

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université A. MIRA - Bejaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département des Sciences Alimentaires  
Spécialité : Alimentation, Nutrition et pathologie  
Option : Qualité des Produits et Sécurité Alimentaire



Réf:.....

Mémoire de Fin de Cycle  
En vue de l'obtention du diplôme  
**MASTER**

*Thème*

Encapsulation des Substances  
Bioactives

Présenté par :

*Ouazar Naima & Tibouche Lydia*

Soutenu le : **19 Septembre 2020**

Devant le jury composé de :

M <sup>me</sup> Guerfi F.	Président	MCB
M <sup>me</sup> Oukil N.	Encadreur	MCA
M <sup>lle</sup> Brahmi F.	Examineur	MCA

**Année universitaire : 2019 / 2020**

## ***Remerciements***

*Tout d'abord nous remercions le Bon Dieu pour sa Bienveillance, de nous avoir  
Donné la force, la santé, la patience, la puissance et la volonté pour réaliser ce*

*Mémoire et nous a guidé au chemin du savoir.*

*Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements*

*A Mme Oukil Naima d'avoir accepté de nous encadrer et de nous avoir  
Conseillée et guidée pour les efforts qu'elle a consentis tout au long de la  
Réalisation de ce modeste travail, et pour l'aide et l'intérêt qu'elle nous a apporté.*

*Ce travail témoigne de sa confiance et de son soutien dans les*

*Moments les plus difficiles.*

*Nos sincères remerciements vont aussi :*

*A Mme Geurfi F d'avoir accepté la présidence du jury,*

*A Melle Brahmi F d'avoir accepté, d'examiner et d'évaluer notre travail.*

*À tous les étudiants de master de la promotion 2020.*

*À toute personne qui a participé de près ou de loin, directement ou indirectement,*

*à la réalisation de ce travail.*

***\*Merci***

# *Dédicaces*



*Avant tout, c'est grâce à notre dieu que je suis arrivée là.  
Je dédie ce modeste travail à :*

*Mes très chers parents, pour leurs sacrifices et leur soutien moral et  
encouragement pendant tout mon parcours*

*Mon cher mari, pour sa compréhension, soutien moral et encouragement*

*Ma chère grande mère*



***Respect et gratitude***

*Mes très chères sœurs : Nadia, Fatima et son mari Saber, Yasmina,  
Latifa, Amina, Asma*

*Sans oublier ma belle-famille, ma belle-mère Keltoum, mon beau père Hamide, ma  
belle-sœur, mes beaux frères*

*Toute ma famille, oncles et tantes, cousins et cousines, nièces et neveux*

*Toutes mes amies*

*A Mme OUKIL Naima, pour sa patience, son aide et orientation*

*Ma binôme Lydia et sa famille*

*Mes enseignants*



*Mes camarades de la promotion QPSA*

*A tous ceux qui me sont chers*

*Naima*





***Je dédie ce travail***

*Tout d'abord et spécialement à mes parents pour leurs encouragements*

*tendresse, disponibilité et leurs sacrifices durant toutes mes années d'étude, c'est grâce à eux que je suis arrivée à cette étape de ma vie merci ma mère,*

*merci mon père.*



*Mes frères Zahir et Karim*

*Mes sœurs Samia, Linda, Kahina, Aicha, Acia, Lamia, et Hamida,*

*Et à ma belle-sœur Malika à mes neveux et nièces*

*Et à toutes ma grande famille pour leur soutien morale et physique.*

*A Mme Oukil Naima pour ces conseils et ces encouragements*

*Mes oncles et leur famille*

*Mes cousins et cousines*

*A tous mes ami(e)s, surtout « Leila, Imane, Ouassila, Hanane, Karima, Fahima,*

*Lynda et Houda »*

*A ma binôme Naima et sa famille*

*A toute la promotion 2020*

*A tous ceux qui nous ont aidés pour réaliser ce travail de près ou de loin.*



*Lydia*

## *Table des matières*

**Remerciements**

**Dédicaces**

**Liste des figures**

**Liste des tableaux**

**Introduction générale ..... 1**

### **Chapitre I : Généralités sur les substances bioactives**

#### **I.1. Généralités sur les composés phénoliques**

I.1.1. Définition ..... 3

I.1.2. Classification ..... 3

    I.1.2.1. Flavonoïdes ..... 3

        I.1.2.2. Phénols simples et les acides phénoliques ..... 4

    I.1.2.3. Stilbènes ..... 4

    I.1.2.4. Tanins ..... 4

I.1.3. Localisation des composés phénoliques ..... 5

I.1.4. Rôles et propriétés des composés phénoliques ..... 6

#### **I.2. Généralités sur les huiles essentielles**

I.2.1. Historique ..... 7

I.2.2. Définition ..... 8

I.2.3. Répartition et localisation dans la plante ..... 8

I.2.4. Rôles des huiles essentielles ..... 8

I.2.5. Composition chimique des huiles essentielles ..... 8

I.2.6. Caractéristiques physico-chimiques ..... 10

I.2.7. Méthodes d'extraction ..... 10

    I.2.7.1. Distillation ..... 10

    I.2.7.2. Enfleurage ..... 12

    I.2.7.3. Expression à froid ..... 12

    I.2.7.4. Extraction par solvants ..... 12

I.2.8. Toxicité des huiles essentielles .....	12
I.2.9. Principaux domaines d'application .....	13

## **Chapitre II : Généralités sur l'encapsulation**

II.1. Histoire de l'encapsulation.....	15
II.2. Intérêt de l'encapsulation .....	16
II.3. Définition de l'encapsulation.....	16
II.4. Matériaux utilisés pour l'encapsulation.....	18
II.5. Procédés d'encapsulation .....	19
II.5.1. Procédés mécaniques .....	21
II.5.2. Procédés chimiques.....	23
II.5.3. Procédés physicochimiques .....	23

## **Chapitre III : Méthodes d'encapsulation des composés phénoliques et des huiles essentielles**

III.1. Introduction.....	26
III. 2. Procédés d'encapsulation.....	27
III.2.1. Procédés basés sur le séchage .....	27
III.2.1.1. Séchage par atomisation (spray drying) .....	27
III.2.1.2. Lyophilisation (freeze drying) .....	29
III.2.2. La coacervation (séparation de phase) .....	29
III.2.3. Encapsulation par émulsion double (émulsion E/H/E) .....	31
<b>Conclusion</b> .....	<b>37</b>
<b>Références bibliographiques</b> .....	<b>38</b>

**Résumé**

**Abstract**

## *Liste des figures*

<b>Numéro</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>1</b>	Structure de base des flavonoïdes	<b>3</b>
<b>2</b>	Structures chimique de l'Acide hydrox benzoïque	<b>4</b>
<b>3</b>	Structure du resvératrol	<b>4</b>
<b>4</b>	Effets biologiques des polyphénols	<b>7</b>
<b>5</b>	Structure de l'isoprène C <sub>5</sub> H <sub>8</sub>	<b>9</b>
<b>6</b>	Structure chimique des composés aromatiques dérivés de phénylpropane	<b>9</b>
<b>7</b>	Schéma d'un montage d'hydrodistillation	<b>11</b>
<b>8</b>	Schéma d'un montage de distillation par entraînement à la vapeur d'eau	<b>12</b>
<b>9</b>	Représentation schématique de la répartition de l'utilisation de l'encapsulation dans les différents domaines d'application (Abdallaoui, 1990).	<b>15</b>
<b>10</b>	Images obtenues par un microscope électronique à balayage représentant : A. microsphère dans laquelle le principe actif est dissout dans le matériau enrobant	<b>17</b>
<b>11</b>	Schéma représentant la préparation d'émulsion (A) et l'appareil de séchage par atomisation (B)	<b>28</b>
<b>12</b>	Schéma générique du procédé de microencapsulation par coacervation: (1) formation d'une émulsion huile-dans-eau (h / e) [le matériau de base (A) est dispersé dans l'eau (B) et le polymère (C) est dissous dans le phase organique]; (2) dépôt du revêtement polymère liquide sur le matériau de noyau; et (3) durcir le matériau de revêtement pour former des microcapsules auto-entretenues (D)	<b>30</b>
<b>13</b>	Types d'émulsions à un noyau ; a) double émulsion b) triple émulsion c) quadruple émulsion	<b>32</b>
<b>14</b>	Processus de préparation d'émulsion double E / H / E.	<b>33</b>



## *Liste des tableaux*

<b>Numéro</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>II.1</b>	Classification des techniques d'encapsulation selon la nature du procédé	20
<b>III.1</b>	Techniques d'encapsulation avec leurs avantages et inconvénients.	33

# *Introduction*

Pendant des siècles, les huiles essentielles ont été traditionnellement utilisées dans différentes applications, notamment le traitement de diverses affections / maladies telles que la toux, le paludisme, la diarrhée, les maux de tête sévères. Les huiles essentielles se trouvent couramment dans les plantes et ont généralement une composition chimique variée et complexe. Des études ont montré que leurs caractéristiques physico-chimiques leur permettent d'avoir des activités biologiques importantes (Huzaifa *et al.*, 2014).

Les polyphénols sont des métabolites secondaires présents dans toutes les plantes vasculaires, et constituent une grande famille de substances omniprésentes et variées, des simples molécules aux structures complexes. Ces substances naturelles ont toutes en commun la présence d'un ou plusieurs cycles benzéniques portant une ou plusieurs fonctions hydroxy et dérivant du métabolisme de l'acide shikimique et / ou du polyacétate (Bruneton, 2009 et Sarni, 2005).

Cependant, la nature hydrophobe de l'huile essentielle, sa volatilité et sa grande sensibilité en présence de lumière, d'oxygène et de chaleur limitent son utilisation (Burt, 2004 et Hill *et al.*, 2013). L'incorporation de cette substance dans une matrice alimentaire peut avoir un effet sur les caractéristiques organoleptiques, la stabilité physique et l'intégrité chimique (Lavoine *et al.*, 2014 et Dons *et al.*, 2011). Il existe de nombreux rapports sur l'encapsulation de composés phénoliques extraits de plantes par différentes méthodes utilisant plusieurs biopolymères comme matériau de revêtement (Trifkovic *et al.*, 2014 et Aizpurua *et al.*, 2016).

L'encapsulation a été considérée comme une technique qui consiste à piéger des composés bioactifs dans un matériau polymère dans le but de protéger et libérer des composés bioactifs et de le vectoriser vers le site ciblé (Ezhilarasi *et al.*, 2013). Elle peut être définie comme un processus de piégeage d'une substance dans une autre substance, ainsi produisant des particules avec des diamètres de quelques nm à quelques mm. La substance encapsulée est le matériau de base, l'agent actif, les remplissages, la phase interne ou la phase de charge utile. La substance qui encapsule est le revêtement, la membrane, la coque, le matériau de support, le matériau de la paroi, la phase externe ou la matrice (Zuidam et Nedovic, 2010).

Le matériau du mur protège les ingrédients sensibles contre les réactions et contrôle la libération des ingrédients (Bakowska et Kolodziejczyk, 2011).

Diverses techniques ont été développées pour encapsuler des composés bioactifs, chacun avec ses propres mérites et inconvénients. Ces approches comprennent le séchage par atomisation

(Đouđević *et al.*, 2015), lyophilisation (Ray, Raychaudhuri *et al.*, 2016), émulsification (Sanguansri et Augustin, 2006), complexation d'inclusion (Yang *et al.*, 2010), nano-précipitation (Gou *et al.*, 2011), préparation de liposomes (Coimbra *et al.*, 2011) et supercritique fluide (Gouin, 2004) etc. Parmi les méthodes d'encapsulation, l'évaporation du solvant et le séchage par atomisation sont les techniques les plus couramment utilisées en raison de leurs procédures simples et de la mise à l'échelle industrielle disponible (Drosou *et al.*, 2017).

Au cours des dernières années, le processus d'encapsulation a été généralement réalisé pour améliorer la stabilité des composés bioactifs et donc préserver leur bio activité pendant le traitement et le stockage, ainsi que pour empêcher les interactions indésirables avec les matrices alimentaires (Fang et Bhandari, 2010).

Par conséquent, l'encapsulation pourrait également être une réponse aux demandes des consommateurs pour la production de produits fonctionnels ayant une valeur nutritionnelle ajoutée, moins d'additifs synthétiques et de meilleures caractéristiques organoleptiques (Fathi, 2014).

L'objectif principal de ce mémoire est de recenser quelques techniques d'encapsulation des substances bioactives (les huiles essentielles et les composés phénolique) ; leurs avantages, l'intérêt, de leur utilisation dans les différents secteurs à savoir le secteur alimentaire, pharmaceutique.

Notre mémoire est structuré en trois parties

- ✓ Le premier chapitre sera consacré aux généralités sur les substances bioactives notamment les huiles essentielles et les composés phénoliques ;
- ✓ Le deuxième chapitre développera l'intérêt de l'encapsulation et les matériaux utilisés dans les différents procédés.
- ✓ Dans le troisième chapitre traitera les méthodes d'encapsulation des substances bioactives utilisées dans les différents domaines.

*Chapitre I*  
*Généralités sur les substances*  
*bioactives*

## I.1. Généralités sur les composés phénoliques

### I.1.1. Définition :

Les composés phénoliques sont des métabolites secondaires avec plus de 8000 structures phénoliques. L'élément structural fondamental qui les caractérise est la présence d'au moins un noyau benzénique auquel est directement lié au moins un groupement hydroxyle, libre ou engagé dans une autre fonction : éther, ester, hétéroside (Bruneton, 2009 ; Šaponjac *et al.*, 2016).

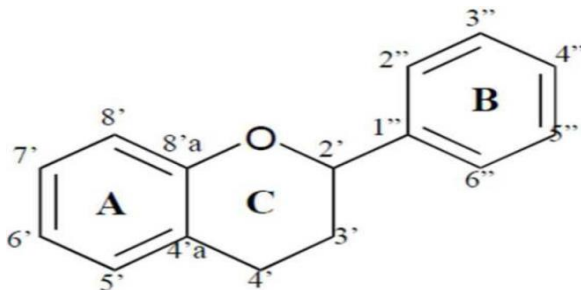
Ils sont présents dans différentes parties des plantes selon l'espèce végétale et le composé phénolique considéré (Di Ferdinando *et al.*, 2014, Agati *et al.*, 2012). Les composés phénoliques sont des constituants largement répandus dans des aliments d'origine végétale (fruits, légumes, céréales, olives, légumineuses, chocolat, etc.) et des boissons (thé, café, bière, vin, etc.) et responsables de plusieurs propriétés organoleptiques des aliments végétaux (Dai et Mumper 2010).

### I.1.2. Classification :

Les polyphénols sont classés en différents groupes en fonction du nombre de noyaux aromatiques qui les composent et des éléments qui les relient. On distingue les phénols simples (parmi eux les acides phénoliques), les flavonoïdes, les lignanes et les stilbènes (Boros *et al.*, 2010).

#### I.1.2.1. Les flavonoïdes :

Les flavonoïdes sont des pigments quasi universels des végétaux, souvent responsables de la coloration des fleurs et des fruits. Ils existent le plus souvent à l'état naturel sous forme d'hétérosides. Les flavonoïdes sont très largement répandus dans le règne végétal (les fruits, les légumes, les graines ou encore les racines des plantes) ; tous (plus de 6000 structures) possèdent le même élément structural de base, le noyau flavane constitué de deux noyaux aromatiques A et B et d'un hétérocycle oxygéné central C (Vinayagam et Xu, 2015).

