dans la cuisine asiatique,
- environ 10 à 20% de limonène,
- moins de 2% de menthol. ^[17]

3-5-3- L'huile essentielle de menthe Pouliot (mentha pulegium / Flio) :

L'huile essentielle de la menthe pouliot est utilisée traditionnellement en phytothérapie pour aider à la digestion et à soulager la dyspepsie flatulente et les coliques intestinaux.

On ne l'utilise pas en aromathérapie car elle contient un pourcentage important (60 à 80%) d'une cétone toxique pour le foie.

Son métabolite secondaire le menthofuranne est lui aussi très hépatotoxique. ^[18]

Références

- [1] Jean Bruneton, *Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales*, Techniques et Documentation, 3^e édition, 1999
- [2] Code de la santé publique, article D4211-13.
- [3] Innovation et transfert de technologie Bio-générique : la controverse se poursuit alors que le cadre réglementaire, *Bulletins électroniques*, 4 février 2011.
- [4] *Le quotidien du médecin*. 5 juin : « La pharmacie galénique, tout l'art de préparer les médicaments ».
- [5] *Industrie Pharma magazine*. N° 24 – Décembre 2006/ Janvier2007 : « Formes pharmaceutiques ».
- [6] Alain Le Hir, Jean-Claude Chaumeil, Denis Brossard, *Pharmacie galénique : Bonnes pratiques de fabrication des médicaments*, Éditions Masson, 9^e édition, 2009
- [7] P. Wehrlé, *Pharmacie galénique : Formulation et technologie pharmaceutique*, Éditions Maloine, 1^e édition, 2007
- [8] Définition présente dans l'introduction des recommandations relatives aux critères de qualité des huiles essentielles (mai 2008) de l'Afssaps
- [9] Georges Sens-Olive, « Les huiles essentielles - généralités et définitions », dans *Traité de phytothérapie et d'aromathérapie*, éd. Maloine, 1979, p. 143-144.
- [10] <http://blog.composition-naturelle.com/huiles-essentielles.html>

-
- [11] Franchomme P. et Pénoël D. L'aromathérapie exactement. Encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles. Roger Jollois Éditeur, France, 1990.
- [12] Seenivasan Prabuseenivasan, Manickkam Jayakumar et Savarimuthu Ignacimuthu, In vitro antibacterial activity of some plant essential oils, *Complementary and Alternative Medicine*, 2006, 6:39
- [13] Stashenko, E.E.; Jaramillo, B.E.; Martínez, J.R., Comparación de la composición química y de la actividad antioxidante in vitro de los metabolitos secundarios volátiles de plantas de la familia verbenaceae, *Rev. Acad. Colomb. Cienc.Exactas Fis. Nat.*, 2003, 27, 105, 579-597.
- [14] 38 huiles essentielles (livre et ses 38 cartes) par Françoise Elliott aux Editions Trédaniel, 2008.
- [15] Oberhofer, B.; Nikiforov, A.; Buchbauer, G.; Jirovetz, L.; Bicchi, C., Investigation of the alteration of the composition of various essential oils used in aroma lamp applications, *Flavour Fragr. J.*, 1999, 14, 293-299
- [16] Natural Standard (Ed). Herbs & Supplements - Peppermint oil (*Mentha x piperita* L.), *Nature Medicine Quality Standard*. [Consulté le 12 avril 2011].
- [17] Mimica-Dukic N, Bozin B, et al. Antimicrobial and antioxidant activities of three *Mentha* species essential oils. *Planta Med.* 2003 May;69(5):413-9.
- [18] Rao B.R.R., Biomass yield, essential oil yield and essential oil composition of rose-scented geranium (*Pelargonium* species) as influenced by row spacings and intercropping with cornmint (*Mentha arvensis* L.f. *piperascens* Malinv. ex Holmes), *Industrial Crops and Products*, 2002, 16, 133-144.

Chapitre II

Description de la plante de la menthe

1 - Historique :

La menthe est l'une des plantes médicinales les plus célèbres que l'on connaît depuis le plus longtemps. On a retrouvé en effet des feuilles de menthe séchées vieilles d'environ 3000 ans dans les pyramides égyptiennes. Tandis que les Grecs et les Hébreux s'en parfumaient, les Romains en glissaient dans leur vin et leurs sauces. Au Moyen Âge, on découvre vraiment ses vertus thérapeutiques soit en calmants, antiseptiques ou encore en anesthésiques, puisqu'elle est prescrite aux personnes souffrantes pour anesthésier la douleur. ^[1]

Le terme « menthe » est apparu dans la langue en 1275. Il vient du latin mentha, qui l'a emprunté au grec minthê. La légende veut que ce fut, à l'origine, le nom de la menthe trouverait ses origines dans la mythologie grecque : Le dieu des enfers Hadès faisait la cour à Mintha, une nymphe du fleuve des enfers, seulement sa femme Perséphone, très jalouse, décida de transformer la belle nymphe en plante. Ne pouvant la ramener à sa forme humaine, Hadès lui donna son odeur si caractéristique. ^[2]

Originaires d'Asie et de l'Europe médiévale, la menthe est un aromate connu pour sa prolifération rapide. Libérant un parfum très fort et agréable, elle embaumait les temples grecs et les demeures des Hébreux. Elle éloignait également les puces et assaisonnaient les mets.

La menthe, référencée dans la Bible, était achetée en grande quantité par les hébreux qui en faisaient leur passe-temps favori, au détriment des difficultés sociales et humanitaires soutenues par Jésus.

Ses atouts ne s'arrêtent pas là : riche en vitamine C, en fer et en manganèse, elle possède également des vertus antiseptiques notamment des voies respiratoires et se révèle également stimulante et anti-oxydante.

De nos jours, elle est fréquemment utilisée en inhalation pour combattre les rhumes et la toux, en infusion pour favoriser la digestion ou en bain de bouche à base de menthol (l'essence, qu'elle contient), pour rafraîchir l'haleine. ^[3]

On retrouve un peu partout dans les jardins. Issue de la famille des labiacées, elle existe sous plus de mille variétés à travers le globe. Aussi connue sous des noms tels que sentebon, menthe pouliot ou encore menthe anglaise, elle est employée à différentes fins. Souvent utilisée dans la préparation de plats, la menthe est également considérée comme une plante aux vertus médicinales. Renfermant tout son arôme, ses feuilles sont généralement les parties qui sont les plus utilisées. Au Maghreb, la plante est employée pour la confection d'une boisson traditionnelle : le thé à la menthe. Sa préparation consiste en une infusion de thé vert et d'une poignée de feuilles de menthe.

La menthe poivrée est la plus utilisée en phytothérapie, pour ses propriétés, connues de la tradition et étudiées scientifiquement.

La menthe est cultivée en France surtout pour fournir l'industrie pharmaceutique, en particulier dans les régions de Milly-la-Forêt et de Chemillé, près d'Angers. Elle contient une forte quantité de menthol, à l'origine de la sensation de fraîcheur ou de froid (car stimulant les mêmes récepteurs que ceux qui dans la bouche sont sensibles au froid). La menthe poivrée contient aussi des terpènes. L'odeur est caractéristique de la saveur camphrée. L'essence de menthe verte est moins soutenue car elle est plus pauvre en menthol, remplacée par la carvone, principe actif du carvi. Par ailleurs, l'huile essentielle de menthe est très utilisée en aromathérapie (surtout la menthe poivrée), en phytothérapie et dans la médecine japonaise (surtout la menthe des champs). Elle ne doit pas être mise en contact avec les muqueuses tant qu'elle n'est pas diluée.^[4]

2 - La menthe :

La menthe est une plante aromatique aux multiples propriétés. Sur le plan médicinal elle révèle des capacités antidouleur, antiseptique ou digestive, tandis qu'en cuisine la menthe apporte une petite touche de fraîcheur à nos repas.

La menthe est une plante vivace, vivace du verbe vivre donc une herbacée qui vit longtemps en général supérieur à deux ans, qui produit plusieurs floraisons et qui résiste aux rigueurs de la mauvaise saison, que ce soit le gel de l'hiver ou la sécheresse des périodes de canicule. ^[5]



Fig 1. Une variété de plante de menthe

2-1- Caractéristiques :

Description: Plante herbacée vivace de 10-50cm de haut, à tig droite quadrangulaire, feuilles petiole, lancéolées, dentées, vertes. Fleurs mauves, roses ou blanches.

Odeur: Très fine, très aromatique.

Savour: Chaude, piquante, acre, très aromatique, laissant dans la bouche une impression de fraîcheur agreeable.

Composants chimique: Menthol, Menthone, Mentène, Carvone, Pulégone, Limonene, Tanin...

2-2- Les propriétés :

- La menthe, riche en vitamine C, en fer, en manganèse, a des vertus digestives, antiseptiques, stimulantes. Elle est conseillée pour les femmes enceintes, allaitantes, et les personnes présentant des troubles digestifs, ou sujets aux maux de ventre.

- De par sa forte teneur en antioxydants, elle contribue à limiter les risques de maladies cardiovasculaires ainsi que celles liées au vieillissement.

- La menthe se révèle être un insecticide naturel efficace.

- Appliquée au niveau des ouvertures de votre habitation, elle devient une barrière contre les moustiques.

3 - Usages de la menthe :

En générale une plante médicinale est une plante utilisée pour ses propriétés thérapeutiques. Cela signifie qu'au moins une de ses parties (feuille, tige, racine etc.) peut être employée dans le but de se soigner. Elles sont utilisées depuis au moins 7.000 ans avant notre ère par les Hommes et sont à la base de la phytothérapie. ^[6]

Leur efficacité relève de leurs composés, très nombreux et très variés en fonction des espèces, qui sont autant de principes actifs différents.

À noter qu'il a été observé chez des grands singes la consommation de certaines plantes à usage thérapeutique.

