

Mémoire de fin du cycle
En vue de l'obtention du diplôme

Master
Thème

*Encapsulation des huiles essentielles
seules ou en association*



Présenté par :

M^{elle} ALBANE Lamia

Soutenu le : 14 septembre 2022

Devant le jury composé de :

Président : M^r TAMENDJARI Abederrezak

Examineur : M^{elle} TOUATI Naima

Encadreur : M^{me} OUKIL Naima

Année universitaire : 2021- 2022



Remerciements

En premier lieu, je remercie le bon dieu de m'avoir donné le courage, la volonté et la patience de réaliser et finaliser ce travail.

Je tiens à exprimer mes profonds remerciements et ma vive reconnaissance à ma promotrice M^{me} OUKIL naima qui m'a fait l'honneur et le plaisir de diriger ce travail, pour son aide et ses conseils précieux tout le long de mon travail.

Je remercie également ma Co promotrice M^{elle} HAMID sarah pour le temps qu'elle m'a consacré pour ça patience, ça simplicité et son soutien.

Je remercie vivement les membres de ce jury:

M^r TAMENDJARI abederrezak Je suis très honorée que vous ayez accepté la présidence du jury de ce mémoire.

M^{elle} TOUATI naima, d'avoir accepté d'examiner ce travail. je remercie chaleureusement ma famille pour leur soutien et tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.





Dédicaces

Du profond du mon cœur je dédie ce travail en signe de respect, reconnaissance et de remerciements à tous ceux qui me sont chers:

A la mémoire de mon père *AMAR*, Qui m'a toujours aimé et encouragé Que le dieu le tout puissant l'accueille en son vaste paradis.

A ma chère mère celle qui a attendu avec patience les fruits de sa bonne éducation et de ses dévouements.

Je dédie aussi cette modeste réalisation à

Mes chères sœurs Warda et Kahina.

Mes chers frères Nadir et Nabil.

Mes adorables copines Hamida et Tina.

Mon fiancé Tarik et sa famille.

A tous ceux que je connais.

Lamia

Liste des tableaux

Tableau N°	titre	page
1	Classification de <i>thymus vulgaris L.</i>	4
2	Composition chimique de l'huile essentielle du <i>Thymus vulgaris.</i>	5
3	Structure chimique des composés majoritaires identifiés dans l'essence aromatique du <i>Thymus vulgaris.</i>	6
4	Les noms et les synonymes d' <i>Ocimum basilicum.</i>	10
5	Classification d ' <i>Ocimum basilicum.</i>	10
6	Caractéristiques des huiles essentielles extraites.	30
7	Rendement de l'encapsulation des huiles essentielles obtenu après lyophilisation	34

Figure N°	Titre	Page
1	Aspects morphologiques de <i>Thymus vulgaris</i> L.	3
2	Photographie du basilic <i>Ocimum basilicum</i> .	9
3	Morphologie de microparticules.	14
4	Représentation schématique des étapes de la microencapsulation par polymérisation interfaciale.	17
5	Représentation schématique du processus de coacervation complexe appliquée à l'encapsulation des composés bioactifs.	18
6	Schéma représentant des complexes gomme arabique et h-lactoglobuline.	19
7	Influence du pH sur le maximum de coacervation complexe dans des mélanges gélatine/gomme d'acacia à une concentration totale en biopolymères de 1% gélatine A (type acide) gélatine B (type basique).	20
8	Influence de la force ionique sur le maximum de coacervation complexe dans des mélanges gélatine/gomme d'acacia à une concentration totale en biopolymère de 1 % gélatine A (type acide), gélatine B (type basique).	21
9	Influence de la température sur la masse moléculaire apparente des complexes ASB/alginat (pH 6,8, force ionique 0,1 M, ratio Pr: Ps 1 : 1).	22
10	Exemples de quelques polymères naturels.	23
11	Structure de l'acide polygalacturonique des pectines.	23
12	Représentation schématique de la micelle de caséine.	24
13	Structure hypothétique de la gomme d'acacia.	25
14	Photo des matrices végétales utilisées	26
15	Montage utilisé pour l'extraction des huiles essentielles	26
16	Les deux phases de l'hydrolat et l'huile essentielle	27
17	L'huile essentielle de thym extrait par hydrodistillation.	30
18	L'huile essentielle de Basilic extrait par hydrodistillation.	30
19	Photographie du coacervat après 24 heures.	31
20	Microparticule d'huile de thym (a), (b) et de basilic (c), (d)observées au microscope optique grossissement x100.	32
21	Microparticules des huiles essentielles en association observées au microscope optique grossissement x100.	33
22	Microparticules lyophilisées (a)l'huile de thym (b) l'huile de basilic (c) l'huile de thym et basilic en association.	33