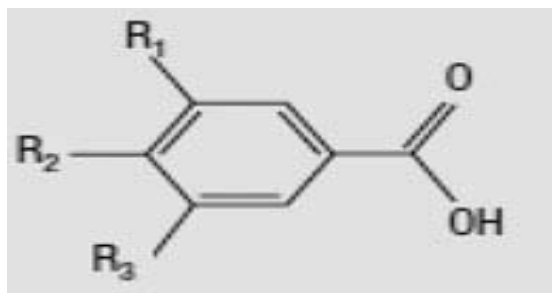


**Figure 01** : Structure de base des flavonoïdes (Collin et Crouzet, 2011).

### I.1.2.2. Phénols simple et les acides phénoliques :

Un acide-phénol (ou acide phénolique) est un composé organique possédant au moins une fonction carboxylique et un hydroxyle phénolique (Ignat *et al.*, 2011).

Ils se divisent en deux classes : les dérivés de l'acide benzoïque (les acides hydroxycinnamiques) et les dérivés de l'acide cinnamique (les acides hydroxybenzoïques) (Pandey et Rizvi, 2009).



$R_1=R_2=R_3=OH$  = acide gallique

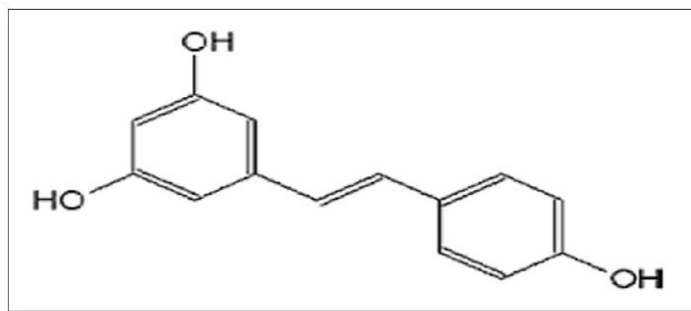
$R_1=R_2=OH, R_3=OH$  = acide protocatéchique

#### Acides hydroxybenzoïques

**Figure 02 :** Structure chimique de l'Acide hydrox benzoïque (Munawar *et al.*, 2016).

### I.1.2.3. Stilbènes :

Les stilbènes sont un groupe de polyphénols non flavonoïdiques issu du métabolisme secondaire végétal, ont une structure chimique de base du type C6-C2-C6, composée de deux cycles aromatiques joints par un pont méthylène, qui sont connus pour leurs nombreuses propriétés biologiques comme les activités chémopréventives et neuro-protectrices (Collin et Crouzet, 2011 ; Arraki, 2014).



**Figure03 :** Structure du resvératrol (Leray, 2010).

### I.1.2.4. Tanins :

Les tanins sont en quelque sorte des métabolites secondaires principalement disponibles

dans les aliments et les boissons à base des plantes. Le nom « tanin » provient du processus industriel de « tannage du cuir » dans lequel les peaux d'animaux sont transformées en cuir par le biais d'un traitement en aval (Akhlash *et al.*, 2019).

### V.3.1. Classification des tanins :

En raison de l'énorme diversité structurale des tanins, un système de classification systématique basé sur des caractéristiques structurales spécifique et des propriétés chimiques fournirait un cadre pratique pour une étude plus approfondie. L'observation selon laquelle de nombreux tanins peuvent être fractionnés hydrolytiquement en leurs composants par exemple par traitement à l'eau chaude ou avec des tannasses a conduit à la classification de ces tanins comme « tanins hydrolysables » et polymérique non hydrolysables ont classées comme des « tanins condensés » (khanbabaee *et al.*, 2001).

#### ❖ Tanins hydrolysables :

Les tanins hydrolysables sont généralement composés d'une molécule de noyau de polyol, généralement du glucose, mais d'autres molécules de noyau peuvent inclure le glucitol l'ammamélose et l'acide shikimique, dont le groupe hydroxyle des polyols de noyau a été estérifié avec l'acide gallique (Naumann *et al.*, 2017).

#### ❖ Tanins condensés :

Les tanins condensés ou les proanthocyanidines, sont constituées d'oligomères ou de polymères de sous – unités flavan-3-ol (Naumann *et al.*, 2017). Ils sont connus lorsque le couplage des unités individuelles se fait par la position C-4 de la première unité liée à C-8 ou C-6 de la deuxième unité, qui peut avoir un modèle de substitution différente. Les tanins trouvés dans le vin rouge et blanc, leur importance pour la vinification dépendent de leur réaction spécifique aux protéines qui à son tour est directement liée à leur degré de polymérisation (khanbabaee *et al.*, 2001).

### I.1.3. Localisation des composés phénoliques :

Les composés phénoliques sont omniprésents dans les végétaux, mais leur répartition au niveau tissulaire, cellulaire et subcellulaire n'est pas uniforme. Les composés phénoliques solubles sont présents dans les vacuoles tandis que celles insolubles se trouvent au niveau des parois cellulaires. Ces dernières sont plus ou moins riches en polyphénols selon la localisation de la cellule



: les parties charnues du fruit en sont pauvres (les polyphénols sont alors principalement contenus dans la vacuole), contrairement aux cellules dont la paroi a atteint le stade supérieur de rigidité (cellules de la peau et des pépins, épicarpes des grains de blé) (Knežević *et al.*, 2012 ; Macheix *et al.*, 1990).

#### **I.1.4. Rôles et propriétés des composés phénoliques :**

Le rôle des composés phénoliques est maintenant reconnu dans différents aspects de la vie de la plante et dans son utilisation par l'homme (Macheix *et al.*, 2005). Les polyphénols sont des antioxydants qui ont plusieurs propriétés biologiques (figure05) : anti-diabétique, anticancéreuse, anti-inflammatoire, cardioprotectrice, antivirales antiasthmatique, antiseptique, hépato-protecteur, antifongique, antibactériennes, antivirales etc. (Kumar et Pandey, 2013).

Les composés phénoliques jouent un rôle important dans l'interaction de la plante avec son environnement, en particulier contre les radiations UV, les attaques microbiennes...etc. (Moheb *et al.*, 2011). Dans les critères de qualité (couleur, astringence, amertume et qualité nutritionnelles...) qui orientent les choix de l'homme dans sa consommation des organes végétaux (fruits, légumes, tubercules) et des produits qui en dérivent par transformation (Macheix *et al.*, 2005 ; Dicko *et al.*, 2006).

Dans les aliments, les composés phénoliques peuvent contribuer à l'amertume (principalement les flavanones), l'astringence, la couleur, la flaveur, l'odeur et la stabilité de l'oxydation de l'aliment (Naczki et Shahidi, 2004).

La consommation d'aliments riches en polyphénols réduit l'incidence de nombreuses pathologies, telles que le cancer, les maladies cardiovasculaires, les diabètes (Hanhineva *et al.*, 2010). Ils ont été décrits comme étant des antioxydants, des antiagrégants plaquettaires, des anti-inflammatoires, des anti-allergènes, des anti-thrombotiques et des anti tumoraux (Hanhineva *et al.*, 2010).

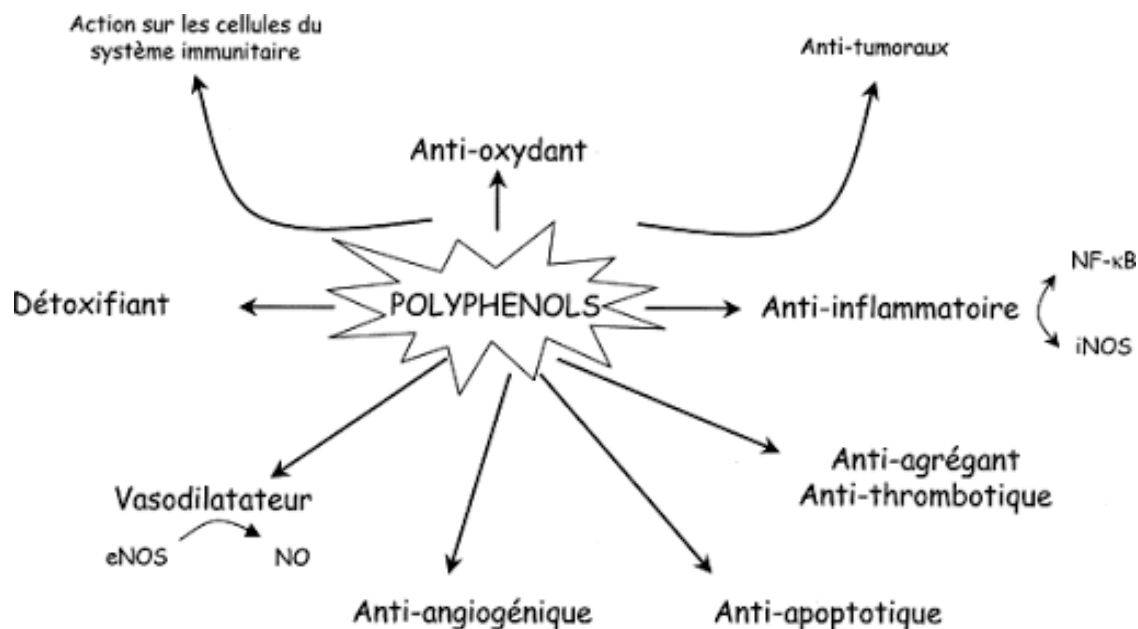


Figure 04 : Effets biologiques des polyphénols (Martin et Andrantsitohaina, 2002).

## I.2. Généralités sur les huiles essentielles

### I.2.1. Historique des huiles essentielles :

Les premières preuves de fabrication et d'utilisation des huiles essentielles datent de l'an 3000 avant J.C. (Baser et Buchbauer, 2010). Les Egyptiens et les Arabes ont prévalu des caractéristiques médicinales et aromatiques des plantes : la conservation des momies, l'aromatisme des bains, la désinfection des plaies avec les onguents, les parfums et la fabrication des boissons aromatiques (Möller, 2008).

A l'apogée de leurs conquêtes en Afrique du Nord et en Espagne, les arabes le firent connaître aux Espagnols, lesquels à leur tour le propagèrent en Europe, à travers les possessions du Royaume d'Aragon, échelonnées tout le long des Côtes du Nord de la Méditerranée (Berthier, 1980 ; Möller, 2008).

Il existe aujourd'hui approximativement 3000 huiles dont environ 300 sont réellement commercialisées, destinées principalement à l'industrie des arômes et des parfums. Mais la tendance actuelle des consommateurs à rechercher une alimentation plus naturelle a entraîné un regain d'intérêt des scientifiques pour ces substances (Zhiri, 2006).

### **I.2.2. Définition :**

L'huile essentielle (HE), ou essence végétale, se définit comme étant un liquide hydrophobe des composés odoriférants volatils sécrétés par une plante. Ce mélange complexe de diverses molécules (alcools, terpènes, cétones, etc.) est obtenu par distillation à la vapeur d'eau, expression ou distillation sèche (Fernandez et Chemat, 2012).

### **I.2.3. Répartition et localisation dans la plante :**

Selon Bruneton (1999), les huiles essentielles n'existent quasiment que chez les végétaux supérieurs, les plantes capables d'élaborer les constituants qui composent ces huiles essentielles sont connues sous le nom de plantes aromatiques, réparties dans un nombre limité de familles. La synthèse et l'accumulation des huiles essentielles sont généralement associées à la présence de structures histologiques spécialisées, ces dernières peuvent se rencontrer dans tous les organes végétaux, végétatifs ou reproducteurs, le plus souvent situées sur ou à proximité de la surface de l'organe (Benazzeddine, 2010).

### **I.2.4. Rôles des huiles essentielles :**

Les huiles essentielles peuvent avoir plusieurs effets « utiles » pour la plante : repousser ou au contraire attirer les insectes pour favoriser la pollinisation, comme source énergétique, facilitant certaines réactions chimiques, permettant de conserver l'humidité des plantes désertiques, réduction de la compétition des autres espèces de plante par inhibition chimique de la germination des graines, par protection contre la flore microbienne infectieuse, action répulsive sur les prédateurs par goût et effets défavorables (Bakkali, 2008).

D'autres auteurs affirment que les huiles essentielles jouent un rôle hormonal, régulateur et catalyseur dans le métabolisme végétal, assurer leur ultime défense et semblent aider la plante à s'adapter à son environnement (Fouché, 2000).

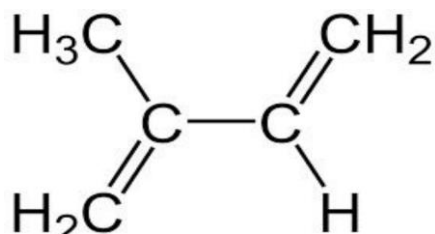
### **I.2.5. Composition chimique :**

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes pouvant contenir plus de 300 composés différents (Sell, 2006). Sont composées uniquement de molécules aromatiques et volatiles et ne contiennent aucun corps gras, malgré leur appellation (Couic-Marinier et Lobstein, 2013).

## **5.1. Les terpènes :**

Les terpènes sont des hydrocarbures naturels, de structure cyclique ou de chaîne ouverte.

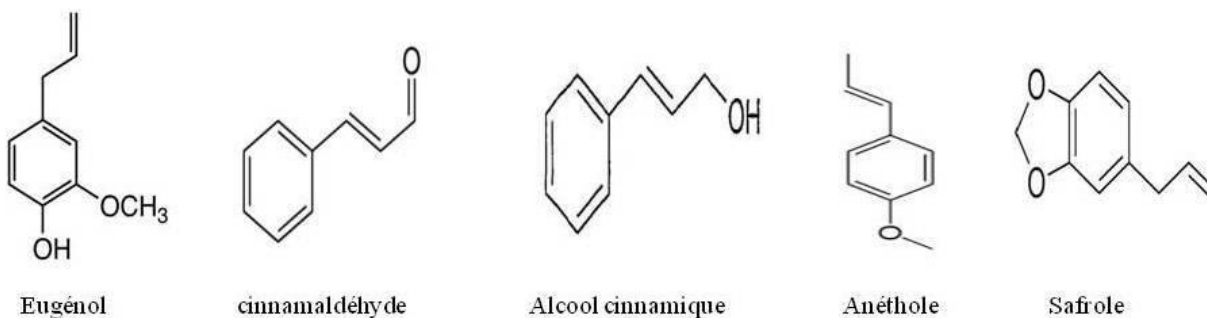
Leur particularité structurale la plus importante est la présence dans leur squelette d'unité isoprénique à 5 atomes de carbone (C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>) (Hernandez-Ochoa, 2005).



**Figure 05 :** Structure de l'isoprène C<sub>5</sub>H<sub>8</sub> (Adapté de Bakkali et *al.*, 2008).

### 5.2. Les composés aromatiques ou les phénylpropanoïdes :

Les dérivés du phénylpropane sont moins abondants que les terpénoïdes. Cette classe comprend des composés odorants comme la vanilline, l'eugénol, l'anéthole, l'estragole et bien d'autre. Ils sont plus fréquents dans les huiles essentielles *d'apiaceae* (anis, fenouille, cannelle, basilic) (Saidj, 2007).



**Figure 06 :** Structure des composés aromatiques dérivés de phénylpropane (Fillatre, 2011).

### 5.3. Les composés d'origine diverses :

Il existe un nombre non négligeable de produits résultant de la transformation de molécules non volatiles issues soit de la dégradation des terpènes non volatils qui proviennent de l'autooxydation par exemple des carotènes ou des acides gras comme les acides linoléique et  $\alpha$ -linoléique en (3-cis hexanol, decanal,  $\beta$ -ionone) (Piochon, 2008). Ces composés contribuent souvent aux arômes de fruits (Bruneton, 1999).

### 5.4. Notion chemotype :

Le chemotype d'une huile essentielle est une indication précise du composant biochimique majoritaire ou distinctif présent dans l'huile essentielle. C'est l'élément qui permet de distinguer des huiles essentielles extraites d'une même variété botanique mais, d'une composition biochimique différente. Cette classification permet de sélectionner les huiles essentielles pour une utilisation plus précise, plus sûre et plus efficace. Ce polymorphisme chimique existe chez certaines espèces : *Thymus vulgaris*, *Mentha spicata*, *Origanum vulgare*. Il est important de noter que les huiles essentielles à chemotypes différents présentent non seulement des activités différentes mais aussi des toxicités très variables (Pibiri, 2005).