3-1- Usages médicinales de la plante

La menthe est avant tout une plante bienfaitrice ayant un pouvoir positif sur la santé. D'après certaines sources, la menthe fut utilisée au Moyen Âge par de nombreuses personnes telles que les chirurgiens pour ses propriétés calmantes. Mélangée à de l'opium, elle servait à apaiser les malades. Considérée comme une herbe aromatique, la menthe est, depuis toujours, un moyen efficace de lutter contre les troubles digestifs. En effet, idéale en infusion, elle permet de contrôler

les problèmes gastriques et peut aider en cas d'indigestion. Stimulante et relaxante, elle peut aussi s'employer pour faciliter le sommeil et conduire à un état de relaxation.

Certaines recherches ont même montré que la plante aurait des propriétés antibactériennes. Ce qui explique pourquoi les arabes en mettent dans l'eau qu'ils boivent pour que celle-ci se conserve plus longtemps. Il est aussi possible de s'en servir en inhalation après avoir réalisé une décoction avec celle-ci. Ses caractéristiques rafraîchissantes seraient idéales pour les voies respiratoires et auraient des effets décongestionnants. [7]

3-2- La menthe en automédication

La menthe offre l'opportunité de lutter d'une façon naturelle contre divers maux sans effets secondaires. Très employée en phytothérapie, la menthe possède de nombreuses facultés anti-oxydantes et serait, selon des chercheurs, efficace contre le mauvais cholestérol. L'automédication n'est pas déconseillée car l'emploi des propriétés de la plante permet d'obtenir de bons résultats sans aucun effet négatif majeur sur la santé. Néanmoins, il faut quand même éviter les abus car une prise trop conséquente en infusion peut entraîner des insomnies surtout si elle est consommée le soir. On peut confectionner soi-même de l'huile de massage avec de la menthe, elle s'avère idéale pour lutter contre les douleurs. [8]

3-3- Les autres usages de la menthe

Employée dans pratiquement toutes les cultures, la menthe est une plante aux saveurs et aux bienfaits multiples. Le menthol, essence contenue dans celle-ci, permet la réalisation de divers produits cosmétiques et alimentaires. Elle est aussi définie comme un excellent ingrédient en cuisine et permet de réaliser des recettes et des sauces fraîches remplies de saveurs. Elle peut aussi convenir à des préparations telles que la salade de fruits ou se marier à d'autres ingrédients pour former un dessert. Au-delà de sa consommation directe, la plante serait aussi efficace contre les insectes et permettrait plus particulièrement de lutter contre les moustiques responsables de la malaria. C'est ce qu'ont démontré quelques

chercheurs indiens au cours d'une expérience réalisée sur des mares remplies de larves de ces moustiques.

4 - Différentes variétés :

La menthe est l'une des plantes les plus renommées. Nous la connaissons généralement pour son odeur, ses qualités gustatives et ses bienfaits en phytothérapie.

Comme d'autres plantes la menthe possède elle aussi de nombreuses variétés. Nous ne pouvons pas aborder toutes les variétés de menthe, je vous propose de nous attarder sur 4 d'entre elles, qui me semblent les plus intéressantes :

- 1 • Menthe poivrée (*Mentha x piperita*)
- 2 • Menthe des champs (*Mentha arvensis*)
- 3 • Menthe pouliot ou Menthe 'Flio' (*Mentha pulegium*)
- 4 • Menthe verte (*Mentha spicata*)

4 - 1 - La menthe poivrée (*mentha x piperata*) :^[9]

La menthe poivrée est la variété de menthe la plus répandue. En France elle est cultivée dans l'Essonne et le Maine et Loire, notamment pour l'industrie pharmaceutique. On la trouve généralement sur des terrains humides et frais, de nature argileuse et calcaire.

Selon les différentes sources, cette plante vivace mesurerait de 10 à 60 cm de haut. Ses tiges sont velues et violacées et ses feuilles ovales et dentelées prennent des teintes vertes foncées à bleu ou rouge. Ses fleurs sont roses, un peu violacées et regroupées en épis au sommet de la plante.



Fig 2. Mentha x piperata (menthe poivrée)

La menthe poivrée est une plante hybride issue du croisement de la menthe aquatique (*mentha aquatica*) et la menthe verte (*mentha spicata*), d'où le "X" présent dans sa dénomination latine.

Elle est appelée également menthe sauvage ou encore menthe Anglaise.

4-1-1- Principaux constituants actifs de son huile essentielle ^[10]:

- ◆ Monoterpénols : menthol (30 à 50%)
- ◆ Cétones : menthone (entre 15 à 25%)
- ◆ Monoterpènes : α et β pinène (env. 7%)

4-1-2- Ses propriétés Thérapeutiques :

- Anesthésique, analgésique
- Antibactérienne
- Antivirale
- Anti-inflammatoire urinaire et intestinale
- Tonique et stimulante digestive
- Emménagogue

4 - 2 - Menthe des champs (*Mentha arvensis*) : ^[11]

La menthe des champs pousse dans les régions tempérées et froides de l'hémisphère Nord, ses tiges vertes et parfois pourpres, sont composées de feuilles ovales et pointues. Si l'on frotte ces feuilles, il se dégage alors une forte odeur mentholée représentative de la menthe. Ses tiges se terminent par des couronnes de fleurs couleur lilas.

Sa dénomination latine *arvensis* vient du mot latin *arvum* qui signifie champs, terre en labour.



Fig 3. Mentha arvensis (Menthe des champs)

Elle est aussi appelée menthe japonaise, herbe d'anguille ou encore menthe ginger.

4-2-1- Principaux constituants actifs de son huile essentielle :

- ◆ Monoterpénols : menthol (entre . 70-80%)
- ◆ Monoterpènes : limonène (env.10%)
- ◆ Cétones : menthone (entre 15-30%)

Remarque : dans certain lot d'huile essentielle de menthe des champs, la concentration en menthol peut atteindre 90% de sa composition. C'est la variété de menthe la plus riche en menthol.

4-2-2- Ses propriétés Thérapeutiques :

- Tonique stimulante (à faible dose)
- Stupéfiante (à dose plus élevée)
- Tonique et stimulant cardiaque
- Antibactérienne
- Antalgique
- Antivirale

4 - 3 - Menthe pouliot ou Menthe 'Flio' (Mentha pulegium) : ^[12]

La menthe pouliot a des feuilles presque rondes et peu dentelées. La menthe pouliot doit son nom à sa particularité d'éloigner les insectes et particulièrement les puces. C'est une menthe à l'odeur citronnée que les anciens utilisaient surtout pour provoquer des avortements.



Fig 4. Mentha pulegium (Menthe pouliot ou Flio)

On ne l'utilise pas en aromathérapie car elle contient un pourcentage important (60 à 80%) d'une cétone toxique pour le foie.

Son métabolite secondaire le menthofuranne est lui aussi très hépatotoxique.

La menthe pouliot est connu sous différents noms : pouliot royal, herbes aux puces, herbe de saint Laurent, dictame de Virginie ou encore frétillet.

4-3-1- Principaux constituants actifs de son huile essentielle :

- ◆ Monoterpénols : menthol (env. 20%).
- ◆ Monoterpènes : limonène (env.10%).
- ◆ Cétones : menthone, pulégone (entre 75-90%).

4-3-2- Ses propriétés Thérapeutiques :

- Anticatarrhale
- Mucolytique
- Emménagogue
- Tonique et stimulante cardiaque
- Antiparasitaire puissant

4 - 4 - Menthe verte (*Mentha spicata*) : ^[13]

La menthe verte pousse dans des lieux humides, elle est couramment cultivée dans les jardins. Elle se distingue de la menthe poivrée (*mentha x piperita*) par sa couleur vert clair et son odeur moins pénétrante.

La menthe verte est aussi appelée menthe romaine, baume vert ou encore menthe marocaine.



Fig 5. Mentha spicata (Menthe verte)

La menthe verte est connue en Afrique du Nord sous le nom de la menthe Nanah. Il s'agit de la menthe de référence pour faire du vrai thé à la menthe maison.

4-4-1- Principaux constituants actifs de son huile essentielle :

- ◆ Monoterpènes : limonène (env.30%).
- ◆ Cétones : carvone (env. 60%).

4-4-2- Ses propriétés Thérapeutiques :

- Anti-inflammatoire
- Calmante nerveuse
- Anticatarrhale, mucolytique
- Tonique digestive
- Cicatrisante

5 - Les différents constituants :

5-1- Menthol :

Le menthol a été découvert au Japon, il y a plus de 2 000 ans, mais il n'a été isolé pour la première fois qu'en 1771 par Gaubius. Le menthol (aussi appelé l-menthol ou (1R,2S,5R)-menthol) se trouve naturellement dans l'huile essentielle de menthe poivrée (*Mentha x piperita*).^[14]

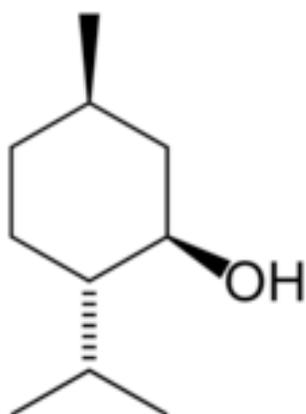


Fig 6 : La structure du menthol

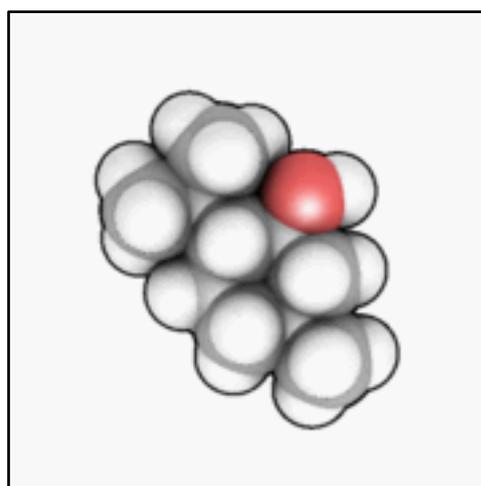


Fig 7 : Animation d'une représentation en 3D de la molécule de menthol.