Liste des abréviations

HES	Huiles essentielles
TEO	<i>Thymus vulgaris essential oil</i>
HET	<i>Huiles essentielles de thym</i>
HEB	<i>Huiles essentielles de basilic</i>
GC	chromatographie en phase gazeuse
FID	détecteur à ionisation de flamme
MS	spectrométrie de masse
HSV	virus de l'herpès simplex
PRRSV	virus du syndrome reproducteur et respiratoire porcin
IBV	virus de la bronchite infectieuse
DPPH	Diphényl-picryl-hydrazyle
VIH	virus de l'immunodéficience humaine
Pr	protéine
Ps	polysaccharide
ASB	Albumine de sérum bovin
AED	Analyse enthalpique différentielle
TCA	acide trichloracétique
PI	point isoélectrique
GA	gomme arabique
GE	gélatine
MD	maltodextrine

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Sommaire

Introduction.....1

Partie théorique

Chapitre I : monographie de thym et du basilic.

- *Thymus vulgaris* L

1- Description botanique3

2- Taxonomie4

3-Origine et distribution4

4-Principales utilisation4

5-Composition chimique d'huile essentielle5

6-Propriétés d'Huile essentielle.....6

- *Ocimum basilicum* L

1- Discription botanique.....9

2- Noms et synonymes9

3-Taxonomie10

4- Origine et distribution11

5- Principales utilisations11

6- Propriétés12

Chapitre II : Encapsulation

1- Historique.....14

2- Définition.....14

3-Techniques d'encapsulation15

 3-1- Émulsification15

 3-2- Liposomes15

 3-3- Séchage par atomisation15

 3-4- Lyophilisation16

 3-5- Polymérisation16

 3-6- Coacervation17

 3-6-1- La coacervation simple17

 3-6-2- La coacervation complexe17

3-6-2-A - formation, propriété et caractéristiques du coacervat.....	18
3-6-2-B- Facteurs influençant la formation des coacervats	19
3-6-2-C- La nature des polymères	23
4-Les polymères les plus utilisées en alimentaire.....	23

Partie pratique

Chapitre I : Matériel et méthodes

1- Extraction d'huile essentielle de thym et de basilic.....	26
1-1- Calcul du rendement d'extraction	27
2- Encapsulation des huiles essentielles	28
2-1- Mode opératoire d'encapsulation d'huile de thym et de basilic seules	28
2-1-Mode opératoire d'encapsulation d'huile essentielle de thym et l'huile de basilic en association.....	29
2-3- Calcul du rendement d'encapsulation	29

Chapitre II : Résultats et discussion

1- les huiles essentielles	30
1-1-Calcul du rendement en huiles essentielles	30
1-2-Caractéristique des huiles essentielles	30
2- L'encapsulation	31
2-1-Observation macroscopique	31
2-2-Observation microscopique	32
2-3-Caractéristique des microparticules	33
2-4- Rendement de l'encapsulation	34
Conclusion	35

Références bibliographiques

Résumé

Introduction

Introduction

L'attrait des plantes aromatiques et médicinales ne cesse de croître en raison de la demande croissante ainsi que de l'intérêt des consommateurs pour ces plantes à des fins médicinales, culinaire et autres applications anthropiques. Alors que les consommateurs sont de plus en plus informés sur les questions de santé, d'alimentation et de nutrition, ils sont également sensibilisés au potentiel et aux avantages des plantes aromatiques et médicinales et de leurs métabolites. De nombreux métabolites secondaires sont produits par ces plantes (les huiles essentielles (HE) , les composés phénoliques.....) (**Malik, 2019**).