### I.2.6. Caractéristiques physico-chimiques :

- Les huiles essentielles sont liquides à température ambiante mais aussi volatiles au fait de leur masse moléculaire relativement faible, ce qui leur confère la propriété olfactive qui les différencie des huiles dites fixes (Bonnafous, 2013).
- Elles sont odorantes, et pour la plupart colorées (leur couleur varie selon la plante aromatique utilisée) (Lakhdar, 2015).
- Elles sont altérables et sensibles à l'oxydation ; par conséquent, leur conservation nécessite de l'obscurité et de l'humidité ; de ce fait l'utilisation de flacons en verre opaque est conseillée (Couic-Marinier et Lobstein, 2013).

### I.2.7. Méthodes d'extraction :

L'extraction des huiles essentielles est certainement la phase la plus délicate, elle a pour but de capter les produits les plus subtils et les plus fragiles élaborés par le végétal (Nogaret-Ehrhart, 2008). Il existe plusieurs méthodes d'extraction des huiles essentielles dont voici les principales :

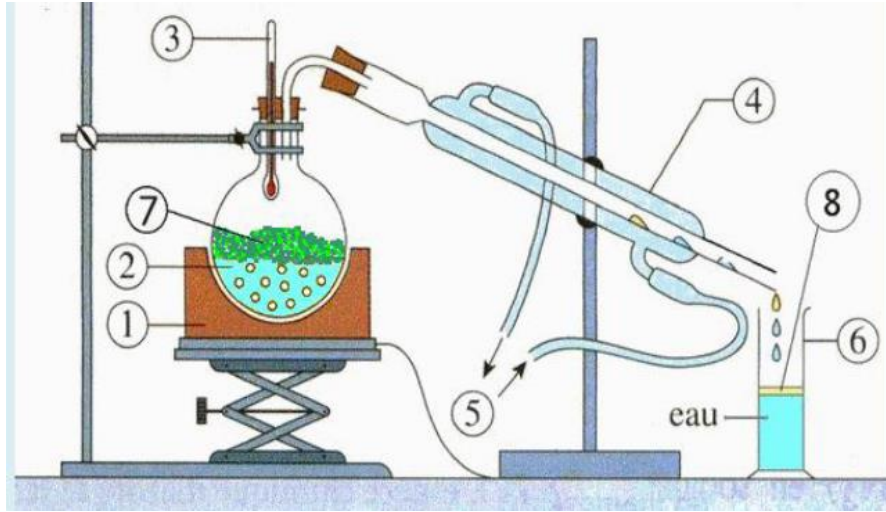
#### 7.1. Distillation :

Il existe trois différents procédés utilisant le principe de la distillation : l'hydrodistillation, l'hydrodiffusion et l'entraînement à la vapeur d'eau (Piochon, 2008).

##### ➤ *Hydrodistillation* :

Le principe de l'hydro-distillation est celui de la distillation des mélanges binaires non miscibles. Elle consiste à immerger la biomasse végétale dans un alambic rempli d'eau que l'on porte ensuite à l'ébullition. La vapeur d'eau et l'essence libérée par le matériel végétal forment un mélange non miscible. Les composants d'un mélange se comportent comme si chacun était tout seul à la température du mélange, c'est-à-dire que la pression partielle de la

vapeur d'un composant est égale à la pression de vapeur du corps pur. Cette méthode est simple dans son principe et ne nécessite pas un appareillage coûteux (Chemat, 2009).



**Figure 07 :** Schéma d'un montage d'hydrodistillation (Cazau-Beyret, 2013).

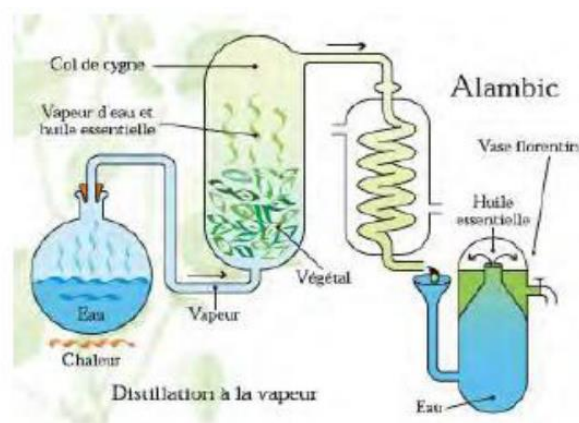
**Légende :** (1) Chauffe-ballon ; (2) eau en ébullition ; (3) 3-thermomètre ; (4) réfrigérant à eau ; (5) arrivée et sortie d'eau ; (6) éprouvette graduée ; (7) matériel végétal ; (8) huile essentiel ou essence.

➤ **L'hydrodiffusion ou la percolation :**

La percolation est une méthode consistant à envoyer la vapeur d'eau de haut en bas et non de bas en haut comme pour la distillation. Cette méthode a l'avantage d'être plus rapide et donc moins préjudiciable à la qualité des substances aromatiques. Cependant, la percolation possède l'inconvénient de charger les HE en substances non volatiles. Il en résulte des « essences de percolation » et non des HE à proprement parler (Velé, 2015).

➤ **Entrainement à la vapeur d'eau :**

Il s'agit en général d'une cuve en métal inerte comme le cuivre ou l'inox avec un tamis au fond pour que les végétaux ne soient pas en contact direct avec l'eau. La vapeur générée traverse le végétal et arrache par les micros gouttelettes d'huile essentielle. Cette vapeur d'eau chargée est refroidie dans un serpentin par un circuit d'eau froide, retourne donc à l'état liquide pour se séparer dans l'essencier ou vase florentin. L'HE étant hydrophobe et souvent moins dense que l'eau, surnage dans la majorité des cas à sa surface et est recueillie après décantation, grâce à un vase florentin ou essencier (Baudoux et *al.*, 2012).



**Figure 08 :** Schéma d'un montage de distillation par entraînement à la vapeur d'eau (Cazau-Beyret, 2013).

### 7.2. Enfleurage :

L'enfleurage est une technique ancienne mettant en contact l'organe producteur (généralement la fleur) avec une graisse qui se sature en HE après quelques jours. On obtient alors des pommades qui sont utilisées telles quelles ou extraites par de l'éthanol. Les extraits alcooliques aux fleurs ainsi obtenus sont appelés « absolues » (Lardry et Haberkorn, 2007).

### 7.3. Extraction à froid :

Elle constitue le plus simple des procédés, mais ne s'applique qu'aux agrumes dont l'écorce des fruits comporte des poches sécrétrices d'essences. Ce procédé consiste à broyer, à l'aide de presses, les zestes frais pour détruire les poches afin de libérer l'essence. Le produit ainsi obtenu porte le nom d'essence, car il n'a subi aucune modification chimique (Roux, 2008).

### 7.4. Extraction par solvants :

La méthode de cette extraction est basée sur le fait que les essences aromatiques sont solubles dans la plupart des solvants organiques. Le procédé consiste à épuiser le matériel végétal par un solvant à bas point d'ébullition qui par la suite, sera distillation sous pression réduite.

L'évaporation du solvant donne un mélange odorant de consistance pâteuse dont l'huile est extraite par l'alcool. L'extraction par les solvants est très coûteuse à cause du prix de l'équipement et de la grande consommation des solvants (Chemat, 2009).

## I.2.8. Toxicité des huiles essentielles :

En dépit de leurs effets bénéfiques, les huiles essentielles sont loin d'être non-toxiques. La majorité des huiles essentielles, à de très fortes doses, causent des effets toxiques (Hammer et

Carson, 2011). L'accumulation des essences dans l'organisme par des prises répétées peut conduire à des nausées, des céphalées, ...L'ingestion de plus de 10 ml d'huile essentielle est neurotoxique et épiléptogène par inhibition de l'apport d'oxygène au niveau des tissus encéphaliques (Baudoux, 1997).

### **I.2.9. Principaux domaines d'application :**

Les huiles essentielles sont, principalement, utilisées en raison de leurs propriétés odorantes d'une part, et de leurs propriétés médicinales (Besombes, 2008). Les huiles essentielles commercialisées dans le monde sont destinées à quatre grands secteurs industriels : parfumerie cosmétique ; parfumerie technique (savons, détergents) ; alimentation et médecine (médecine douce et pharmaceutique) (Grysole, 2005).

#### **❖ En parfumerie et cosmétique :**

Avant la mise en évidence de leurs propriétés médicinales, les huiles essentielles ont été largement exploitées en industrie cosmétique grâce à leurs caractères organoleptiques, principalement leur odeur agréable et persistante. Cette propriété aromatique est attribuée à l'ensemble de molécules volatiles issues des plantes aromatiques (Brud, 2010). Sont des matières premières par excellence des parfumeurs, sont classées en fonction de leurs odeurs. Ainsi les huiles essentielles de citron, de bergamote ou encore de lavande constitueront la note la plus éphémère, dite note de tête. Des essences fleuries comme celles de rose ou de néroli participeront à l'élaboration de la note de cœur. Enfin, la note de 20 fond, la plus durable des trois, comportera plutôt des essences boisées ou épicées comme le santal ou la cannelle (Fernandez et Chemat, 2012).

#### **❖ En industrie agroalimentaire :**

Les premières utilisations des plantes aromatiques par l'homme se sont faites pour enrichir la cuisine. Les Egyptiens diffusaient des odeurs par le chauffage de mélanges contenant des huiles essentielles dans le but d'augmenter l'appétit des personnes malades (Baser et Buchbauer, 2009). La consommation d'huiles essentielles dans l'agroalimentaire suit la croissance de la consommation de produits préparés, ceci en réponse à une demande croissante de produits naturels de la part des consommateurs et à la mauvaise publicité faite aux conservateurs de synthèse. Le domaine le plus grand consommateur d'huiles essentielles est celui des boissons gazeuses. Celle qui est la plus utilisée dans le monde pour l'agroalimentaire est celle d'orange douce (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck) (Garneau, 2005). Les huiles essentielles jouent un rôle capital dans l'aromatization des aliments. En effet, elles donnent la saveur aux condiments (poivre, gingembre)



et aux aromatisants (menthe, anis, oranger, thym, laurier). A faible dose, certaines substances ont un effet favorable sur la digestion, ce qui explique leur utilisation en liquoristerie (essence d'anis ou de badiane). Les huiles essentielles entrent donc, pour leurs diverses propriétés, dans la composition des arômes employés de manière fréquente aujourd'hui dans tous les produits alimentaires comme les plats cuisinés ou prêts à l'emploi (Porter, 2001).

❖ **En médecine et pharmacie :**

Depuis des milliers d'années, l'Homme utilise les huiles essentielles et plus généralement les plantes aromatiques pour se soigner. Aujourd'hui, les médecines dites naturelles rencontrent un succès grandissant auprès du public (Garneau, 2005).

Dans les médicaments, la fonction des huiles essentielles dépasse l'aromatisation et la production d'antiseptique. Le potentiel thérapeutique de ces composés montre leur bienfait dans le traitement du cancer, des problèmes cardiovasculaires, des infections bactériennes, virales, du diabète et dans la lutte contre le stress oxydatif (Edris, 2007). De même, les propriétés lipophiles des composés aromatiques permettent aux HE de pénétrer dans la peau, ce qui facilite l'administration des médicaments par voie transdermique (Edris, 2007).

❖ **En agriculture :**

Les pesticides naturels basés notamment sur les huiles essentielles, représentent une alternative intéressante pour la protection des cultures contre les insectes mais également contre les adventices et les champignons (Isman, 2000). Les propriétés phytosanitaires des diverses huiles essentielles et extraits des plantes sont rapportées. Parmi les différents axes étudiés, la famille des Lamiacées s'est montrée avoir des huiles essentielles ayant des effets répulsifs sur les diptères et les coléoptères. À titre d'exemple, l'huile essentielle de la menthe est efficace sur une large gamme d'insectes (*Tribolium castaneum*, *Sitophilus oryzae*, *Acanthoscelides obtectus*, etc.) (Kumar *et al.*, 2011).

# *Chapitre II*

## *Généralités sur l'encapsulation*

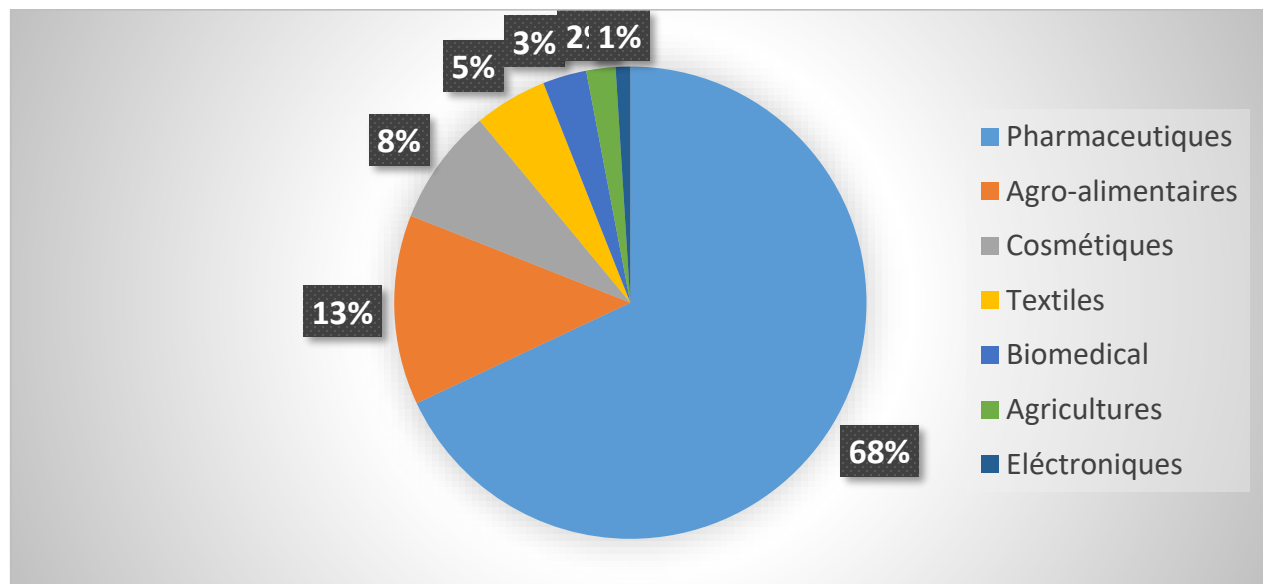
## II.1. Histoire de l'encapsulation :

Toute technique confondue, l'encapsulation permet l'emprisonnement de principes actifs sous formes solide, liquide ou gazeuse au sein d'un matériau support (Thies, 1987).

Le papier autocopiant fut le premier produit commercial généré par l'utilisation des microcapsules, développé par Green et Schleicher dans les années 50.

C'est dans les années 50 qu'ont été développés les premiers produits encapsulés, avec la fabrication du papier copie sans carbone, sur lequel était fixé des microcapsules contenant de l'encre. Sous l'effet d'une pression, les capsules s'ouvraient, libérant ainsi les actifs protégés. Aujourd'hui, les applications de l'encapsulation sont nombreuses et touchent des domaines tels que les industries chimiques, agro-alimentaires, pharmaceutiques, cosmétiques, nutraceutiques, l'agriculture, les textiles ou encore la peinture (Kerdudo, 2014).

En conclusion, il y a de nombreuses possibilités pour utiliser l'encapsulation comme technique d'obtention des produits à haute valeur ajoutée. La Figure 09 nous montre la répartition, en pourcentage, de l'utilisation de l'encapsulation dans différents domaines d'application. Il est clair que le secteur qui a le plus haut niveau des applications est celui des médicaments (68%), suivi du secteur alimentaire (13%) et la cosmétique (8%). Par contre le secteur de l'électronique (ex : textile intelligent) ne représente que 1% (Abdallaoui, 1990).