a- Définition :

Le menthol est un composé organique covalent obtenu soit par synthèse, soit par extraction à partir de l'huile essentielle de menthe poivrée ou d'autres huiles essentielles de menthe qu'il contient environ entre 45 à 60% de menthol. Le menthol est une molécule volatile antibactérienne et antifongique. Il possède une odeur agréable pour les humains

b- Propriétés :**b - 1 - Propriétés chimiques :**

Le menthol réagit souvent de la même façon qu'un alcool secondaire normal. Il est oxydé en menthone en réduisant des agents tels que l'acide chromique, bien que dans certaines conditions l'oxydation puisse aller plus loin et casser le cycle. Le menthol est facilement déshydraté pour donner principalement le 3-menthène, par l'action de 2 % d'acide sulfurique. Le traitement au PCl_5 donne du chlorure de menthyle. ^[15]

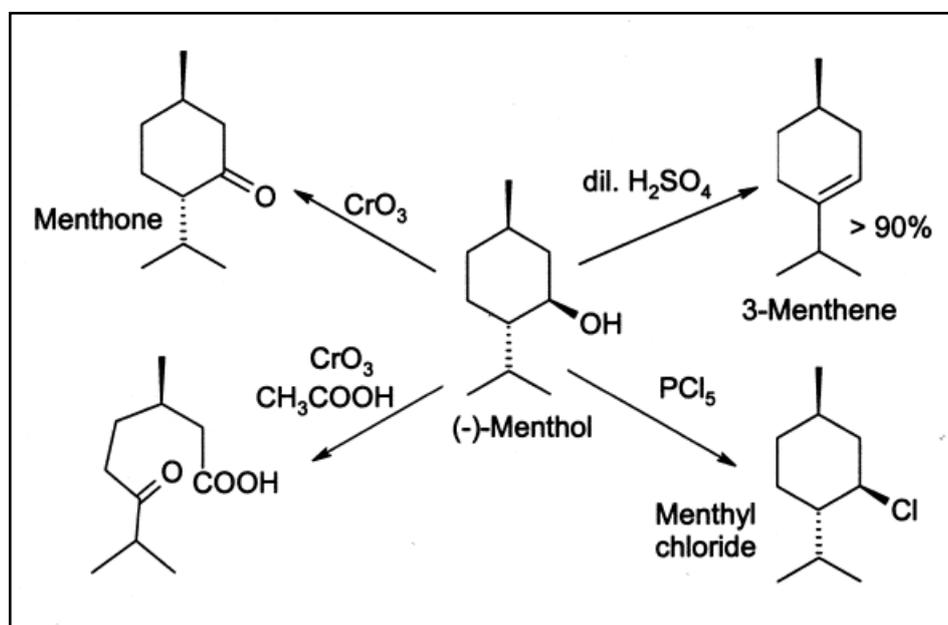


Fig 8. Quelques réactions sur le menthol

b - 2 - Propriétés biologiques :

Le menthol est un alcool, il possède des propriétés calmantes et antiseptiques. Il est aussi efficace lors des refroidissements tels que faire tomber la fièvre. La capacité du menthol est de déclencher chimiquement les récepteurs sensibles au froid dans la peau qui est responsable de la sensation de refroidissement.

Le menthol a des propriétés anti-inflammatoires et antivirales. Il est utilisé pour soulager les irritations mineures de la bouche et de la gorge. Il est aussi un anesthésique local pour soulager à court terme des douleurs mineures telles que

des crampes musculaires, entorses, migraines,... Pour les douleurs musculaires, on peut combiner la menthe à du poivre ou du camphre qui est lui-même légèrement anesthésique.

c- Synthèse du menthol :

Comme beaucoup de produits naturels employés couramment, la demande de menthol excède considérablement l'approvisionnement des sources naturelles. Le menthol est fabriqué comme énantiomère simple par Takasago International Cie sur une échelle de 400 tonnes par an. Le processus implique une synthèse asymétrique développée par une équipe menée par Ryoji Noyori : ^[16]

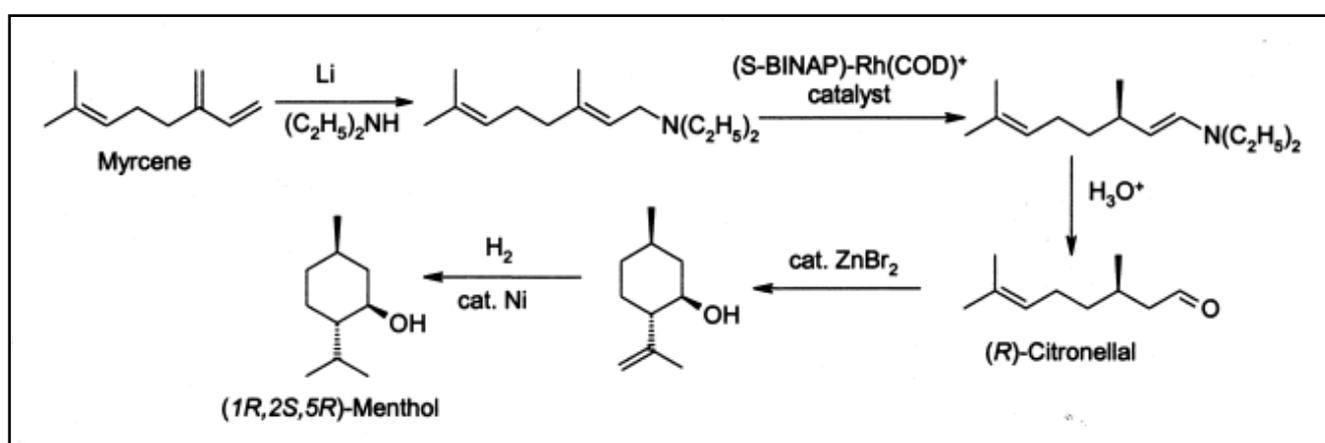


Fig 9. La synthèse de Menthol

5-2- Carvone :

Le carvone est un composé organique de formule moléculaire $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}$ ce situé sous forme un liquide incolore à jaune pâle ayant une température d'ébullition de 230°C . ^[17]

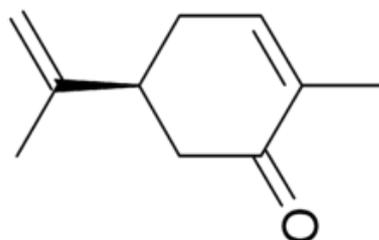


Fig 10. La structure du Carvone

a- Définition :

La molécule de carvone (aussi appelé 2-méthyl-5-(1-méthyléthényle)-2-cyclohexén-1-one) appartient à la famille des terpènes et possède un carbone asymétrique. Elle existe donc sous deux formes (des énantiomères) ayant les mêmes propriétés chimiques et physiques et qui ne diffèrent que par leur pouvoir rotatoire.

La R-carvone (L-carvone) (lévogyre) est présente en grande quantité dans les essences de menthe verte. La S-carvone (D-carvone) (dextrogyre) est le constituant majeur des essences extraites d'aneth et des graines de carvi. On en trouve également dans les essences issues des peaux d'oranges. Beaucoup d'essences naturelles, comme celles extraites de la menthe poivrée, contiennent des carvones en petites quantités. [18]

b- Propriétés :**b - 1 - Oxydation :**

L'oxydation de la carvone peut également conduire à différents composés. En présence d'une base comme $\text{Ba}(\text{OH})_2$, la carvone est oxydée par l'air ou l'oxygène pour donner la dicétone. [19]

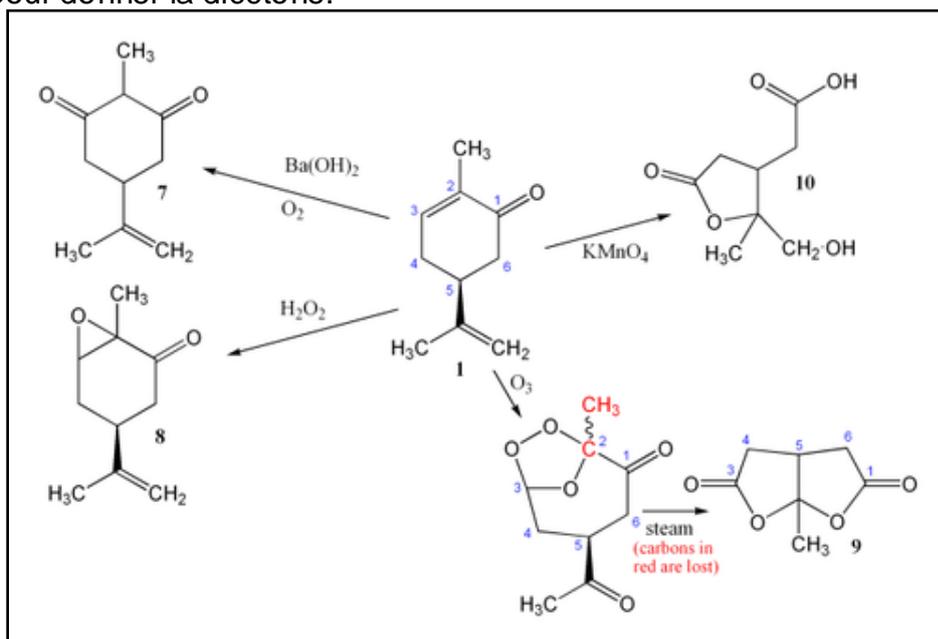


Fig 12. Réactions d'oxydation du carvone

b - 2 - Réduction :

La carvone contenant 3 doubles liaisons est susceptible de donner des réactions de réduction. Le résultat de la réduction dépend des réactifs et des conditions sous lesquelles se déroulent les réactions. L'hydrogénation catalytique de la carvone (1) peut donner le carvomenthol (2) ou la carvomenthone (3). Une réduction au zinc dans l'acide acétique donne la dihydrocarvone (4). Une réduction avec KOH et N₂H₄ donne le carvomenthol (6) et une réduction avec NaBH₄, CeCl₃ ou HOCH(CH₃)₂ / Al(OCH(CH₃)₂)₃ donne le carvomenthol (5).

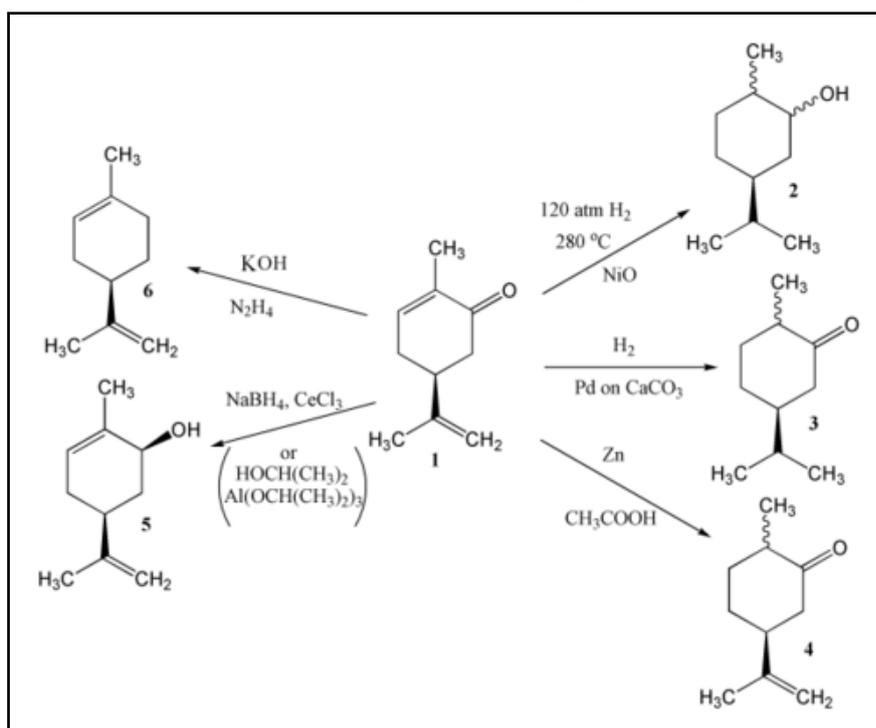


Fig 11. Réactions de réduction du carvone

5-3- Pulégone :

Pulégone est un naturel composé organique obtenu à partir huiles essentielles. C'est un liquide huileux sans couleur clair avec pennyroyal odeur. Il est classifié comme a monoterpène et a la formule moléculaire C₁₀H₁₆O. [20]

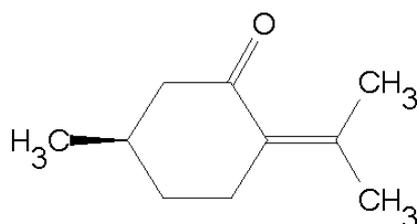


Fig 13. La structure du Pulégone

Il est trouvé dans certaines huiles essentielles comme *Nepeta Cataria* (Cataire), *Piperita de Mentha*, et pennyroyal.

Pulégone a une odeur plaisante semblable à menthe poivrée et camphre. Il est employé dans les aromatisants, dans parfumerie, et de dans aromathérapie.
[21]

Référence :

[1] McKay DL, Blumberg JB, A review of the bioactivity and potential health benefits of peppermint tea (*Menthapiperita* L.), *Phytiatries*. 2006 Aug;20(8):619-33

[2] Monographie "Plants for a future" *Menthapiperita*

[3] Article d'ifood TV en anglais sur les allergies

[4] <http://sante.journaldesfemmes.com/temoignage/temoignage/373147/allergie-a-la-menthe/>

[5] <http://www.futura-sciences.com/>

[6] Handbook of Chemistry and Physics, 71e éd., CRC Press, Ann Arbor, Michigan, 1990.

[7] Histoire abrégée des drogues simples, Nicolas Jean-Baptiste G. Guibourt, 1826, page 41.

[8] Les cahiers pratiques d'aromathérapie selon l'école française. Vol.2 Dermatologie. D.Baudoux et A.Zhiri Ed. Inspir 2006.

[9] Natural Standard (Ed). Herbs & Supplements - Peppermint oil (*Mentha x piperita* L.), Nature Medicine Quality Standard.[Consulté le 12 avril 2011].

[10] Guide de la phytothérapie, Dr Grunwald et Janicke, Ed. Marabout, 2007

[11] Phatak and Heble, 2002 Phatak, S.V.; Heble, M.R., Organogenesis and terpenoid synthesis in *Mentha arvensis*, *Fitoterapia*, 2002, 73, 32-39

[12] E. E. Turner, M. M. Harris, Organic Chemistry, Longmans, Green & Co., London, 1952.

- [13] The Merck Index, 7e éd., Merck & Co, Rahway, New Jersey, USA, 1960
- [14] Leffingwell, J.C. & R.E. Shackelford, Laevo-Menthol - Syntheses and organoleptic properties, *Cosmetics and Perfumery*, 89(6), 69-89, 1974
- [15] Hopp, R., Menthol: its origins, chemistry, physiology and toxicological properties, *Rec. Adv. Tobacco Science*, Vol. 19, 3-46 (1993).
- [16] Médecine aromatique ou Aromathérapie, Formation professionnelle niveau 1, D.Baudoux, Ed. N.A.R.D 2009
- [17] Abbas Aflatuni, « Variation in the Amount of Yield and in the Extract Composition Between Conventionally Produced and Micropropagated Peppermint and Spearmint », *Journal of Essential Oil Research*, vol. 17, no 1, January/February 2005, p. 66–70
- [18] Guide pratique d'Aromathérapie familiale et scientifique, D. Baudoux, Ed. Inspir, 2008.
- [19] Rajeswara Rao, B.R., Biomass yield, essential oil yield and essential oil composition of rose-scented geranium (*Pelargonium* species) as influenced by row spacings and intercropping with cornmint (*Mentha arvensis* L.f. *piperascens* Malinv. ex Holmes), *Ind. Crops Prod.*, 2002, 16, 133-144
- [20] Grundschober, F.(1979) examen de littérature de pulegone.*Perfum. Aromaticien*, 4. 15-17.
- [21] Sullivan, J.B., Rumack, B.H., Thomas, H., Peterson, R.G. et Brysch, P. (1979) empoisonnement et hepatotoxicity d'huile de Pennyroyal. *J. AM. Med. Assoc.*, 242. 2873-2874.

Chapitre III

Extraction et caractérisation d'huile essentielle de menthe

I - Les techniques d'extraction d'huiles essentielle:

1 - Introduction.

1. Il s'agit d'étudier deux techniques, parmi beaucoup d'autres, permettant d'extraire de corps naturels des huiles essentielles (constituants des parfums), des arômes (utilisés en particulier en cuisine) et des colorants (d'usages nombreux et variés).

2. Une huile essentielle est un extrait odorant d'origine végétale obtenu soit par expression (ou pressage) soit par hydrodistillation (ou entraînement à la vapeur).

3. De nos jours, pour des raisons économiques ou pour cause de raréfaction des sources naturelles, l'industrie synthétise un certain nombre d'huiles essentielles, d'arômes et de colorants. Il n'en reste pas moins que de nombreuses substances sont extraites en utilisant les techniques qui sont proposées dans ce chapitre. Il s'agit de l'hydrodistillation ou entraînement à la vapeur et de l'extraction par solvant. ^[1]

2- Hydrodistillation (entraînement à la vapeur) :

2 - 1 - Le montage :

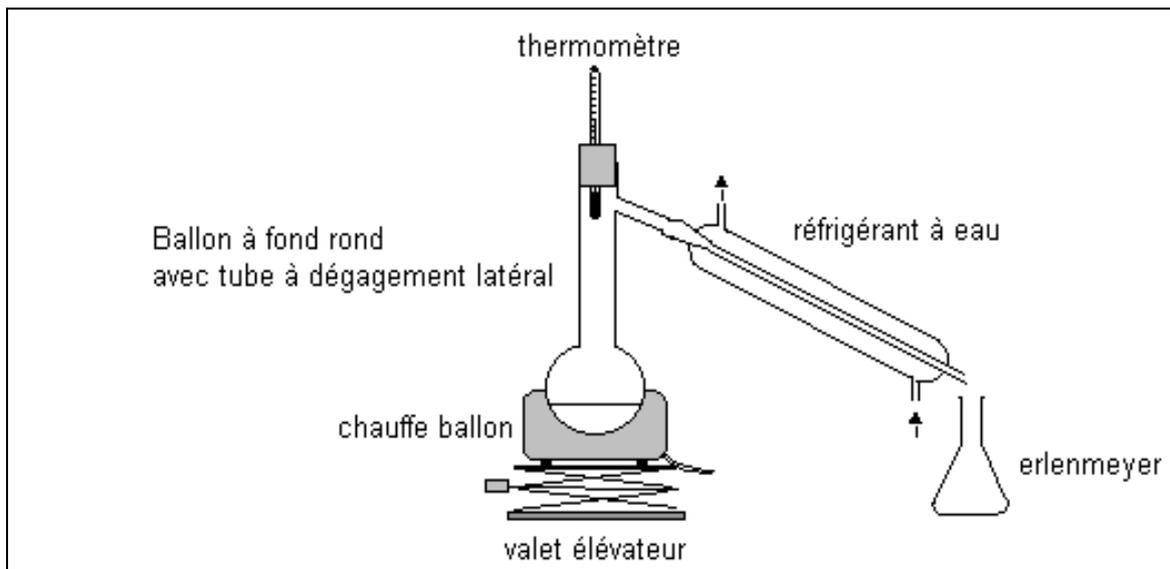


Fig 14. Montage d'hydrodistillation

2 - 2 - Le principe :

Cette technique fait intervenir quatre étapes :

- **Entraînement à la vapeur :**

On fait bouillir un mélange d'eau et de substance naturelle contenant le composé à extraire (huile essentielle). La vapeur entraîne les huiles essentielles contenues dans le produit brut. Enfin on condense ces vapeurs à l'aide d'un réfrigérant.