**Figure 09 :** Représentation schématique de la répartition de l'utilisation de l'encapsulation dans les différents domaines d'application (Abdallaoui, 2018).

## II.2. Intérêt de l'encapsulation :

Suivant les domaines et les applications, l'encapsulation a pour but d'assurer la protection, la compatibilité et la stabilisation d'une matière active dans une formulation. Elle permet d'améliorer la présentation d'un produit ou encore de masquer une odeur ou un goût. Enfin, l'encapsulation peut modifier et contrôler le profil de libération d'une substance active pour obtenir, par exemple, un effet prolongé ou déclenché (Akdim, 2017).

L'encapsulation a un bénéfice pour la modification des caractéristiques physiques du produit original afin de (Desai et Park, 2005) :

- Faciliter la manipulation.
- Aider à séparer les composants du mélange qui réagirait autrement entre eux.
- Fournir une concentration adéquate et une dispersion uniforme d'un agent actif.

D'une manière générale, l'encapsulation peut être considérée comme un moyen qui permet le piégeage d'un ou plusieurs objets au sein d'un matériau en vue de (Richard et Benoit, 2000) :

- Son immobilisation ;
- Sa protection ;
- Le contrôle de sa libération ;
- Sa structuration et ;
- Sa fonctionnalisation.

## II.3. Définition de l'encapsulation:

L'encapsulation peut être définie comme un processus qui permet de créer une barrière (une matrice ou un revêtement) sur un composant actif qui inhibe les interactions chimiques, et qui protège contre les effets des facteurs environnementaux (par exemple : température, pH, enzyme, et oxygène) ; et permet la libération contrôlée du composant actif sous certaines conditions (Sagis, 2015).

L'encapsulation est une technique qui consiste à piéger ou enrober une substance ou un mélange de substances spécifiques à l'aide de matériaux adaptés. Les substances à encapsuler peuvent être liquides, solides ou gazeuses. Ce sont souvent des principes actifs sensibles ou instables à certains facteurs environnementaux ayant une action ciblée (vectorisation), ou bien des substances dont on souhaite modifier l'état (transformation d'un liquide en solide par exemple) (Kerdudo, 2014).

Dans le domaine d'encapsulation 2 types de particules peuvent être obtenues selon leurs tailles :

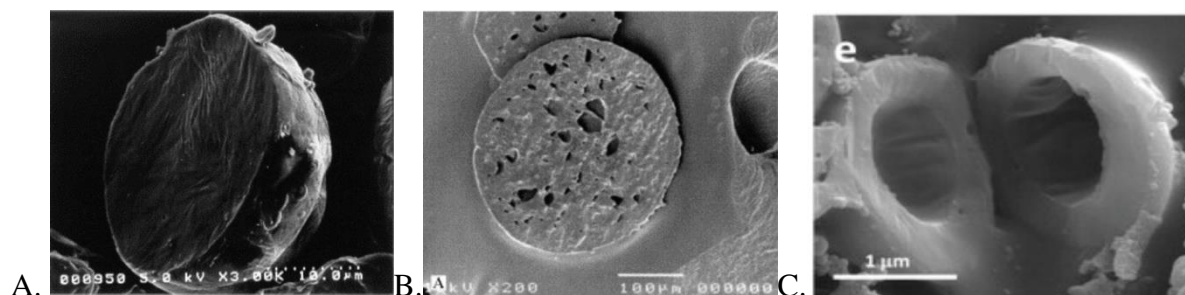
- ✓ Microparticules ;
- ✓ Nanoparticules.

D'après Benoit *et al.*, (2013) ; la taille des microparticules est comprise entre  $1\mu\text{m}$  et  $1000\mu\text{m}$ , Thies, (1987) a réduit l'intervalle de définition des microparticules de  $1\mu\text{m}$  à  $500\mu\text{m}$ . D'après ces intervalles, toutes les particules qui représente un diamètre inférieur à  $1\mu\text{m}$  sont considérées comme des nanoparticules.

Donc les nanoparticules sont de l'ordre de nanomètre.

Les matériaux enrobant, quant à eux, sont essentiellement des polymères d'origine naturelle ou synthétique, ou des lipides, mais parfois également d'autres molécules. Les particules obtenues présentent deux types de morphologie :

- Soit une capsule (système réservoir), c'est-à-dire une particule réservoir constituée d'un cœur de matière active liquide (plus ou moins visqueux) ou solide, entouré d'une paroi solide continue de matériau enrobant ;
- Soit une sphère (système matriciel), c'est-à-dire une particule constituée d'un réseau polymérique ou lipidique continu formant une matrice dans laquelle se trouve finement dispersée la matière active à l'état de molécules, de fines particules solides, ou encore de gouttelettes de solution (Kerdudo, 2014).



**Figure 10 :** Images obtenues par un microscope électronique à balayage représentant : A. microsphère dans laquelle le principe actif est dissout dans le matériau enrobant (Jeong *et al.*, 2003) ; B. microsphère dans laquelle le principe actif est dispersé dans le matériau enrobant (Yang *et al.*, 2001) ; C. microcapsule (Sanna *et al.*, 2015).

## II.4. Matériaux utilisés pour l'encapsulation :

Les matériaux utilisés pour la conception de la coque de protection des encapsulés doivent être de qualité alimentaire, biodégradables et capables de former une barrière entre la phase interne et son environnement. La majorité des matériaux utilisés pour l'encapsulation dans le secteur alimentaire sont des biomolécules. Les critères les plus importants pour la sélection d'un matériau d'encapsulation sont les fonctionnalités que l'encapsulation devrait fournir au produit final, les restrictions potentielles pour le matériau de revêtement, la concentration des encapsulés, les types de libération, les exigences de coût (Nedovic *et al.*, 2011).

Il est impossible de numéroter tous les critères pour sélectionner un matériau approprié pour l'encapsulation. Bien sûr, le type d'un actif, ses caractéristiques et une application pour laquelle les encapsulés vont être utilisés sont les premiers sur la liste. Hormis cela, la contrainte liée aux coûts reste un facteur clé pour choisir les matériaux les plus appropriés (Wandrey *et al.*, 2009).

Les paragraphes suivants représentent une variété de matériaux de qualité alimentaire à base de polysaccharides, de protéines et de lipides qui sont appropriés pour l'encapsulation de composés bioactifs (Nedovic *et al.*, 2011) :

Parmi tous les matériaux, les polysaccharides sont les plus utilisés pour l'encapsulation dans les applications alimentaires ;

- L'amidon et leurs dérivés : amylose, amylopectine, dextrines, maltodextrines, polydextrose, sirops et cellulose et leurs dérivés sont couramment utilisés ;
- Les exsudats et extraits de plantes : gomme arabique, gomme tragacathe, gomme karaya, gomme mesquite, galactomannanes, pectines et les polysaccharides de soja solubles sont également employés.
- Les extraits marins : tels que les carraghénanes et l'alginate sont également présents dans les aliments.
- Les polysaccharides microbiens et animaux : tels que le dextrane, chitosane, xanthane et le gellane sont également employés.

Outre les polysaccharides naturels et modifiés, les protéines et les lipides conviennent également pour l'encapsulation.

- Les caséines, la gélatine et le gluten sont des exemples des protéines du lait et du lactosérum les plus courantes.

Parmi les matières lipidiques adaptées aux applications alimentaires, il y a :

- Les acides gras et les alcools gras, les cires (cire d'abeille, cire de carnauba, cire de candellia), les glycérides et les phospholipides. En plus de ceux qui précèdent, d'autres matériaux sont utilisés tels que la paraffine, les matériaux inorganiques...etc (Nedovic *et al.*, 2011)

## II.5. Procédés d'encapsulation :

Il n'existe pas de système universel d'encapsulation pour une substance active donnée. En effet, lorsque l'actif à protéger est un complexe de molécules, tels que les extraits naturels, les contraintes et les difficultés de développements sont importantes. Les différences entre les composés (hydrophilie/hydrophobicité, différences de masses moléculaires, fonctions chimiques diverses, etc.) vont conduire à des différences d'interaction avec le ou les matériaux de recouvrement, entraînant par exemple des rendements d'encapsulation variables (Akdim, 2017).

Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour favoriser l'encapsulation des composés bioactifs. Le choix de la méthode d'encapsulation la plus appropriée dépend essentiellement du type de matériau de base et des caractéristiques du produit final où l'encapsulation sera appliquée. De plus le choix de matériau de la paroi de la capsule a une grande influence sur les propriétés de la substance encapsulée, particulièrement sur l'efficacité d'encapsulation, et devrait être considéré soigneusement (Dias *et al.*, 2017).

Il est, cependant, Impossible d'avoir une technique d'encapsulation qui s'adapte à toutes les molécules car chaque molécule présente des propriétés complètement différentes [consistance (liquide, solide), stabilité, état physique, solubilité, point de fusion...].

Il existe plusieurs manières de classer les procédés industriels d'encapsulation suivant différents critères (Richard et Benoit, 2000) :

- ✓ L'utilisation ou non de solvant organique,
- ✓ La nature du milieu dispersant : liquide, gazeux ou à l'état supercritique,
- ✓ L'utilisation de polymères préformés, de lipides ou de monomères,
- ✓ Le procédé utilisé pour réaliser la microencapsulation.

Cette dernière manière de classer les procédés industriels est la plus couramment utilisée, donc on distingue 3 groupes de procédés (Bile, 2015) :

- ✓ **Les procédés mécaniques** : sont basés sur le séchage ou la solidification de gouttelettes contenant tous les constituants de la future particule.
- ✓ **Les procédés chimiques** : sont caractérisés par un déclenchement simultané de la synthèse de la membrane (ou de la matrice) et de l'encapsulation du principe actif. Les procédés chimiques n'utilisent donc pas de matrices enrobantes préformées.
- ✓ **Les procédés physico-chimiques** : sont dépendants : -1- de la solubilité des agents enrobant sous l'effet de variations des conditions physiques (température, pH, ajout d'un non solvant ou d'un polymère incompatible...), -2- de changements d'état (fusion et solidification) des agents enrobants.

Le tableau ci-dessous représente un récapitulatif des différentes techniques d'encapsulation selon la dernière classification présentée précédemment.

**Tableau II.1** : Classification des techniques d'encapsulation selon la nature du procédé (d'après Theron, 2009) :

Type de procédé	Mode d'encapsulation	Gamme de tailles de microcapsules obtenues	Types de produits obtenus
<b>Procédés physicochimiques</b>	Séparation de phases ou	2 – 1200 $\mu\text{m}$	Microcapsules
	Coacervation (simple ou complexe)		Microsphères
	Evaporation – extraction de solvant	0,5 – 200 $\mu\text{m}$	Microsphères
	Gélification thermique d'émulsions (hot melt)	/	Microsphères
<b>Procédés chimiques</b>	Polycondensation	2 – 2000 $\mu\text{m}$	Microcapsules



	Interfaciale		
	Polymérisation interfaciale	2-2000 $\mu\text{m}$	Microcapsules
	Polymérisation en milieu / dispersé par voie radicalaire ou anionique		Microsphères
<b>Procédés Mécaniques</b>	Nébulisation/séchage par atomisation (spray drying)	1 – 200 $\mu\text{m}$	Microsphères
	Gélification ou congélation de gouttes (prilling)	200 – 800 $\mu\text{m}$	Microsphères
	Enrobage en lit fluidisé (spray-coating)	35 – 5000 $\mu\text{m}$	Microcapsules
	Extrusion	$\geq 200 \mu\text{m}$	Microsphères

### II.5.1. Procédés mécaniques :

#### II.5.1.1. Spray drying :

Le procédé de nébulisation/séchage par pulvérisation est un procédé continu en une seule étape qui permet de transformer une formulation liquide initiale en une forme microparticulaires sèche. La formulation liquide initiale peut être constituée (Boukhouya, 2019) :

- Soit d'une solution de matière active et de matériau enrobant ;
- Soit d'une dispersion de particules solides de matière active dans une solution ou une émulsion de matériau enrobant ;
- Soit encore d'une émulsion de matière active dans une solution de matériau enrobant.

Le séchage par pulvérisation (atomisation ou nébulisation) est la technique la plus largement mise en œuvre pour la microencapsulation des composés bioactifs. Il s'agit d'un processus simple, rapide et peu coûteux. Les principes de base de cette technique sont l'atomisation de l'alimentation liquide dans la chambre de séchage sous forme de minuscules

gouttelettes contenant des composés bioactifs, l'apport d'air chaud dans la chambre de séchage induit à la formation de microcapsules sphériques et la séparation de ces microcapsules par récupération cyclonique (Nesterenko *et al.*, 2013, Raychaudhuri et Chakraborty, 2016, Shishir et Chen, 2017).

Les matériaux les plus couramment utilisés dans l'encapsulation par la technique du spray drying sont les protéines, telles que les protéines laitières et les isolats de protéines végétales, et les polysaccharides tels que la gomme arabique, les maltodextrines, l'amidon modifié, l'inuline et la gomme de cajou (Dias *et al.*, 2017).

#### **II.5.1.2. Gélification ou congélation de gouttes (Prilling) :**

Le principe de la technologie du spray cooling est similaire au principe du spray drying, ceci près qu'il ne s'agit pas de séchage sous air chaud mais de refroidissement rapide de gouttelettes constituées d'une cire à haut point de fusion. Le principe est donc basé sur la solidification des cires (De Vos *et al.*, 2010).

La matrice d'encapsulation doit avoir un point de fusion très supérieur à la température de l'air de refroidissement ainsi qu'un pic de solidification le plus fin possible. L'actif peut être solide ou liquide, hydrophobe ou hydrophile. Les microsphères obtenues ont une granulométrie qui varie de 100 à 400  $\mu\text{m}$ , avec un taux d'encapsulation pouvant atteindre 40 à 60 % (kerdudo, 2014).

#### **II.5.1.3. Enrobage en lit fluidisé (spray coating) :**

Le procédé d'enrobage en lit fluidisé est une technologie qui s'applique exclusivement sur des particules solides (granulées, cristaux) par enrobage en couche uniforme (Gouin, 2004)

Egalement, des matières actives liquides peuvent être encapsulées après absorption par des supports particuliers poreux.

Ce procédé comprend une séquence cyclique qui se décompose en 3 temps :

- ✓ Fluidisation de la poudre de particules ;
- ✓ Pulvérisation du matériau d'enrobage sur les particules ;
- ✓ Séchage de l'enrobage.

#### **II.5.1.4. Extrusion :**

L'encapsulation par extrusion est utilisée quasi exclusivement pour des substances volatiles et instables telles que des arômes dans des matrices d'hydrate de carbone à l'état vitreux (Gouin, 2004., Madene *et al.*, 2006).

La méthode d'extrusion consiste à déposer des gouttelettes d'une solution aqueuse de polymère (le plus souvent c'est de l'alginate de sodium) et l'active dans un bain gélifiant (dans le cas de l'alginate, le bain gélifiant est une solution de chlorure de calcium) (Nedovic *et al.*, 2011).

L'extrusion est une technique douce et pratique, qui offre une encapsulation réussie d'une grande variété de composés, y compris des composés hydrophiles ou hydrophobes avec une longue durée de conservation (Shishir *et al.*, 2018).

## **II.5.2. Procédés chimiques :**

### **II.5.2.1. Polycondensation Interfaciale :**

La polycondensation interfaciale s'applique à des solutions de matières actives, aussi bien organiques qu'aqueuses, ou à des matières actives liquides. Cette méthode met en jeu 2 monomères ayant des groupes fonctionnels complémentaires (A et B), chacun soluble dans une des phases d'un système diphasique. L'encapsulation de principes actifs peut être réalisée par cette méthode via un protocole en deux étapes. Dans un premier temps une émulsion est préparée, la phase dispersée contenant l'espèce à encapsuler ainsi qu'un monomère. Puis cette émulsion est diluée afin d'apporter le second monomère en phase continue. La réaction démarre alors à l'interface des gouttelettes. On obtient en fin de réaction une membrane à l'interface des gouttelettes qui renferment l'espèce à encapsuler (Boukhouya, 2019).