- **Relargage :**

Les huiles essentielles que l'on désire extraire sont des composés organiques en partie solubles dans l'eau. Le relargage consiste à les rendre moins solubles dans l'eau en ajoutant du chlorure de sodium. De cette façon il sera plus aisé de récupérer ces huiles essentielles.

- **Décantation :**

On la réalise dans une ampoule à décanter dans laquelle le mélange précédent se sépare en deux phases non miscibles. Une phase aqueuse, en général plus dense, se situe dans la partie inférieure et une phase organique, de densité plus faible et contenant la (ou les) huile(s) essentielle(s) se situe au dessus.

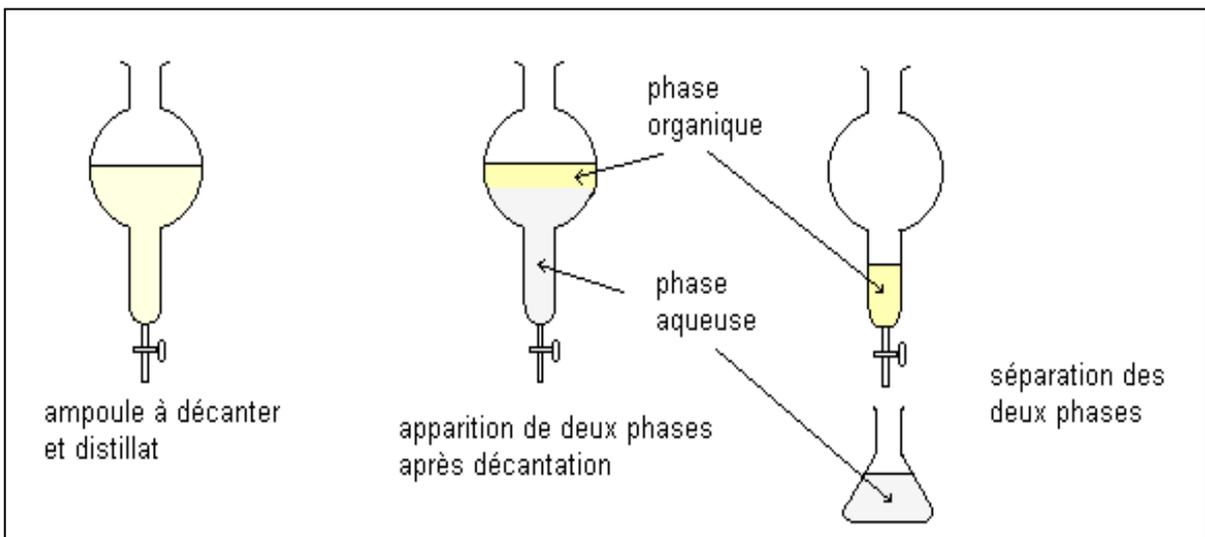


Fig 15. Montage de décantation

La condensation de ce mélange gazeux provoque sa séparation en deux phases liquides :

- La phase organique est huileuse et très odorante. Elle correspond donc à notre huile essentielle de menthe poivrée qui contient de nombreuses substances odorantes.

- La phase aqueuse, odorante, appelée eau aromatique, ne contient que très peu de composés odorants.

• **Séchage et filtration :**

Afin d'éliminer le peu d'eau susceptible d'avoir été retenue dans la phase organique, on fait agir un déshydratant. C'est l'opération de séchage. On filtre ensuite pour ne recueillir que la phase organique exempte d'eau.

3 - Extraction par solvant :

3 - 1 - Principe :

L'extraction par solvant consiste à dissoudre le composé recherché dans un solvant non miscible avec l'eau et à séparer la phase organique contenant le composé à extraire de la phase aqueuse.

Cette technique fait intervenir trois étapes :

• La mise en contact du solvant avec la substance contenant le composé à extraire.

Elle peut se faire directement dans un réacteur adapté (bécher, erlenmeyer, ballon etc...) ou en faisant intervenir d'abord l'eau. On fait alors agir le solvant sur une décoction, une infusion ou une macération.

• **La décantation :**

Il s'agit de l'opération réalisée à l'aide de l'ampoule à décanter vue au paragraphe précédent. En fonction de la nature du solvant utilisé et en particulier de sa densité par rapport à celle de l'eau (1,00), la phase organique à récupérer se situera au dessus ou en dessous.

- **Le séchage et la filtration :**

Ce sont les opérations décrites au paragraphe précédent.

3- 2 - Choix du solvant :

Le choix du solvant obéit à trois critères et nécessite la connaissance d'un paramètre physique caractéristique de ce solvant.

- **Etat physique du solvant.**

Le solvant doit être liquide à la température et à la pression où l'on réalise l'extraction.

- **Miscibilité du solvant.**

Le solvant doit être non miscible à la phase qui contient initialement le composé à extraire.

- **Solubilité.**

Le composé à extraire doit être très soluble dans le solvant. C'est-à dire, beaucoup plus soluble dans le solvant que dans le milieu où il se trouve initialement (milieu aqueux en général).

- **Densité du solvant.**

Il est nécessaire de connaître ce paramètre car c'est lui qui détermine si la phase organique, contenant le composé à extraire, se trouve au dessus ou en dessous de la phase aqueuse (à éliminer) dans l'ampoule à décanter.

II - La chromatographie :

1 – Définitions de la chromatographie :

La chromatographie, méthode d'analyse physico-chimique, sépare les constituants d'un mélange (les solutés) par entraînement au moyen d'une phase mobile (liquide ou gaz) le long d'une phase stationnaire (solide ou liquide fixé), grâce à la (ré)partition sélective des solutés entre ces deux phases. Chaque soluté est donc soumis à une force de rétention (exercée par la phase stationnaire) et une force de mobilité (due à la phase mobile).^[2]

2 - Terminologie générale de la chromatographie :

- **Soluté**: toute substance constituant d'un mélange, séparée par chromatographie.
- **Phase mobile**: le vecteur, liquide ou gazeux, qui déplace le soluté.
- **Phase stationnaire**: le produit qui, par ses affinités avec les solutés, va permettre leur séparation quand la phase mobile les déplace.
- **Support**: Un substrat inerte qui porte la phase stationnaire.
- **Remplissage**: l'ensemble des produits (adsorbant, support + phase stationnaire, etc...) qui garnissent une colonne chromatographique.
- **Colonne chromatographique**: tube de diamètre et longueur variable, en verre, métal, ou autre substance, à l'intérieur duquel s'opèrent les séparations chromatographiques.

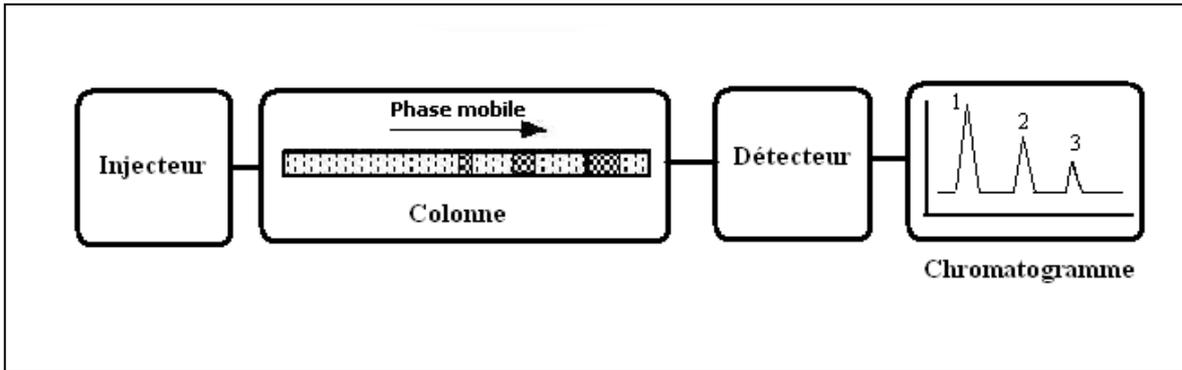


Fig 16. Schéma simplifié de la chromatographie

3 - Principe de la chromatographie :

Le mot chromatographie vient du grec Khrôma qui signifie couleur. En effet, à l'origine, cette technique servait à séparer des espèces chimiques végétales colorées (pigments) contenues dans un mélange. La chromatographie est une méthode physique de séparation basée sur les différences d'affinité des espèces à analyser à l'égard de deux phases, l'une stationnaire ou fixe, l'autre mobile. Elle permet d'identifier ou de séparer tout type d'espèces chimiques contenues dans un mélange homogène (gazeux ou liquide).

Lorsqu'on réalise une chromatographie, que ce soit sur papier, sur couche mince (C.C.M.) ou sur colonne, il faut donc préciser :

- Le support ou phase stationnaire ou fixe ;
- L'éluant ou phase mobile ;
- et la technique de révélation si les espèces chimiques étudiées sont incolores.

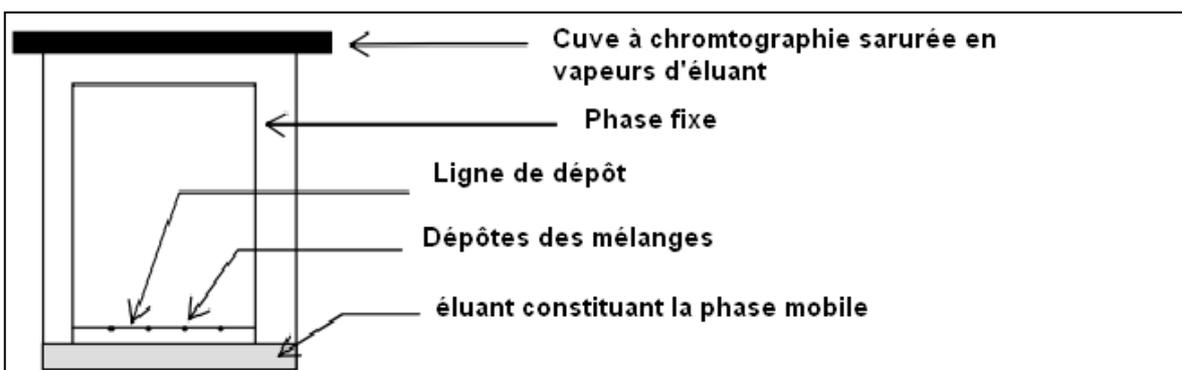


Fig 17. Chromatographie sur papier

Dans la chromatographie sur papier proposée ici, la phase fixe est formée par l'eau et la phase mobile est un liquide, l'éluant. C'est une chromatographie de partage qui repose sur la différence de solubilité des espèces dans les deux solvants. Si une espèce est plus soluble dans la phase mobile, l'éluant, elle se déplace plus rapidement qu'une espèce qui l'est moins et inversement. La polarité des phases est un autre paramètre qui agit sur la progression de l'espèce. La chromatographie sur papier est particulièrement adaptée à l'analyse des composés très polaires : acides aminés, sucres, composés polyfonctionnels.

Les chromatographies sur couche mince et sur colonne sont des chromatographies d'adsorption où la phase stationnaire est un solide, il s'agit par exemple de silice ou d'alumine traitée et la phase mobile un liquide. La séparation est basée sur l'adsorption sélective des espèces à la surface du solide. L'éluant migre à travers la phase stationnaire par capillarité ^[3]

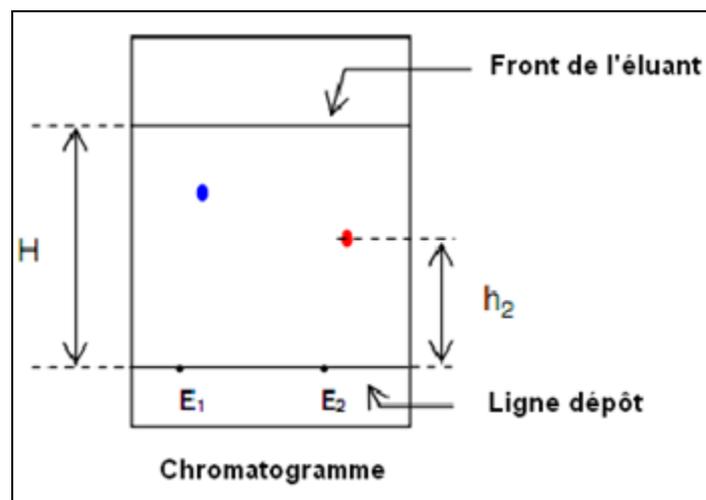


Fig 18. Exemple de chromatographie sur papier

Exploitation d'un chromatogramme. À une tache d'un chromatogramme correspond une seule espèce chimique. Pour caractériser cette espèce sur le chromatogramme on utilise la notion de rapport frontal, noté R_f .

Par exemple pour l'espèce E2 du chromatogramme ci-contre, il est Chromatogramme définit par la relation $R_F (E_2) = \frac{h_2}{H}$. C'est un nombre sans unité.

4 - Réalisation d'une C.C.M :

- Chaque échantillon à analyser est dissous dans un solvant très volatil et est déposé sur la ligne de dépôt. Le solvant s'évapore rapidement.

- Après introduction de la plaque dans une cuve contenant l'éluant, celui-ci migre lentement le long de la plaque, en entraînant les différentes espèces chimiques des échantillons. Chaque espèce se déplace à sa propre vitesse derrière le front de l'éluant.

- La plaque est retirée de la cuve et le front de l'éluant est noté au crayon. On fait sécher la plaque afin de vaporiser l'éluant. [4]

5 - Révélation d'une C.C.M :

- Si les espèces sont colorées, on observe directement des taches.

- Dans le cas contraire, il faut rendre visible (c'est-à-dire révéler) la position des espèces chimiques sur la plaque.

Différentes méthodes de révélation existent:

- exposer la plaque à une lampe UV

- faire réagir les espèces chimiques à révéler avec une autre espèce pour former un composé coloré. [5]

6 - Exploitation d'une C.C.M :

- La distance parcourue entre la ligne de dépôt et le centre de la tache dans des conditions données (phase fixe et éluant connus) est caractéristique de l'espèce chimique : elle est identique que l'espèce soit pure ou dans un mélange.

- Pour identifier une espèce d'un mélange, on peut donc comparer la distance parcourue pour une tache d'un mélange avec celle obtenue pour l'espèce chimique pure.

Les espèces qui ont migré à des hauteurs identiques sont les mêmes. [6]

On peut aussi calculer le rapport frontal (noté R_f) pour chaque tache observée:

h_2 : est la distance entre la ligne de dépôt et le centre de la tache ; c'est la distance parcourue par l'espèce chimique

H : est la distance parcourue par l'éluant dans le même temps; c'est la distance entre la ligne de dépôt et le front du solvant.

R_f est sans unité $R_f = h / H$

Références :

- [1] La chimie de A à Z - 1200 définitions - Andrew Hunt - Dunod – 2006.
- [2] Mikhail Tswett, « Adsorption analysis and chromatographic method. Application on the chemistry of the Chlorophylls. », *Berichte der Deutschen Botanischen Gesellschaft*, vol. 24, 1906, p. 384-393.
- [3] Magma documentation : Real and Complex Fields: Element Operations
- [4] Victor Pan, Algorithm for Approximating Complex Polynomial Zeros, 1998.
- [5] Prix Nobel de Chimie 1952.
- [6] IUPAC Compendium of Chemical Terminology, Electronic version, <http://goldbook.iupac.org/P04682.html>
- [7] Skoog, et. al., Principles of Instrumental Analysis, 6th ed., Thomson Brooks/Cole, 2007, 169-173.
- [8] H. J. Wagner, « Early Spectroscopy and the Balmer Lines of Hydrogen », *Journal of Chemical Education*, vol. 82, no 3, 2005, p. 380.



Partie expérimentale

I- Extraction et chromatographie d'HE des deux espèces de menthe :

I – Extraction :

L'huile essentielle (ou essence) de menthe est extraite des feuilles par entraînement à la vapeur ou hydrodistillation.

Obtention de L'huile essentielle de menthe poivrée :

L'huile essentielle de menthe poivrot est obtenue par hydrodistillation. On porte à ébullition un mélange d'eau et de feuilles de menthe poivrée. Sous l'effet de la chaleur, les cellules renfermant les espèces odorantes éclatent. Ces espèces, très volatiles sont entraînées par la vapeur d'eau. Puis, les vapeurs sont condensées pour récupérer le distillat constitué :

- D'une phase organique, l'huile essentielle, très parfumée ;
- D'une phase aqueuse, l'eau aromatique, légèrement parfumée.

1 - 1ère étape : préparation

- Peser 90g de feuilles de menthe poivrée et 90g de menthe verte (sans les tiges) et mesurer 250 mL d'eau distillée, volume total utilisé pour l'hydrodistillation
- Broyer les feuilles dans un mortier avec 10 mL d'eau distillée.
- Introduire le broyat dans un ballon de 500 mL.
- Rincer le pilon et le mortier, mettre les eaux de rinçage dans le ballon ainsi que le restant d'eau distillée.
- Ajouter 3 ou 4 grains de pierre ponce.
- Sous l'effet de la chaleur, les cellules renfermant les substances odorantes éclatent (décoction).

Ces substances étant volatiles, elles pourront donc être récupérées grâce à une hydrodistillation (ou entraînement à la vapeur)

2 - 2ème étape : hydrodistillation ou entraînement à la vapeur

Le chauffe-ballon sera placé sur un support élévateur en position haute. Le système refroidissant sera fixé à un support à l'aide d'une pince et d'une noix et à son extrémité, placer une allonge de distillation. Utiliser des clips pour maintenir assemblées deux pièces en verre.

Réaliser deux montages d'hydrodistillation. Toutes les parties rodées seront graissées.

Faire circuler l'eau dans le réfrigérant et chauffer jusqu'à ébullition.

La faible teneur de la menthe en huile essentielle et la partielle solubilité de cette huile dans l'eau ne permettent pas d'observer 2 phases.

3 - 3ème étape : extraction dans une ampoule à décanter

Pour extraire l'huile essentielle de l'eau, on fait une extraction avec 10 mL d'éther diéthylique. L'extraction se fait dans une ampoule à décanter de 500 mL. Effectuer un relargage en saturant en sel la phase aqueuse inférieure, agiter vigoureusement jusqu'à disparition du trouble de la solution aqueuse. Pour cela, ajouter environ 2 g de chlorure de sodium (sel) pour faciliter la séparation de l'huile essentielle.

Après séparation des deux phases, évacuer la phase aqueuse et récupérer la phase étherée (organique) contenant l'huile essentielle de menthe.

Nous avons récupéré les échantillons suivants :

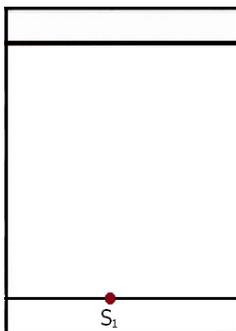
HE	Volume récupéré (mL)	La masse	Densité	Rendement %	couleur	odeur
Menthe poivrée	2,3	2,135	0,928	2,37	Jaune pale	Aromatique très fixante
Menthe verte	1,2	1,118	0,913	1,24	Jaune pale	Aromatique très fixante

Tableau 1. Les différents résultats des deux plantes (menthe poivrée, menthe verte)

II - Chromatographie des huiles essentielles :

On réalise une chromatographie sur papier (plaques des silices) pour séparer et identifier les huiles essentielles précédemment extraites.