La taille des microcapsules obtenues par polycondensation interfaciale est comprise entre environ 0,5  $\mu\text{m}$  et 100  $\mu\text{m}$  selon la taille initiale des gouttelettes d'émulsion (Richard et Benoit, 2000).

### **II.5.2.2. Polymérisation :**

La polymérisation est une technique d'encapsulation à l'aide de monomères ; Deux monomères réactifs sont dissous séparément dans des solvants immiscibles et mélangés afin de former une émulsion H/E (huile dans eau) ou E/H (eau dans huile). Les monomères peuvent alors réagir à l'interface huile/eau formant une membrane polymérique (Yeo *et al.*, 2001, Whateley, 1996).

## **II.5.3. Procédés physicochimiques :**

### **II.5.3.1. Coacervation :**

La coacervation est une technique d'encapsulation simple et l'une des plus appliquées. Elle comporte trois phases principales (Shishir *et al.*, 2018) :

- Premièrement** : développement de phases non miscibles pendant le mélange pour le matériau de base, le matériau de revêtement et la phase liquide continue ;
- Deuxièmement** : formation d'une couche d'encapsulation autour du composé actif en maintenant plusieurs paramètres, y compris le pH, la force ionique, la concentration du matériau de revêtement, le poids moléculaire et la température de la solution ;
- Finalement** : la solidification des capsules par des techniques de chauffage, de désolvation ou de réticulation.

La coacervation correspond donc à un phénomène de désolvation de macromolécules conduisant à une séparation de phases au sein d'une solution. A l'issue de ce phénomène, deux phases se présente dans le milieu, le coacervat (riche en polymère et pauvre en solvant), et le surnageant.

Selon le nombre de biopolymères utilisés dans le procédé de la coacervation on distingue la coacervation simple (un seul biopolymère), et la coacervation complexe (deux biopolymères ou plus).

### **II.5.3.2. Evaporation – extraction de solvant :**

La méthode d'évaporation et d'extraction de solvant est très utilisée pour préparer des microsphères chargées d'actifs variés et est basée sur l'emploi d'émulsion simple ou double selon le caractère hydrophile ou hydrophobe du principe actif (Yeo *et al.*, 2001).

La microencapsulation par évaporation de solvant fait intervenir (Bile, 2015) :

- Une phase organique contenant le polymère, le solvant ainsi que le principe actif à encapsuler qui est dissout ou dispersé ;
- Une phase aqueuse contenant un agent stabilisant ;
- Un système d'agitation plus ou moins cisailant ;
- Un système d'évaporation à pression et température ambiantes ou à pression réduite.

### **II.5.3.3. Gélification thermique d'émulsions (hot melt) :**

Ce procédé, encore appelé hot melt, repose sur la fusion du matériau d'enrobage. La matière active à encapsuler est dissoute ou dispersée dans ce matériau fondu. L'ensemble est émulsionné dans une phase dispersante, dont la température est maintenue supérieure à la

température de fusion de l'enrobage et pour laquelle la matière active n'a aucune affinité: il s'agit d'eau distillée lorsque la substance à encapsuler est lipophile, et d'huile de silicone, par exemple, lorsqu'elle est hydrosoluble. La solidification des globules dispersés est obtenue en refroidissant brutalement le milieu (Boukhouya, 2019).

Comme de nombreuses substances actives sont thermolabiles, les matériaux supports généralement utilisés dans ce procédé de microencapsulation sont des lipides de bas point de fusion. Les particules obtenues sont ici des microsphères d'une taille pouvant aller généralement de 30 à 300  $\mu\text{m}$  (Boukhouya, 2019).

Toutes les méthodes d'encapsulation comme celle citée précédemment commencent par la formation d'une dispersion (émulsion ou suspension).

Le terme émulsion désigne un système comprenant au moins deux liquides non miscibles, dont l'un est dispersé dans l'autre, sous une forme plus ou moins stable. La stabilité de tels systèmes peut être améliorée grâce à l'ajout d'additifs tels que les tensioactifs (Theron, 2009).

#### **II.5.3.4. Emulsification :**

L'émulsification est un processus de transformation de deux liquides non miscibles en une émulsion par homogénéisation, qui comprend deux approches principales, une émulsion simple (l'huile dans l'eau et l'eau dans l'huile), et une double émulsion (l'eau dans l'huile dans l'eau et l'huile dans l'eau dans l'huile). L'émulsification convient à l'encapsulation des composés hydrophiles et hydrophobes (Shishir *et al.*, 2018).

# *Chapitre III*

*Méthodes d'encapsulation des  
composés phénoliques et des  
huiles essentielles*

### **III.1. Introduction :**

L'encapsulation des substances bioactives est un sujet d'actualité, notamment lorsque ces molécules sont fragiles comme les huiles essentielles, et les composés phénoliques.

Souvent, l'encapsulation est utilisée pour protéger ces molécules des stress engendrés lors du procédé de fabrication ou encore lors du stockage (Risch, 1995).

L'encapsulation permet de transformer un liquide en solide, de masquer une odeur ou un goût désagréable, de protéger des substances sensibles des effets délétères de l'environnement extérieur, ainsi que d'obtenir une libération contrôlée et ciblée des principes actifs (Gouin, 2004). Les composés phénoliques sont une des principales classes de métabolites secondaires des plantes. Ces métabolites secondaires ont un rôle antioxydant protecteur pour les végétaux contre les agressions de l'environnement (température, lumière) ou de pathogènes. Les polyphénols sont les antioxydants naturels les plus abondants dans notre alimentation, ils sont principalement apportés par les fruits et légumes, le thé, le café et le vin (Mehinagic *et al.*, 2011).

Un grand nombre de composés phénoliques d'origine naturelle sont intéressants, mais dans leur forme libre, ils peuvent montrer une solubilité dans l'eau limitée. De plus, de nombreux polyphénols ont un goût désagréable qui doit être masqué avant leur incorporation dans les aliments ou les médicaments oraux. Par conséquent, l'administration de ces composés nécessite la formulation d'un produit protecteur fini capable de maintenir l'intégrité structurale du polyphénol jusqu'à la consommation ou l'administration, masquer son goût, augmenter sa solubilité dans l'eau et sa biodisponibilité, et le transporter précisément vers une cible physiologique (Munin et Edwards., 2011).

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes de composés volatils caractérisés par une forte odeur, elles sont formées dans les plantes aromatiques en tant que métabolites secondaires. Les huiles essentielles peuvent être considérées comme des substituants appropriés aux additifs chimiques destinés à l'industrie alimentaire. La composition des huiles essentielles peut être modifiée à la suite de l'oxydation, des interactions chimiques, ou de la volatilisation (Abdallaoui, 2018).

Donc, il est nécessaire de réduire la volatilité et empêcher l'oxydation des huiles essentielles de manière à obtenir une longue durée de conservation, afin de prolonger leurs applications.

C'est pour cela, l'encapsulation des polyphénols et des huiles essentielles est un moyen de

stabilisation intéressant et nécessaire pour leurs utilisations et administrations.

### **III. 2. Procédés d'encapsulation :**

Plusieurs techniques sont décrites dans la littérature pour encapsuler des substances bioactives, notamment plusieurs sont les expériences réalisées pour encapsuler des composés phénoliques et des huiles essentielles. Dans les paragraphes qui suivent, des procédés d'encapsulation les plus utilisés sont décrit.

#### **III.2.1. Procédés basés sur le séchage :**

Les techniques d'encapsulation sont souvent basées sur des processus des séchages en raison de la nature liquide des extraits qui contiennent les composés bioactifs. Le séchage par atomisation, lit fluidisé, lyophilisation...etc. parmi ceux-ci technologies, le séchage par atomisation est l'une des plus utilisées pour l'industrie alimentaire en raison de son faible coût et la flexibilité, ainsi que la lyophilisation, qui est très appropriée pour le séchage des composés thermosensibles car il conserve presque intacte les propriétés fonctionnelles initiales de ces composants. Cependant, le séchage et le matériau utilisé comme revêtement affectent généralement la capacité de rétention des composés dans la matrice. Par conséquent, il est très important de bien sélectionner les deux, le revêtement et la technique d'encapsulation, afin de maximiser l'incorporation et la rétention des composés fonctionnels dans la matrice d'encapsulation. La maltodextrine, par exemple, est un polysaccharide relativement peu coûteux avec un goût et un arôme neutre et qui agit comme un protecteur de saveurs. La gomme arabique est aussi un polysaccharide couramment utilisé dans les processus d'encapsulation en raison de sa bonne émulsification et sa capacité filmogène. Plusieurs chercheurs ont étudié l'utilisation de ces deux revêtements-non mélangés et mélangés pour encapsuler des composés bioactifs tels que les huiles essentielles, les anthocyanes, extraits phénoliques de marc de cerise, entre autres, la capacité de rétention est fortement dépendante du type de composé phénolique encapsulé et de la composition de revêtement (Ballesteros *et al.*, 2017).

##### **III.2.1.1. Séchage par atomisation (spray drying) :**

Le procédé d'atomisation (ou spray drying) est un procédé mécanique de déshydratation qui induit la transformation de préparations liquides en poudres sèches.

Différentes formes liquides initiales peuvent permettre la micro-encapsulation de la matière active par atomisation (Benyahia et Hadbi., 2016) :



- L'émulsion – la matière active est émulsionnée dans une solution contenant le matériau enrobant ;
- La solution – la matière active et le matériau enrobant sont solubilisés dans le même solvant ;
- La dispersion – des particules solides de matière active sont dispersées dans la solution de matière enrobante.

Le séchage par atomisation est une méthode de séchage très rapide en raison de la très grande surface créée par l'atomisation de la charge liquide. Il s'agit d'une méthode en une seule étape et le processus peut être conduit en continu. Cette technique fait intervenir un appareil spécifique (figure 11), permettant la formation de particules à partir d'une dispersion de composé actif dans une solution d'agent de revêtement. Premièrement, une formulation liquide contenant un agent d'enrobage et l'ingrédient actif dans un solvant est atomisée en gouttelettes via soit une buse utilisant un gaz comprimé pour atomiser l'alimentation liquide, ou un atomiseur rotatif utilisant une roue tournante à grande vitesse. Ensuite, un gaz de procédé chauffé (air ou azote) est mis en contact avec la charge atomisée à l'aide d'un disperseur de gaz, conduisant à l'évaporation du solvant. Lorsque le liquide s'évapore rapidement de la gouttelette, une particule se forme et tombe au fond de la chambre. La poudre est récupérée des gaz d'échappement à l'aide d'un cyclone ou d'un filtre à manches. Les matériaux de mur les plus courants sont la gomme arabique, maltodextrine et amidon modifié. Les particules résultantes sont plus ou moins sphériques, avec une taille de distribution entre 10 et 100 micromètres (Munin et Edwards., 2011).

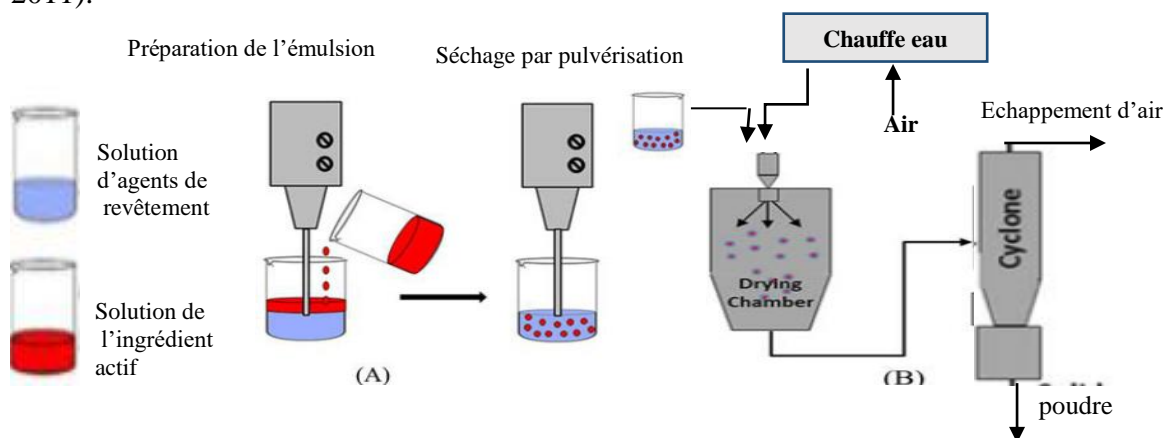


Figure 11 : Schéma représentant la préparation d'émulsion (A) et l'appareil de séchage par atomisation (B) (Drosou *et al.*, 2017).

### **III.2.1.2. Lyophilisation (freeze drying) :**

La lyophilisation est connue aussi sous le nom de cryodessiccation et de séchage à froid. La lyophilisation, est l'un des procédés les plus utiles pour l'encapsulation des molécules thermosensibles et instables dans les solutions aqueuses. C'est une opération de déshydratation à basse température qui consiste à éliminer par sublimation, la majeure partie de l'eau contenue dans un produit initialement congelé. Ainsi, l'eau incluse dans le produit passe directement de l'état solide à l'état gazeux (Madene, 2006).

Donc, La lyophilisation consiste en l'élimination progressive de l'eau du produit préalablement congelé (phase solide) par passage à la phase vapeur, sans passer par la phase liquide. Ce changement d'état s'appelle la sublimation (Mellahi et Soualmi., 2015).

On distingue trois phases majeures dans un cycle de lyophilisation (Mellahi et Soualmi., 2015 ; Madene, 2006) :

- **La congélation**, où les produits sont réfrigérés à des températures de l'ordre de -20 °C à -80 °C. L'eau se transforme alors en glace ;
- **La dessiccation primaire** sous vide, qui consiste à sublimer la glace libre (interstitielle), donc sans effet d'ébullition (pas d'eau en phase liquide), qui conduit à l'élimination de 85 à 90 % de l'eau d'un produit ;
- **La dessiccation secondaire**, qui permet d'extraire par désorption les molécules piégées à la surface des produits séchés, qui conduit à l'élimination des 10% d'eau liée restants et, en fin de processus, l'obtention d'un produit faible en teneur en eau.

### **III.2.2. La coacervation (séparation de phase) :**

Il s'agit d'un mécanisme de séparation de phases qui se produit dans les solutions de polymères et mettant en jeu la formation de micro domaines riches en polymères (coacervats) coexistant avec une phase continue pauvre en polymères (Quellet, 2016).