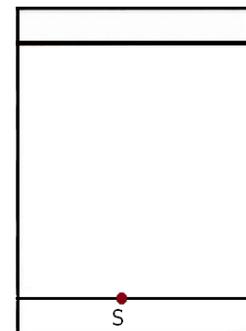
On dépose une goutte de la solution S_1 de menthone sur la première plaque, une goutte de la solution S_2 de menthol sur la deuxième plaque et une goutte d'huile essentielle de menthe poivrée sur la troisième plaque.



Plaque 1 : La goutte de Menthone



Plaque 2 : La goutte de Menthol

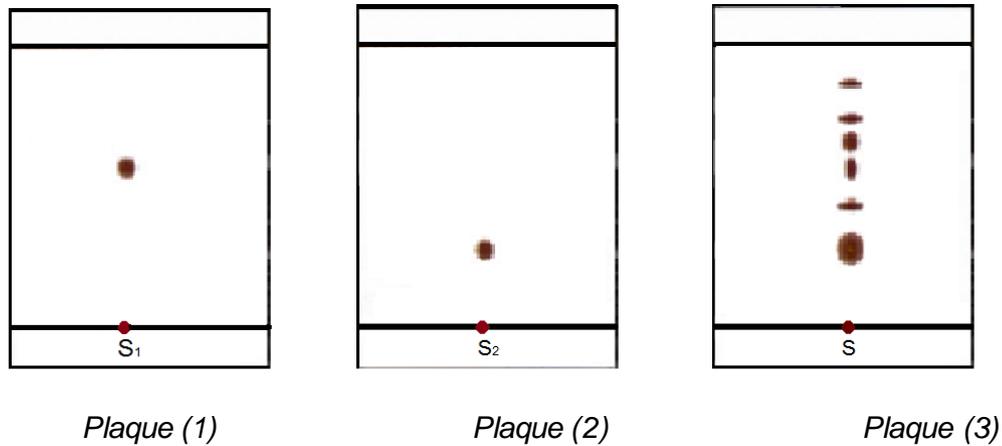


Plaque 2 : La goutte d'HE

- On marque les fronts de migration des différents constituants puis on calcule les rapports frontaux. Nous essayons d'identifier la nature des différents constituants contenant dans l'huile essentielle de menthe poivrée en comparant leurs rapports frontaux avec ceux des échantillons témoins.

Résultats de la chromatographie sur papier :

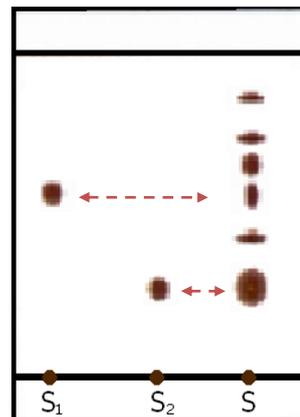
Chromatogramme obtenu après quelques minutes :



La première plaque présente le déplacement de la tache S_1 de menthone et la deuxième de déplacement de la tache S_2 de menthol

Par contre dans la troisième plaque : On observe plusieurs taches sur le chromatogramme : cela signifie que l'huile essentielle contient plusieurs corps purs.

Il existe deux taches qui ont la même hauteur si on compare les trois plaques : cela signifie que l'HE de menthe poivrée contient le menthone et le menthol



Les calculs des rapports frontaux des différentes espèces sont classés dans le tableau suivant :

R _f de Menthol	R _f de Menthone	R _f de différents constituants d'HE de la menthe poivrée					
h _{S1}	h _{S2}	h ₁	h ₂	h ₃	h ₄	h ₅	h ₆
3,4	1,8	1,8	2,4	3,4	3,9	4,4	5
R _{f S1}	R _{f S2}	R _{f1}	R _{f2}	R _{f3}	R _{f4}	R _{f5}	R _{f6}
0,57	0,3	0,3	0,4	0,57	0,65	0,73	0,83

Tableau 2. Les rapports frontaux des différentes espèces

	cyclohexane	éthanol	eau	HE de menthe poivrée
Densité	0,78	0,77	1,00	à déterminer
solubilité dans l'eau	nulle	très importante		faible
solubilité dans le cyclohexane		très importante	nulle	très importante
solubilité dans l'éthanol	très importante		très importante	très importante

Tableau 3. La solubilité du menthol dans plusieurs solvants.

II - Spectrophotométrie Uv-Visible :

La spectroscopie d'absorption moléculaire dans ultraviolet, le visible et l'infrarouge est largement utilisée pour l'identification et le dosage d'innombrables espèces inorganiques et organiques. La spectroscopie d'absorption Ultraviolet Visible est surtout employée en analyse quantitative et est probablement plus utilisée que toutes les autres méthodes dans les laboratoires d'analyses chimiques ou médicinales du monde entier. ^[7]

III – 1 - Absorption par les composés organiques :

L'absorption de rayonnement par les molécules organiques dans le domaine de longueurs d'onde compris entre 180 et 780 nm (nanomètre) résulte des interactions des photons qui participent directement à la formation de la liaison (et qui sont donc associés à plus d'un atome) avec ceux qui sont localisés sur des atomes tels que l'oxygène, le soufre, l'azote et les halogénures.

Les longueurs d'onde d'absorption d'une molécule organique dépendent de l'énergie de liaison de ses différents électrons. Les électrons qui forment des liaisons simples carbone-carbone ou carbone-hydrogène absorbent à des longueurs d'onde au dessous de 180 nm (l'ultraviolet lointain) et ceux compliqués dans les doubles ou triples liaisons absorbent à des longueurs d'onde au dessus de 181 nm jusqu'à 780 nm (l'ultraviolet proche et le visible).

Les groupements fonctionnels organiques insaturés qui absorbent dans l'ultraviolet et le visible sont appelés des chromophores. [8]

II – 2 - Avantages

La spectroscopie d'absorption Ultraviolet Visible présente les avantages ci-après :

- un vaste champ d'application,
- une grande sensibilité

II – 3 - Analyse par spectroscopie Uv-Visible :

Nous essayons de montrer l'existence du constituant majeur (Menthol) dans notre huile essentielle de menthe poivrée vu son rendement marqué. Pour cela nous avons réalisé les spectres Uv-Visible des différents échantillons : Menthol et l'huile essentielle de menthe poivrée

Le spectre Uv-Visible de menthol à la concentration 10^{-4} mole /l dans le cyclohexane a permis d'identifier le maximum d'absorption vers 263 nm

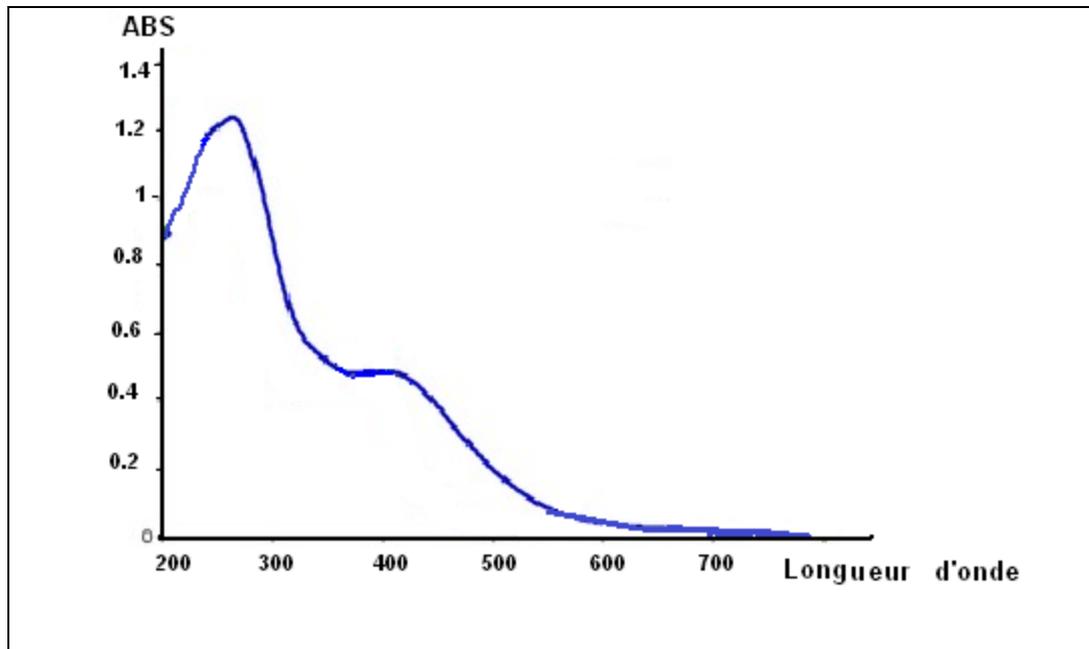


Fig 19. Spectre Uv-Visible de menthol pur

La dilution de HE de menthe poivrée dans le cyclohexane permet d'enregistrer les maximums d'absorption vers : 213 nm , 263 nm et 375 nm, on estime que le deuxième pic (263nm) correspond au pic d'absorbance de menthol. Alors on peut dire que notre HE contient du Menthol .