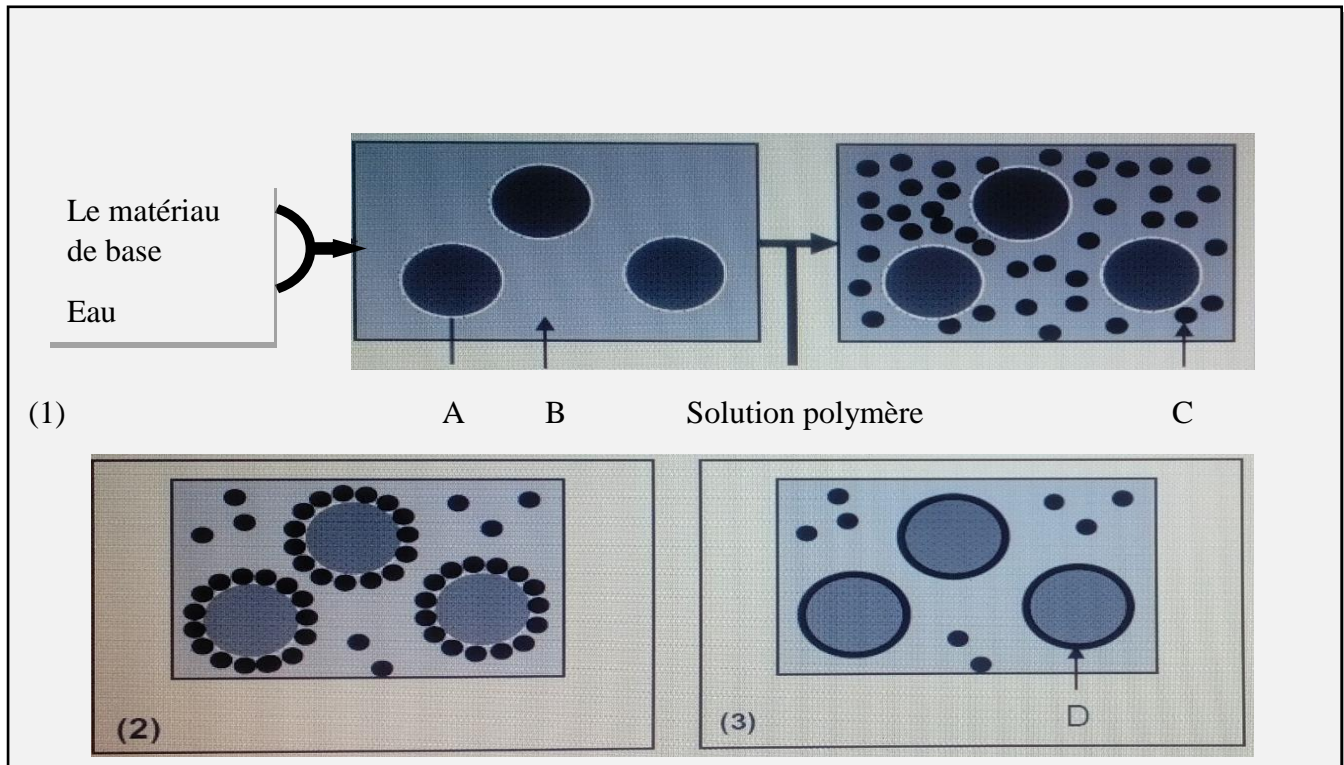
Dans certaines conditions, la phase coacervat forme une couche continue qui enrobe le matériau à encapsuler. Les microparticules formées peuvent être collectées par centrifugation ou filtration, puis lavées avec le solvant approprié, séchées et durcies par des techniques thermiques, de réticulation ou de désolvation (Peng *et al.*, 2014).

Par conséquent, la coacervation est un processus en trois étapes :

- Formation d'une émulsion huile-dans-eau (h / p) (le composé actif est dispersé dans la

phase aqueuse et le polymère est dissous dans la phase organique) ;

- Dépôt du revêtement polymère liquide sur le matériau de noyau et
- Stabilisation et durcissement du matériau de revêtement pour former des microcapsules auto-entretenues (Figure 12) (Lazko et al., 2004).



**Figure 12** : Schéma générique du procédé de microencapsulation par coacervation : (1) formation d'une émulsion huile-dans-eau (h / e) [le matériau de base (A) est dispersé dans l'eau (B) et le polymère (C) est dissous dans la phase organique]; (2) dépôt du revêtement polymère liquide sur le matériau de noyau; et (3) durcir le matériau de revêtement pour former des microcapsules auto-entretenues (D) (Lamprecht et Bodmeier., 2012).

La coacervation en phase aqueuse peut être divisée en simple ou complexe. La simple coacervation est induite par un changement de conditions qui provoque la désolvatation du matériau de la paroi (Madene et al., 2006).

La coacervation complexe est induite en créant des forces électrostatiques entre les macromolécules des matériaux de la coque. La coacervation complexe est le résultat de la

neutralisation mutuelle de deux polymères de charge opposée (Santos *et al.*, 2014). Parmi les facteurs qui affectent la taille des microcapsules, on trouve la vitesse d'agitation, la viscosité des phases aqueuse et organique, la concentration et le type de tensioactif (s'il est ajouté), la configuration du récipient et de l'agitateur et le profil de température pendant la production (Ach *et al.*, 2015 ; Dong *et al.*, 2011).

Sutaphanit et Chitprasert, (2014) ont microencapsulé l'huile essentielle de basilic sacré dans la matrice de gélatine par simple coacervation par réticulation au glutaraldéhyde. Le rendement et l'efficacité de la microencapsulation obtenues pour les conditions opérationnelles optimales testées étaient respectivement d'environ 99% et 95% (Lv *et al.*, 2012) et l'huile de jasmin microencapsulée par coacervation complexe avec de la gélatine / gomme arabique, protéine de soja. L'efficacité de microencapsulation obtenue variait de 76% à 81% (Lv *et al.*, 2012).

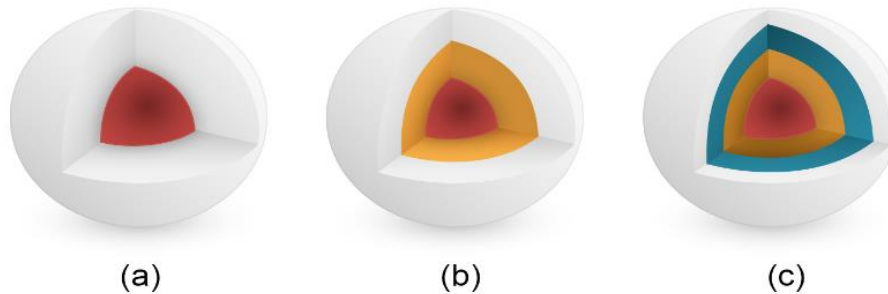
Cette technique permet une efficacité d'encapsulation élevée et un contrôle efficace de la taille des particules. De plus, il peut fournir une protection contre les réactions de dégradation, empêcher la perte d'ingrédients aromatiques volatils, contrôler la libération et améliorer la stabilité de l'arôme et des matériaux du noyau HE (Xiao *et al.*, 2014).

Cependant, le problème le plus courant est l'agglomération des microcapsules (Lam et Gambari, 2014). C'est aussi opérationnellement complexe, nécessitant un contrôle minutieux des conditions expérimentales et coûteux (Estevinho *et al.*, 2013). Dans certains cas, la stabilisation des microcapsules en utilisant des températures élevées, des pH extrêmes ou des agents de réticulation est nécessaire, ce qui limite l'encapsulation chimiquement et des matériaux thermolabiles tels que des protéines et des polypeptides. D'autres limitations sont l'évaporation des substances volatiles (par exemple les arômes et les huiles essentielles) pendant le traitement, la dissolution du composé actif dans le solvant de traitement et l'oxydation du produit (Madene *et al.*, 2006).

### **III.2.3. Encapsulation par émulsion double (émulsion E/H/E) :**

Les émulsions sont une dispersion hétérogène de deux liquides non miscibles, l'un des liquides étant dispersé sous forme de petites gouttelettes sphériques dans l'autre. Les émulsions peuvent être classées comme des dispersions biphasiques, des émulsions simples, telles que l'huile dans l'eau (H / E) ou l'eau dans l'huile (E / H) ou des dispersions multiphasiques complexes connues sous le nom d'émulsions multiples. Les émulsions multiples peuvent être divisées en

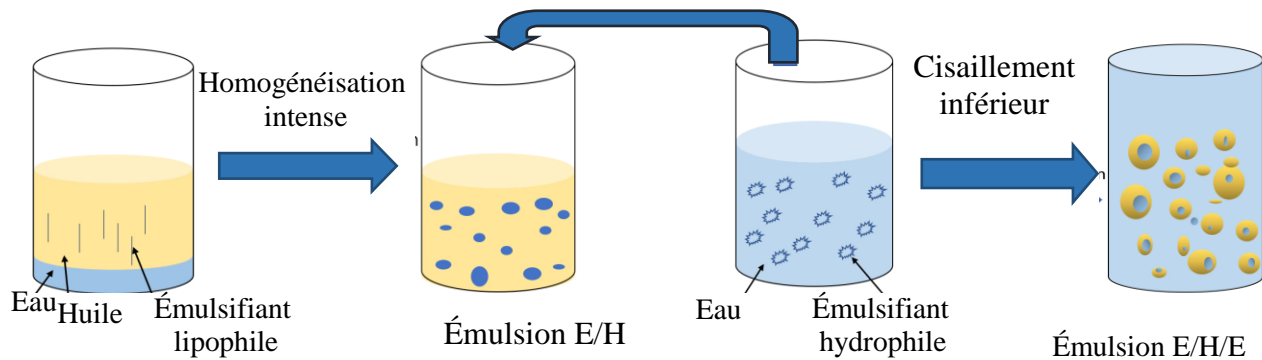
quatre types : mono-noyau, multi-noyaux, Janus et compartiments multiples. L'émulsion à noyau unique en fonction du nombre de phases (deux, trois, quatre et cinq phases) peut être divisée en gouttes double, triple quadruple et quintuple (Figure 13) (Vladisavljević *et al.*, 2017). Double émulsion ou « Émulsions d'émulsion » est une émulsion dans laquelle l'émulsion primaire est ensuite dispersée dans un autre liquide (phase continue) (Benichou *et al.*, 2004).



**Figure 13 :** Types d'émulsions à un noyau ; a) double émulsion b) triple émulsion c) quadruple émulsion (Vladisavljević *et al.*, 2017).

Traditionnellement, les émulsions doubles sont préparées de deux manières, par une émulsification en une seule étape ou par une procédure d'émulsification en deux étapes. La méthode en une étape consiste à chauffer une émulsion composée d'un émulsifiant non ionique, ou d'un mélange de différents émulsifiants, ce qui conduit à une inversion de phase et à la formation d'une émulsion multiple (Lamba *et al.*, 2015).

Le plus souvent, les émulsions doubles sont formulées par un procédé d'émulsification en deux étapes. Dans la première étape, l'émulsion dite interne (E / H) est formée en utilisant un émulsifiant lipophile sous homogénéisation intense. Dans l'étape suivante, l'émulsion E /H primaire est dispersée dans une phase aqueuse (externe) à l'aide d'un émulsifiant hydrophile sous un cisaillement inférieur (Akhtar *et al.*, 2014).



**Figure 14 :** Processus de préparation en deux étapes avec double émulsion E / H / E.

Diverses méthodes peuvent être employées pour la formation d'émulsions doubles, telles que les homogénéisateurs haute pression, l'homogénéisation rotor-stator, l'émulsification par ultrasons, l'émulsification micro fluïdique et l'émulsification membranaire (Vander Graaf *et al.*, 2005 ; Vladislavljević *et al.*, 2017).

Les équipements d'agitation, les broyeurs colloïdaux, les homogénéisateurs et les ultrasons sont appliqués industriellement mais en raison de la contrainte de cisaillement élevée qui est produite dans ces systèmes, il n'est pas facile de contrôler la taille moyenne des gouttelettes d'émulsion et cela se traduit par un mauvais contrôle de la taille des gouttelettes. De plus, une contrainte de cisaillement élevée peut réduire la fonctionnalité des composés sensibles à la température et à la contrainte de cisaillement élevée (Berendsen, 2014).

Au cours des deux dernières décennies, de nouvelles techniques d'émulsification (émulsification des membranes, émulsification par microcanaux, impression jet d'encre et nombreux procédés micro fluïdiques) sont utilisées pour former des émulsions de taille de gouttelette uniforme. Dans ces techniques, la basse pression est utilisée pour disperser la phase interne à travers des microcanaux ou des pores membranaires en phase continue (Vladislavljević *et al.*, 2012).

**Tableau III.1.** Tableau représentant quelques techniques d'encapsulation avec leurs avantages et inconvénients.

Techniques	Avantages	Inconvénients	Rendement d'encapsulation	Référence
Séchage par atomisation	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Simple ;</li> <li>- Rapide ;</li> <li>-Economique ;</li> <li>-Facilement transposable et sans réactions chimiques</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Perte de matériel importante par adhérence aux parois de la chambre de séchage</li> <li>-Non applicable aux systèmes de viscosité trop élevée</li> <li>-Consommation d'énergie élevée à cause de l'évaporation de l'eau</li> </ul>	Jusqu'à 40-50 %	<p>(Gouin, 2004)</p> <p>(Yeo <i>et al.</i>, 2001)</p> <p>(Giunchedi <i>et al.</i>, 1995)</p>
Coacervation Complexe	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Distribution de taille étroite</li> <li>- Hauts rendements d'encapsulation</li> <li>- Conditions douces (absence de solvants organiques et</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Agents réticulant toxiques : glutaraldéhyde ou formaldéhyde</li> <li>- Gamme de pH limitée</li> </ul>	Environ 80 %	(Kerdudo, 2014)

	température ambiante)			
Coacervation simple	-Distribution de taille étroite  Pour l'ajout de non-solvant : absence de contact entre la phase continue et l'actif	Agglomération, utilisation de solvant dans certains cas	Variable (6-99 %)	(Kerdudo, 2014)
Lyophilisation	-protéger les matériaux de base sensibles à la chaleur,  -En plus de sa simplicité et sa facilité d'emploi	-consommation d'énergie élevée, -un temps de traitement long et les coûts de production élevés par rapport aux autres méthodes de séchage	Un rendement d'encapsulation plus élevé (99,79% ± 0,51) a été atteint pour l'huile d'olive	(Abdallaoui, 2018)



	<p>Petites gouttelettes</p> <p>Distribution granulométrique étroite Convient pour des microparticules polymériques biodégradables et non biodégradables, et une large gamme de matériaux de noyau liquides et solides.</p>	<p>Faible efficacité d'encapsulation</p> <p>Production de grande quantité</p> <p>solvant résiduel</p> <p>Méthode coûteuse</p>		<p>(Lam et Gambari., 2014).</p> <p>(Bansode, <i>et al.</i>, 2010)</p> <p>(McClements <i>et al.</i>, 2009).</p>
--	--	---	--	--

*Conclusion et  
perspectives*

Les composés phénolique et les huiles essentielles sont des métabolites secondaires des plantes, et présentent une combinaison unique d'activités chimiques, biologiques et physiologiques. Cependant, elles sont chimiquement instables et sensibles à la dégradation et ont une faible biodisponibilité, doivent être résolues afin de rendre ces composés plus aptes à répondre aux demandes croissantes en cosmétique, nutrition et santé.

L'encapsulation est l'une des techniques couramment utilisées. Et qui pourrait également être une réponse aux demandes des industries puisqu'est un moyen intéressant pour la production des produits bénéfiques pour la santé dans divers domaines afin d'offrir une protection significative contre des conditions drastiques telles que l'oxydation et la dégradation thermique et améliorer leurs stabilités chimiques, contribuant ainsi à augmenter la durée de conservation l'activité biologique et fonctionnelle, la libération contrôlée, les propriétés physicochimiques, également masquer une saveur, une odeur ou un goût indésirable et pour améliorer leurs biodisponibilité.

Les méthodes d'encapsulation de ces substances bioactives les plus utilisés sont le séchage par atomisation et la coacervation.

Les composées phénoliques et les huiles essentielles encapsulées ont été appliquées avec succès dans divers domaines telle que le domaine alimentaire, pharmaceutique, en textiles, et dans les produits antiparasitaires.

A la lumière de l'ensemble de ce travail théorique, en tenant compte de la problématique du sujet, il nous semble conséquent d'approfondir le présent travail par :

- ❖ Réalisation des essais sur l'encapsulation des substances bioactives dans un laboratoire de recherche bien équipé.
- ❖ Installation et adaptation des protocoles et procédés adéquats qui permettent de réaliser l'encapsulation dans ces conditions.
- ❖ Elargir l'étude d'encapsulation sur d'autres substances bioactives.

*Références  
bibliographiques*

## A

**Abdallaoui, R (2018).**La microencapsulation des huiles : Meilleure approche pour la valorisation des produits alimentaires?.thèse de doctorat en pharmacie.Université Mohammed V de Rabat. 70P.

**Ach, D., Brianc on, S., Broze, G., Puel, F., Rivoire, A., Galvan, J et Chevalier, Y (2015).**Formation of microcapsules by complexe coacervation. Can. J. Chem. Eng **93**: 183-191.

**Agati, G., Azzarello, E., Pollastri, S et Tattini, M (2012).**Flavonoids as antioxidants in plants: location and functional significance. Plant Science **196**: 67-76.

**Aizpurua-Olaizola, O., Navarro, P., Vallejo, A., Olivares, M., Etxebarria, N.,Usobiaga, A (2016).**Microencapsulation et stabilité au stockage des polyphénols de *Vitis vinifera* déchets de raisin. Food Chem **190** : 614 - 621.

**Akdim, L (2017).**Comparaison de méthodes d'absorption et d'encapsulation de l'huile essentielle de *Copaifera Officinalis L.* en vue d'une application en cosmétique. Travail de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme de master bioingénieur en Sciences agronomiques. Autorité académique de Gembloux Agro-Bio Tech, 54p.

**Akhlah, p., Singh., Sunil, K (2019).**Applications of tannins in industry, doi; 10.5772/intechopen.85984.

**Akhtar, M., Murray, BS, Afeisume, EI et Khew, SH (2014).**Encapsulation de flavonoïde en émulsion multiple à l'aide de la technologie du réacteur à disque rotatif, Hydrocolloïdes alimentaires **34** : 62–67.

## B

**Ballesteros, LF., Ramirez, MJ., Orrego, CE., Teixeira, JA et Mussatto, SI. (2017).**Encapsulation of antioxidant phenolic compounds extracted from spent coffee grounds by freeze-drying and spray-drying using different coating materials. Food Chemistry **237**: 623-631.

**Bakkali F., Averbeck S., Averbeck D., et Idaomar, M (2008).**Biological effects of essential oils. Food and Chemical Toxicology **46** : 446-475.

**Bakowska-Barczak, AM., Kolodziejczyk, PP (2011).**Polyphénols de cassis: leur stabilité au stockage et leur microencapsulation. Cultures et produits industriels **34 (2)** : 1301-1309.

**Bansode, SS., Banarjee, SK., Gaikwad, DD., Jadhav, SL et Thorat, RM (2010).**Microencapsulation: A review. Int. J. Pharm. Sci. Rev. Res **1**: 38 – 43.

**Baser, KHC., Buchbauer, G (2009).**Handbook of essential oils : science, technology and

applications. CRC Press. 1ère éd. 991p.

**Baser, KHC., Buchbauer, G (2010).** Handbook of essential oils: Science, Technology, and Applications. Ed. Taylor and Francis Group, LLC. United States of America. p: 994.cité dans (Bouguerra A., 2011-2012).

**Baudoux, D (1997).**« Aroma News ». Lettre d'information de N.A.R.D.: Natural Aromatherapy Research and Development, Belgique.

**Baudoux, D., Breda, M., Zhiri, A (2012).**Aromathérapie scientifique : Huiles essentielles chémotypées. 1e éd. Belgique : J.O.M, 98 pages.

**Benazzeddine, S (2010).**Effet insecticide de cinq huiles essentielles vis- à - vis de *Sitophilus oryzae* (Coleoptera; Curculionidae) et *Tribolium confusum* (Coleoptera; Curculionidae). Ecole nationale supérieure agronomique El- Harrach d'Alger, Memoire Online.

**Benichou, A., Aserin, A et Garti, N (2004).**Double émulsions stabilisées avec des hybrides de polymères naturels pour piégeage et libération lente de matières actives, Progrès de la science des colloïdes et des interfaces **108-109** : 29–41.

**Benoit, JP., Richard, J., Venier-Julienne, MC (2003).**Microencapsulation. Techniques de l'ingénieur, J **2210** : 1–22.

**Benyahia, H., Hadbi, F (2016).**Microencapsulation de la poudre de l'écorce de grenade (PEG) par coacervation complexe (pectine/caséine): Essai d'incorporation dans le yaourt. Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de master en Génie des Procédés. Université M'hamed Bougara Boumerdes, 54p.

**Berendsen, R (2014).**Encapsulation des procyanidines en double les émulsions stabilisées par des complexes protéine-polysaccharide, doctorat Thèse, Université Rovira i Virgili.

**Berthier, A (1980).**Epices-aromates leurs huiles essentielles et oléorésines. parfums, cosmétiques, arômes **34** : 39-44.

**Besombes, C (2008).**"Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydro thermomécanique d'herbes aromatiques : Applications généralisées", Thèse dedoctorat, Génie des procédés industriels, Université de la rochelle (France).

**Bile, J (2015).**Microencapsulation d'agent antimicrobien pour le développement de conditionnements primaires fonctionnalisés. Thèse de doctorat en Chimie théorique et/ou physique. Université Claude Bernard - Lyon I, 243.

**Boukhouya, I (2019).**Elaboration de microparticules chargées d'Amoxicilline et de Théophylline à partir de polymères biodégradables ; Etude cinétique de leur libération. Thèse de doctorat en Chimie. Université Djillali Liabes de Sidi Bel-abbes, 212p.

**Bonnafous, C (2013).**Traité scientifique Aromathérapie – Aromatologie et aromachologie

(Dangles ed.).

**Boros, B., Jakabova, S., Dornyei, A., Horvath, G., Pluhar, Z., Kilar, F., Felinger, A (2010).** Determination of polyphenolic compounds by liquid chromatography–mass spectrometry in *Thymus* species. *Journal of Chromatography A* **1217**: 7972–7980.

**Brud, WS (2010).** Industrial uses of essential oils. *Handbook of Essential Oils: Science: Technology, and Applications*. Can Başer K. H. et Buchbauer G. Florida: USA, CRC Press: 843–853.

**Bruneton, J (1999).** Terpènes et stéroïdes. In *Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes médicinales*. 3ème éd. Tec et Doc, Paris, pp. 461 -769.

**Bruneton, J (2009).** *Pharmacognosie: Phytochimie, Plantes médicinales*; Tec et Doc Lavoisier: Paris, France.

**Burt, S (2004).** Huiles essentielles: leurs propriétés antibactériennes et leurs applications potentielles dans les aliments - Un examen. *Int. J. Food Microbiol* **94** : 223–253.

## C

**Cazau-Beyret, N (2013).** Prise en charge des douleurs articulaires par aromathérapie et phytothérapie. Thèse. Université Toulouse III Paul Sabatier.

**Chanforan, C (2010).** Stabilité de micro constituants de la tomate (composés phénoliques, caroténoïdes, vitamines C et E) au cours des procédés de transformation : études en systèmes modèles, mise au point d'un modèle stoechio-cinétique et validation pour l'étape unitaire de préparation de sauce tomate (Thèse de doctorat). Université d'Avignon.

**Chemat, F (2009).** *Essential oils and aromas: Green extractions and Applications*. HKB Publishers, Dehradun, 311 pages.

**Coimbra, M., Isacchi, B., van Bloois, L., Torano, JS., Ket, A., Wu, X (2011).** Amélioration de la solubilité et de la stabilité chimique des composés naturels à usage médicinal par incorporation dans des liposomes. *International Journal of Pharmaceutics* **416** (2) : 433 - 442

**Collin, S., Crouzet, J (2011).** Polyphénols et procédés : Transformation des polyphénols au travers des procédés appliqués à l'agroalimentaire. Paris, France : Lavoisier Tec et Doc.

**Couic-Marinier, F., Lobstein, A (2013).** Les huiles essentielles gagnent du terrain à l'officine. *Actualités pharmaceutiques*.

## D

**Dai, J., Mumper, RJ (2010).** Plant phenolics: extraction, analysis and their antioxidant and

anticancer properties. *Molecules* **15** : 7313-7352.

**Dalmes, GH (2011).**Structure et application d'élaboration des résines époxy. Thèse de Doctorat .Université de Toulouse.

**De Vos, P., Faas, MM., Spasojevic, M et Sikkema, J (2010).**Encapsulation for preservation of functionality and targeted delivery of bioactive food components. *International Dairy Journal* **20** : 292-302.

**Desai, KGH., Park, HJ (2005).**Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technol* **23**: 1361–94.

**Dias, D R., Botrel, DA., De Barros, FRV et Borges, SV (2017).**Encapsulation as a tool for bioprocessing of functional food, *Current Opinion in Food Science* **13**: 31–37.

**Dicko, MH., Gruppen, H., Traoré, AS., Alphons, GJ., Willem, JH et Berkel, V (2006).**Phenolic compounds and related enzymes as determinants of sorghum for food use.*Biotechnology and Molecular Biology Review* **1 (1)**: 21-38, April.

**Di Ferdinando, M., Brunetti, C., Agati, G et Tattini, M (2014).**Multiple functions of polyphenols in plants inhabiting unfavorable Mediterranean areas. *Environmental and experimental botany* **103**: 107-116.

**Dong, Z., Ma, Y., Hayat, K., Jia, C., Xia, S et Zhang, X (2011).**Morphology and release profile of microcapsules encapsulating peppermint oil by complex coacervation. *J. Food Eng.*

**Dons, JF., Annunziata, M., Sessa, M., Ferrari, G (2001).**Nanoencapsulation d'huiles essentielles pour améliorer leur activité antimicrobienne dans les aliments. *LWT Food Sci. Technol* **44** : 1908–1914.

104, 455 – 460.

**Đouđević, V., Balan č, B., Bel šćak-Cvitanovi ć, A., Levi ć, S., Trifkovi ć, K., Kalušević, A., coll (2015).**Tendances des technologies d'encapsulation pour la livraison de composés bioactifs alimentaires. *Avis sur l'ingénierie alimentaire* **7 (4)** : 452 – 490.

**Drosou, CG., Krokida, MK et Biliaderis, CG (2017).**Encapsulation of bioactive compounds through electrospinning/electrospraying and spray drying: A comparative assessment of food-related applications.*An International Journal: Drying Technology* **35 (2)**: 139-162.

## E

**Edris, AE (2007).**Pharmaceutical and therapeutic potentials of essential oils and their individual volatile constituents: a review. *Phytotherapy Research* **42(4)**: 308–323.

**ElGharras, H (2009).**Polyphenols: Food sources, properties and applications - A review.



International Journal of Food Science and Technology **44(12)**: 2512–2518.

**Estevinho, BN., Rocha, F., Santos, L et Alves, A (2013).**Microencapsulation with chitosan by spray drying for industry applications – a review. Trends Food Sci. Technol **31**: 138 – 155.

**Ezhilarasi, PN., Karthik, P., Chhanwal, N., Anandharama, kC (2013).**Techniques de nanoencapsulation pour les composants bioactifs alimentaires: un examen. Technologie des aliments et des bioprocédés **6 (3)** : 628 – 647.

## F

**Fang, Z., Bhandari, B (2010).**Encapsulation des polyphénols - une critique. Trends Food Sci. Technol **21** : 510 – 523.

**Fathi, M., Marché, j., McClements, DJ (2014).**Nanoencapsulation d'ingrédients alimentaires à l'aide de systèmes de distribution à base de glucides. Trends Food Sci. Technol **39** : 18–39.

**Fernandez, X., Chemat, F (2012).**La chimie des huiles essentielles. Editions Vuibert. Pp:274-288.

**Fillatre, Y (2011).**Produits phytosanitaires: Développement d'une méthode d'analyse multirésidus dans les huiles essentielles par couplage de la chromatographie liquide avec spectrométrie de masse en mode tandem. Thèse d'Université d'Angers.

**Fouché, JGA. Marquet et Hambuckers, A (2000).**Les Plantes Médicinales, de la plante au médicament Observatoire du Monde des Plantes Sart-Tilman.

## G

**Garneau, FX (2005).**Huiles essentielles : de la plante à la commercialisation - Manuel pratique. Corporation Laseve, Université du Québec à Chicoutimi. 185p.

**Ghnimi, W (2015).**Etude phytochimique des extraits de deux Euphorbiacées: *Ricinus communis* et *Jatropha curcas*. Evaluation de leur propriété anti-oxydante et de leur action inhibitrice sur l'activité de l'acétylcholinestérase (Thèse de doctorat). Université de Lorraine.

**Giunchedi, P., Conte, U (1995).**Spray-drying as preparation method of microparticulate drug delivery systems: an overview. S.T.P. Pharma Sciences **5(4)** : 276-290.

**Gou, M., Men, K., Shi, H., Xiang, M., Zhang, J., Song, J (2011).**Chargé de curcumine micelles polymères biodégradables pour le traitement du cancer du côlon in vitro et in vivo. Nanoscale **3 (4)**: 1558 – 1567.

**Gouin, S (2004).**Micro-encapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. Trends in Food & Technology **15**: 330-347.

**Green, BK et Scheicher, L (1955).**Pressure Sensitive Record Materials. US Patent no. **2**:

217, 507, Ncr C.

**Grysole, J (2005)**.La commercialisation des huiles essentielles in Huiles essentielles : de la plante à la commercialisation – Manuel pratique : Chapitre 07. Corporation LASEVE (laboratoire d'analyse.et de séparation. des essences. végétales), Québec, pp.139-162

## H

**Hanhineva, K., Törrönen, R., Bondia-Pons, I., Pekkinen, J., Kolehmainen, M., Mykkänen, H et Poutanen, H (2010)**.Impact of Dietary Polyphenols On Carbohydrate Metabolism. Int. J. Mol. Sci **11**: 1365-1402.

**Hammer, KA., Carson, CF ( 2011)**.Antibacterial and Antifungal Activities of Essential Oils in *Thormar H*. Lipids and Essential Oils as Antimicrobial Agents. Ed. John Wiley et Sons, Ltd, United Kingdom. pp. 255 – 295.

**Harley, D., Naumann, LO., Tedeschi, WE., Zeller, N., Huntley, F (2017)**.The role of condensed tannins in ruminant animal production: advances, limitations and future directions, R. Bras. Zootec **46(12)**:929-949.

**Hernandez-Ochoa, LR (2005)**.Substitution de solvants et matières actives de synthèse par combiné « Solvant/ Actif ». D'origine végétale. Thèse de Doctoratde l'Institut National Polytechniques de Toulouse. France.

**Hill, LE., Gomes, C., Taylor, TM (2013)**.Caractérisation des complexes d'inclusion de bêta-cyclodextrine contenant des huiles essentielles (trans- extraits de cinnamaldéhyde, d'eugénol, d'écorce de cannelle et de clou de girofle) pour des applications de délivrance d'antimicrobiens. LWT Food Sci. Technol **51**: 86–93.

**Huzaifa, U., Labaran, I., Bello, AB., Olatunde, A (2014)**.Criblage phytochimique d'extrait aqueux de bulbes d'ail (*Allium sativum*). Rapport et avis **6 (8)**: 1-4.

## I

**Ignat, I., Volf, I., Popa, VI (2011)**. A critical review of methods for characterisation of polyphenolic compounds in fruits and vegetables, Food Chemistry **126**: 1821-1835.

**Isman, MB (2000)**.Plant essential oils for pest and disease management. Crop Prot **19**: 603-608.

## J

**Jeong, JC., Lee, J., Cho, K (2003)**.Effects of crystalline microstructure on drug release

behavior of poly ( $\epsilon$ -caprolactone) microspheres, *J. Control. Rel* **92** : 249–258.

## K

**Kerdudo, A (2014).**Optimisation de la conservation des cosmétiques : impact de la formulation, recherche de nouveaux conservateurs naturels, encapsulation. Thèse pour obtenir le titre de docteur en Sciences de l'université de Nice – Sophia Antipolis CHIMIE, 232p.