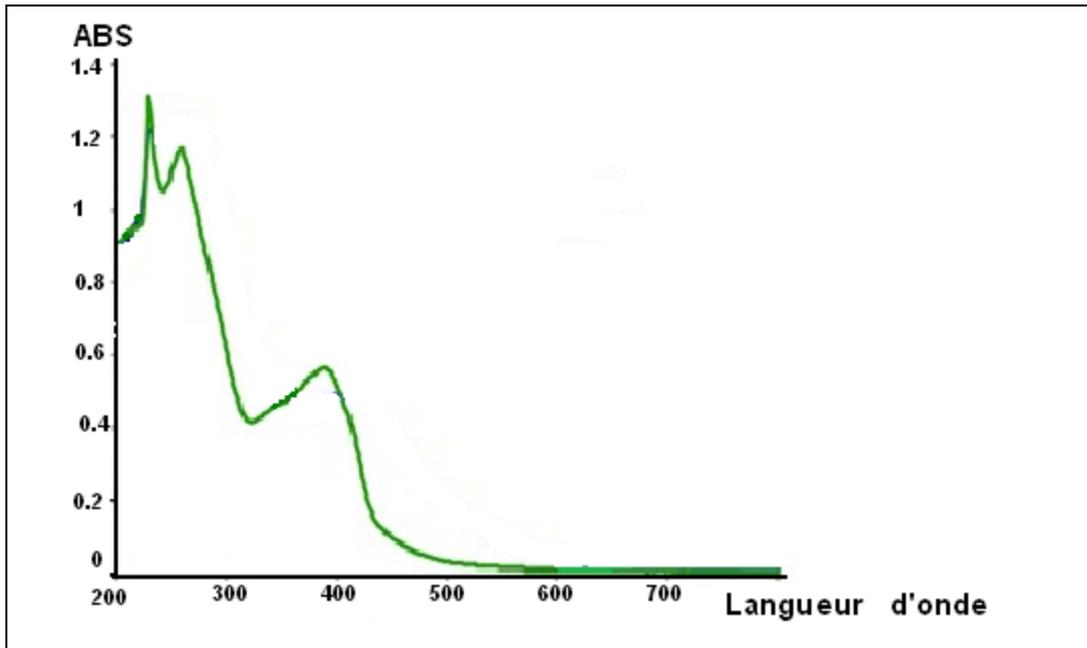


Fig 20 : Spectre Uv-Visible de HE de menthe poivrée

Spectre récapitulatif :

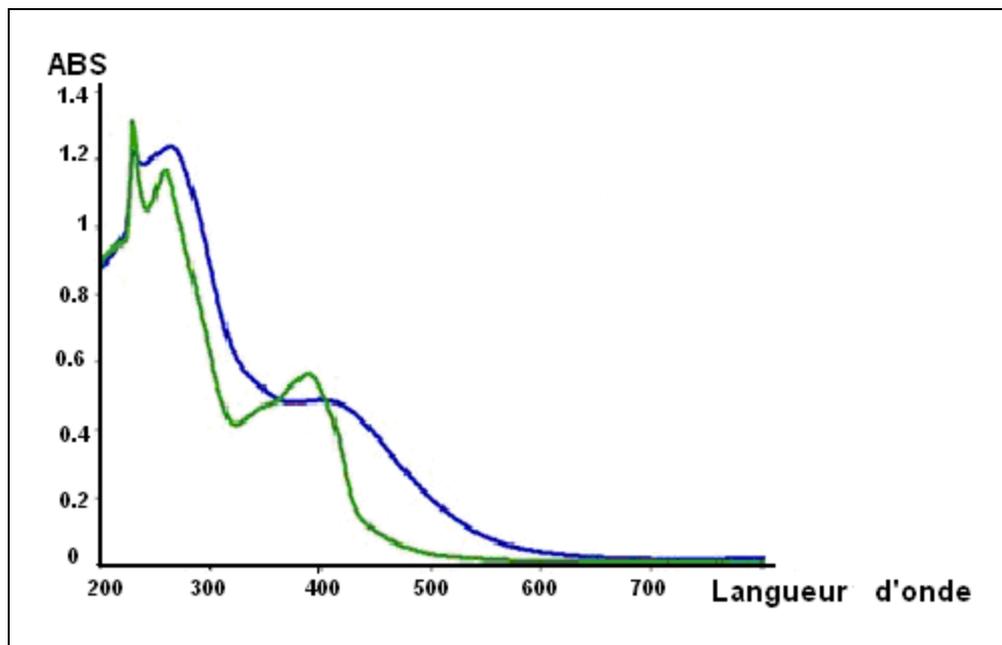


Fig 21 : Spectre Uv-Visible de HE et de menthol de menthe poivrée

Chapitre IV

Interprétations
et conclusions

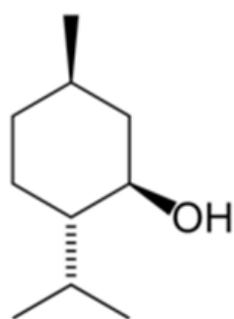
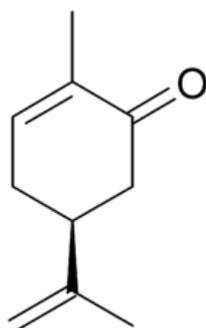
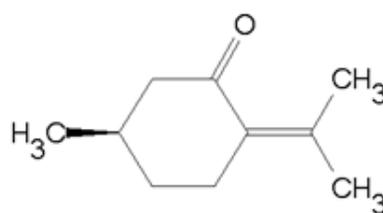
D'après le travail expérimental effectué sur l'extraction d'HE des plantes végétales à principe thérapeutique, dans notre cas nous utilisons la plante du menthe, il est noté que l'extraction sous vapeur d'eau est une opération qui nécessite un temps ambiant de 2heurs, sous température d'ébullition du solvant du choix. L'extrait c'est un mélange de plusieurs constituants, ou le menthol est le produit majoritaire, il dépasse les 50% en abondance dans les constituants de mélange.

Cette pourcentage peut variée tout dépend le choix du plant, c-à-d la famille, la variété et la partie traitée.

Le menthol et le menthone posséder une teneur en huile essentielle très faible, pour cela on note un rendement qui ne dépasse pas 3%.

L'huile essentielle c'est un liquide à une couleur jaune pâle, et une odeur très aromatique fixante.

L'HE de la menthe contient plus de 10 composés ont été identifiés : menthol, menthone, carvone, pulégone, limonène.....

*menthol**carvone**pulégone*

L'HE posséder des propriétés bactéricides antiseptiques. Elle est utilisée dans l'industrie pharmaceutique en raison de ses propriétés antiasthmatique, expectorantes et stimulantes ...

La caractérisation spectroscopique de mélange de HE à montré que notre extrait est un mélange de plusieurs constituants, vue les longueurs d'ondes sur le spectre Uv-visible des trois espèces.

Cela veut dire que il a une petite proportion de menthol qui a été dissoute dans le solvant qui représente la phase aqueuse, cette proportion est généralement isolée par chromatographies phase gazeuse ; on utilise le cyclohexane comme phase mobile pour récupérer cette quantité migrante .

Le menthol à une dose admicile est caractérisé par ces propriétés médicamenteuses, il aurait des vertus digestives, spasmolytiques, carminatives, antiseptiques, toniques et stimulantes. Il participerait à l'équilibre digestif et améliorerait le tonus général.

- La menthe poivrée est riche en principe actif menthol que la menthe verte, la menthe poivrée nommée aussi menthe pouliot, elle est connue sous le nom fliou en algérie est considéré comme l'espèce le plus utilisée en phytothérapie.

- A fortes doses le menthol est irritant pour les muqueuses respiratoires et risque de provoqué d'autres intoxications chez l'individu. Chez les tout jeunes enfants, son utilisation risque de provoquer une syncope qui peut aller jusqu'à l'étouffement et l'arrêt du coeur.

- La pulégone existe en quantité considérable dans la menthe pouliot est l'un des dangereuses substances, elle provoque des fausses couches chez les femmes enceintes, et des troubles de règles.

La technique de la séparation par chromatographie CCM permet d'identifier et de confirmer les différents constituants de nos huiles essentielles des deux espèces (menthol, menthone...).

On peut conclure que malgré la faible teneur de ces constituants, la chromatographie couche mince reste un moyen indispensable pour séparer des constituants des huiles essentielles.

L'extraction des principes actifs thérapeutiques à partir des plantes végétales est une technique prometteuse, qui donne un accès au moyen de production des médicaments à différents usages pour les patients.

Fig 1 : La menthe.	Page 16
Fig 2 : mentha x piperata (menthe poivrée).	Page 20
Fig 3 : Mentha arvensis (Menthe des champs).....	Page 21
Fig 4 : Mentha pulegium (Menthe pouliot ou Flio).	Page 22
Fig 5 : Mentha spicata (Menthe verte).....	Page 24
Fig 6 : La structure du menthol.	Page 25
Fig 7 : Animation d'une représentation en 3D de la molécule de menthol.....	Page 25
Fig 8 : Réactions sur le menthol.....	Page 26
Fig 9 : la synthèse de Menthol.	Page 27
Fig 10 : La structure du Carvone.	Page 27
Fig 11 : Réactions de réduction du carvone.....	Page 28
Fig 12 : Réactions d'oxydation du carvone.	Page 29
Fig 13 : La structure du Pulégone.	Page 29
Fig 14 : Montage d'hydrodistillation.....	Page 32
Fig 15 : Montage de décantation.	Page 33
Fig 16 : Schéma simplifié de la chromatographie.....	Page 37
Fig 17 : chromatographie sur papier.....	Page 37
Fig 18 : Exemple de chromatographie sur papier.	Page 38
Fig 19 : Spectre Uv-Visible de menthol pur.....	Page 47
Fig 20 : Spectre Uv-Visible de HE de menthe poivrée.....	Page 48
Fig 21 : Spectre Uv-Visible de HE et de menthol de menthe poivrée.	Page 48

Liste des tableaux :

Tableau 1 : les différents résultats des deux plantes (menthe poivrée, menthe verte).. Page 43

Tableau 2 : Les rapports frontaux des différentes espèces..... Page 45

Tableau 3 : La solubilité du menthol dans plusieurs solvants..... Page 45