**Khanbabaee, K., van, R (2001).**Tannins: Classification and Définition DOI: 10.1039/b1010611.

**Knežević, SV., Blazekwic, B., Stefan, MB., Babac, M (2012).**Plant polyphenols as antioxidants influencing the human health. In “Phytochemicals as nutraceuticals-global approaches to their role in nutrition and health. Edition Ven keteshwer Rao: 155-180.

**Kumar, P., Mishra, S., Malik, A et Satya, S (2011).**Insecticidal properties of *Mentha spicata*: A review. *Industrial Crops and Products* **34(1)**: 802–817.

**Kumar, S et Pandey, AK (2013).**Chemistry and Biological Activities of Flavonoids: An Overview. *The Scientific World Journal*,162750.

## L

**Lakhdar, L (2015).**Eavluation de l'activité antibacterienne d'huiles essentielles Marocaines sur aggregatibacter actinomycetemcomitans : étude in vitro. Facultéde médecine dentaire de Rabat, centre d'études doctorales des sciences de la vie etde la santé.

**Lam, PL et Gambari, R (2014)** Advanced progress of microencapsulation technologies: in vivo and in vitro models for studying oral and transdermal drug deliveries. *J. Control. Release* **178** :25 - 45.

**Lamba, H., Sathish, K. et Sabikhi, L (2015).**Double émulsions : système de livraison émergent de bioactifs végétaux, *Technologie des aliments et des bioprocédés* **8 (4)**: 709–728

**Lamprecht, A et Bodmeier, R (2012).**Microencapsulation. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, pp. 157 – 171.

**Lardry, JM et Haberkorn, V (2007).**Les Huiles Essentielles : principes d'utilisation, *Kinesitherapy Reviews* **61**: 18-23.

**Lavoine, N., Givord, C., Tabary, N., Desloges, I., Martel, B., Bras, J (2014).**Elaboration d'un nouveau bio-nano-matériau antibactérien pour l'emballage alimentaire par action synergique de la cyclodextrine et de la cellulose microfibrée. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol* **26** : 330–340.

**Lazko, J., Popineau, Y. et Legrand, J.(2004).**Soy glycinin microcapsules by simple coacervation method. *Colloids Surf. B. Biointerfaces* **37**, 1 – 8.

**Leray, C (2010).**Les lipides dans le monde vivant. Tec et Doc Lavoisier Ed Paris. 4p.

**Lv, Y., Zhang, X., Abbas, S et Karangwa, E (2012).**Simplified optimization for microcapsule preparation by complex coacervation based on the correlation between coacervates and the corresponding microcapsule. *J. Food Eng* **111**: 225 – 233.

## M

**Macheix, JJ., Fleuriet, A., Billot, J (1990).**Fruit phenolics. CRC Press, Boca Raton.

**Macheix, JJ., Fleuriet, A et Jay-Allemand, C (2005).**Les composés phénoliques des végétaux : un exemple de métabolites secondaires d'importance économique. Lausanne, Suisse. Presses polytechniques et universitaires romandes.

**Macheix, JJ., Fleuriet, A et Christian, A (2005).** Les composés phénoliques des végétaux : un exemple de métabolites secondaire d'importance économique. PPTUR Lausanne.

**Madene, A., Jacquot, M., Scher, J et Desobry, S (2006).**Flavour encapsulation and controlled release – a review. *Int. J. Food Sci. Technol* **41** : 1 – 21.

**Madene, A (2006).**Etude des Transferts d'Arômes Encapsulés dans une Matrice Alimentaire type Génoise. Procédés Biotechnologiques et Alimentaires. Université de Lorraine, 128p.

**Mellahi, D., Soualmi, T (2015).**Optimisation de quelques paramètres de lyophilisation d'un anti-inflammatoire à base du diclofénac sodique. Génie des Procédés. Université Abderrahmane Mira de Bejaia, 59p.

**Martin, S., riantsohaina, R (2002).**Mécanismes de la protection cardiaque et vasculaire des polyphénols au niveau de l'endothélium. *Annals de cardiology et d'angéiologie* **51**: 304-315.

**McClements, DJ., Decker, EA., Park, Y et Weiss, J (2009).**Structural design principles for delivery of bioactive components in nutraceuticals and functional foods. *Crit. Rev. Food Sci. Nutr* **49** : 577 – 606.

**Mehinagic, E., Bourles, E et Jourjon, F (2011).**Composés des fruits d'intérêt nutritionnel: impact des procédés de transformation sur les polyphénols. *Revue suisse Viticulture, Arboriculture, Horticulture* **43 (6)**: 364-368.

**Moheb, A., Ibrahim, RK., Roy, R., Sarhan, F (2011).**Changes in wheat leaf phenolome in response to cold acclimation. *Phytochemistry* **72**: 2294- 2307.

**Möller, K (2008).**La distillation à l'alambic, un art à la portée de tous. Editorial UNICO. 152 P.

**Munawar, A., Farhan, S., Faqir, MA., Afzaal, M., Tabussam, T., Shakeel Bashir, M., Ishtiaq, A., Hussain, S., Ansar Rasul, H (2016).**Natural polyphenols.

**Munin, A., Edwards-Lévy, F (2011).**Encapsulation of Natural Polyphenolic Compounds. *Pharmaceutics* **3**: 793-829.

## N

**Naczk, M., Shahidi, F (2004).**Extraction and analysis of phenolics in food. *Journal of Chromatography A* **1054**: 95-111.

**Nedovic, V., Kalusevic, A., Manojlovic, V., Levic, S., Bugarski, B (2011).**An overview of encapsulation technologies for food applications. *Procedia Food Science* **1**: 1806 - 1815.

**Nesterenko, A., Alric, I., Silvestre, F et Durrieu, V (2013).**Vegetable proteins in microencapsulation: A review of recent interventions and their effectiveness. *Industrial Crops and Products* **42** : 469-479.

**Nogaret-Ehrhart, AS (2008).**La phytothérapie : se soigner par les plantes (Eyrolles,Parised.).

## P

**Pandey Kb et Rizvi SI (2009).**Plant polyphenols as dietary antioxidants in human health and disease. *Oxidative Medicine and Cellular Longevity* **2 (5)**: 270 – 278.

**Peng, C., Jovanovi, KK., Markovi, T., Markovi, D., Gligorijevi, N., Radulovi, S et Sokovi, M (2014).**Chemical composition, antimicrobial property and microencapsulation of Mustard (*Sinapis alba*) seed essential oil by complex coacervation. *Food Chem* **165** : 560-568.

**Pibiri, MC (2005).**Assainissement microbiologique de l'air et des systèmes de ventilation au moyen d'huile essentielle. Thèse de Doctorat. Polytechniques Fédérale de Lausanne.

**Piochon, M (2008).**Etude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore Laurentienne: composition chimique, activités pharmacologiques et hémi-synthèse. Mémoire, Université du Québec à Chicoutimi, Canada.

**Porter, N (2001).**Essential oils and their production. *Crop and Food Research*. Number 39.

## Q

**Quellet, C (2016).**Microencapsulation des parfums en cosmétique.

## R

**Ray, S., Raychaudhuri, U et Chakraborty, R (2016).**An overview of encapsulation of active compounds used in food products by drying technology. *Food Bioscience* **13**: 76-83.

**Richard, J., Benoit, JP (2000).**Microencapsulation. *Tech. Ing. J* **2210**: 1–20.

**Risch, SJ (1995).**Encapsulation: Overview Of Uses And techniques. In: *Encapsulation And Controlled Release Of Food Ingredients* [online] (Risch, S.J., Reineccius, G.A., edit.), American Chemical Society, Minnessota, pp. 2-7.

**Rodrigues, CEC et Favaro-Trindade, CS (2014).**Coencapsulation of xylitol and menthol by double emulsion followed by complex coacervation and microcapsule application in chewing gum. *Food Res. Int* **66** : 454 - 462.

**Roux, D (2008).**Conseil en aromathérapie. 2<sup>ème</sup> édition, Pro-Officina., 187.

## S

**Sagis, LMC (Ed) (2015).**Microencapsulation and Microspheres for Food Applications. Academic Press.

**Saidj, F (2007).** Extraction de l'huile essentielle de thym :*Thymus numidicus kabylica*, Memoire de Magister, Universite M'hamed Bougara –Boumerdes.

**Sanguansri, P., Augustin, MA (2006).**Développement de matériaux à l'échelle nanométrique - une nourriture perspective de l'industrie. *Trends in Food Science and Technology* **17 (10)**: 547 - 556.

**Sanna, V., Roggio, AM., Pala, N., Marceddu, S., Lubinu, G., Mariani, A., Sechi, M (2015).**Effect of chitosan concentration on PLGA microcapsules for controlled release and stability of resveratrol, *Int. J. Biol. Macromol* **72**: 531–536.

**Santos, MG., Carpinteiro, DA., Thomazini, M., Rocha-Selmi, GA., Cruz, AG., Šaponjac, VT., Canadanovic-Brunet, J., Cetkovic, G., Djilas, S (2016).**Chapter 6: Detection of Bioactive Compounds in Plants and Food Products. In: Nedovic, Emerging and Traditional Technologies for Safe, Healthy and Quality Food. Food Engineering Series. SpringerInternational Publishing, Switzerland.

**Sarni-Manchado, P., Cheynier, V (2005).**Les polyphénols en agroalimentaire; Tec et Doc Lavoisier: Paris, France.

**Sell, CS (2006).**The Chemistry of Fragrance. From Perfumer to Consumer. 2nd edition. The Royal Society of Chemistry. Cambridge. 329 p.

**Shishir, MRI et Chen, W (2017).**Trends of spray drying: A critical review on drying of fruit and vegetable juices. *Trends in Food Science and Technology* **65**: 49–67.

**Shishir, MRI., Xie, L., Sun, C., Zheng, X., Chen, W (2018).**Advances in micro and nano-encapsulation of bioactive compounds using biopolymer and lipid-based transporters, *Trends in Food Science and Technology* **78**: 34–60.

**Sutaphanit, P et Chitprasert, P(2014).**Optimisation of microencapsulation of holy basil essential oil in gelatin by response surface methodology. *Food Chem* **150** : 313 – 320.

## T

**Theron, F (2009).**Conception et mise en œuvre d'un procédé intensifié continu de

microencapsulation par polycondensation interfaciale. Thèse de doctorat en Génie des Procédés et de l'environnement. Institut National Polytechnique de Toulouse, 203p.

**Thies, C (1987).**Microencapsulation. Encyclopedia Pol. Sci. Eng **9** : 724–745.

**Trifkovic, KT., Milasinovic, NZ., Djordjevic, VB., Kalagasidis, K., Knezevic-Jugovic, ZD., Nedovic, VA., Bugarski, BM (2014).**Microbilles de chitosan pour l'encapsulation du thym (*Thymus serpyllum L*) polyphénols. Glucides. Polym **111** : 901 - 907.

## V

**Van der Graaf, S., Schroen, C et Boom, R (2005).**Préparation des émulsions doubles par émulsification membranaire - une revue, Journal of Membrane Science **251 (1-2)** : 7–15.

**Velé, H (2015).**Thèse pour le diplôme d'État de Docteur en Pharmacie, Valorisation officinale des huiles essentielles autorisées dans les phytomédicaments, Université Angers.

**Vladislavljević, GT., Kobayashi, I. et Nakajima, M (2012).**Production de gouttelettes uniformes à l'aide de dispositifs d'émulsification à membrane, micro-canal et microfluidique, Micro-fluides et nano-fluides **13 (1)** : 151-178.

**Vladislavljević, G., Al Nuamani, R et Nabavi, S (2017).**Production Microfluidique d'émulsions multiples, Micromachines **8 (3)**: 75.

**Vinayagam, R et Xu, B (2015).**Anti diabetic properties of dietary flavonoids a cellular mechanism review. Nutr.Metab (Lond) **12**: 60.

## W

**Wandrey, C., Bartkowiak, A et Harding, SE (2009).**Materials for Encapsulation In: Zuidam N.J., Nedovic, V.A. (Eds.) Encapsulation Technologies for Food Active Ingredients and Food Processing, Springer: Dordrecht, The Netherlands; p. 31-100.

**Whateley, TL (1996).**Microcapsules: Preparation by interfacial polymerization and interfacial complexation and their applications. Microencapsulation: Methods and Industrial Applications, Benita, S., Ed. Marcel Dekker, 349-375.

## X

**Xiao, Z., Liu, W., Zhu, G., Zhou, R et Niu, Y (2014).**A review of the preparation and application of flavour and essential oils microcapsules based on complex coacervation technology. J. Sci. Food Agric **94**: 1482 - 1494.

## Y

**Yang, YY., Chung, TS., Ng, NP (2001).**Morphology, drug distribution and in vitro release profiles of biodegradable polymeric microspheres containing protein fabricated by double

emulsion solvent extraction/evaporation method, *Biomaterials* **22**: 231–241.

**Yang, Y., Gu, Z., Xu, H., Li, F., Zhang, G (2010).**Interaction entre l'amylose et  $\beta$ -cyclodextrine étudiée par complexation avec de l'acide linoléique conjugué. *Journal de chimie agricole et alimentaire* **58 (9)** : 5620 - 5624.

**Yeo, Y., Baeck, N., et Park, K (2001).**Microencapsulation methods for delivery of protein drugs. *Biotechnology and Bioprocess Engineering* **6(4)** : 213-230.

## **Z**

**Zhiri, A (2006).**Les huiles essentielles un pouvoir antimicrobien avéré. *Nutra News*.

Science, Nutrition, Prévention et santé. Edité par la Fondation pour le libre choix **12** : 8.

**Zuidam, NJ et Nedovic, V (2010).**Encapsulation Technologies pour les ingrédients alimentaires actifs et la transformation des aliments. Springer, Nouveau York.



## **Résumé :**

Les composées phénoliques et les huiles essentielles sont des composées précieux possédant des propriétés physicochimiques, biologiques et thérapeutiques. Et ces capacités rendent ces substances intéressantes pour différents domaines : alimentaires, cosmétiques, pharmaceutiques et textiles. Mais malheureusement ces propriétés de ces substances bioactives peuvent s'altérer pendant leur stockage avant utilisation. L'altération peut être physique et/ou chimique, et nombre de ces molécules possèdent un goût très astringent et amer, ce qui limite leur utilisation. Pour contourner ces inconvénients plusieurs procédés ont été développés, et parmi eux, l'encapsulation est un procédé potentiellement bénéfique pour leurs protections et leurs bonnes conservations. Elle consiste à piéger une substance bioactive, ainsi produisant des particules avec des diamètres de quelques nm à quelques mm pour éviter les réactions chimiques et physiques, et maintenir leurs propriétés biologiques, fonctionnelles et physicochimiques.

L'encapsulation peut constituer une excellente solution afin d'assurer une meilleure protection de ces composés contre les facteurs environnementaux.

C'est pour cela, l'encapsulation a fait l'objet de nombreuses recherches, ce qui a permis de développer diverses techniques, mécaniques, chimiques, physico-chimiques.

**Mots clés :** Encapsulation, Composées phénoliques, Polyphénols, Huiles essentielles.

## **Abstract:**

Phenolic compounds and essential oils are valuable compounds with physicochemical and biological properties. These capacities make these substances interesting for different fields: food, cosmetics, pharmaceuticals and textiles. But unfortunately these properties can be altered during their storage before use. The weathering can be physical and / or chemical, and many of these molecules have a very astringent and bitter taste, which limits their use. To get around these drawbacks several processes have been developed, and among them, encapsulation is a potentially beneficial process for their protection and good preservation. It consists in trapping one substance of another, thus producing particles with diameters from a few nm to a few mm to avoid chemical and physical reactions, and maintain their biological, functional and physicochemical properties.

Encapsulation can be an excellent solution to ensure better protection of these compounds against environmental factors.

This is why encapsulation has been the subject of much research, which has made it possible to develop various techniques, mechanical, chemical, physicochemical.

**Key words:** Encapsulation, phenolic compounds, polyphenols, essential oils.