Les huiles essentielles (HE) sont des liquides volatils naturels, extraits de diverses parties de plantes aromatiques, y compris les fleurs, les feuilles, les fruits, les graines, les bourgeons ou les racines, les écorces et les rhizomes, Elles sont utilisées dans les domaines de la médecine, de la conservation des aliments et arôme alimentaire depuis l'Antiquité(**Shaaban et al., 2012**).

Ces composés volatiles sont chimiquement instables et sensibles à la détérioration oxydative et la perte de composés volatils, en particulier lorsqu'ils sont exposés à l'oxygène, la lumière, l'humidité et la chaleur. La qualité d'un produit enrichi avec ce type de métabolites peut se détériorer en raison de la dégradation oxydative, la formation des goûts et des saveurs désagréables, et la génération de radicaux libres. Ces changements ont un effet négatif sur la stabilité au stockage, les propriétés sensorielles, et l'acceptabilité globale des produits développés (**Velasco et al., 2003**).

Afin de limiter la perte de la bioactivité pendant le traitement et l'entreposage des huiles essentielles, et pour contrôler la libération du composé au site souhaité, l'encapsulation de ces derniers est bénéfique avant leur incorporation dans les aliments ou les boissons(**Beirão-da-Costa et al., 2013**).

La microencapsulation, est une nouvelle approche ,qui consiste à emballer des substances sous forme de micro et nanoparticules et se définit comme un procédé permettant de piéger des agents actifs avec des matériaux de paroi. Dans l'industrie alimentaire, il consiste en l'encapsulation d'ingrédients, de polyphénols, d'additifs volatils, de colorants, d'enzymes et de bactéries pour offrir aux produits une meilleure stabilité et éviter les pertes nutritionnelles et sanitaires. Parallèlement, la microencapsulation facilite la transformation de liquides en poudres solides pour la fabrication d'aliments et diminue les coûts de production(**Weibin et al., 2021**).

Dans ce travail nous nous sommes fixé pour objectif l'encapsuler des huiles essentielles de

deux plantes aromatiques à savoir le basilic et le thym, seules ou en association en utilisant des biopolymères pour préserver et maintenir leurs caractéristiques biologique et fonctionnelles.

Ce manuscrit est structuré en deux parties :

- La partie théorique composée de 2 chapitres dont le premier traite une étude bibliographique sur le *thymus vulgaris* et l'*Ocimum basilicum*, le deuxième est consacré aux techniques d'encapsulation.
- La partie pratique concerne la présentation du matériel végétal, le protocole expérimental, la description des techniques utilisées, Les résultats obtenus seront consolidés par les données bibliographiques.
- Enfin, une conclusion générale et des perspectives.

Synthèse
Bibliographique

Chapitre I
Monographie du thym
et du basilic.

Chapitre I : monographie du thym et du basilic.

- Le thym

1-Description botanique :

Le thym « *Thymus* » (étymologiquement du latin « *Thymún* » et du grec « *Thymon* » est l'une des plantes aromatiques médicinales de la péninsule ibérique et son huile essentielle est devenue l'une des huiles les plus utilisées dans l'industrie alimentaire. Le thym est utilisé depuis l'Antiquité pour ses propriétés médicales, associées à son huile essentielle et à ces composants chimiques. Le terme générique vient du verbe grec *Thym*, qui se traduit par parfum, en allusion à l'arôme intense et agréable de la plante. C'est une plante aromatique, vivace, ligneuse, très polymorphe, de 10 à 40 cm de haut, aux nombreuses ramifications ligneuses, dressées, compactes, brunâtres ou blanc velouté. Les feuilles linéaires et oblongues mesurent 3–8 mm, avec le pétiole ou ses marges ciliées et blanchâtres sur sa face inférieure. Les fleurs sont axillaires et regroupées à l'extrémité des branches, formant une sorte de nœud terminal. Le fruit est un tétraquénium et de couleur brune. Il fleurit à partir de mars, Le nombre d'espèces actuellement répertoriées dépasse les 500, bien qu'il en existe peut-être beaucoup plus en raison, entre autres, de la grande facilité avec laquelle cette plante aromatique produit des hybridations et des mutations (Nieto, 2020).

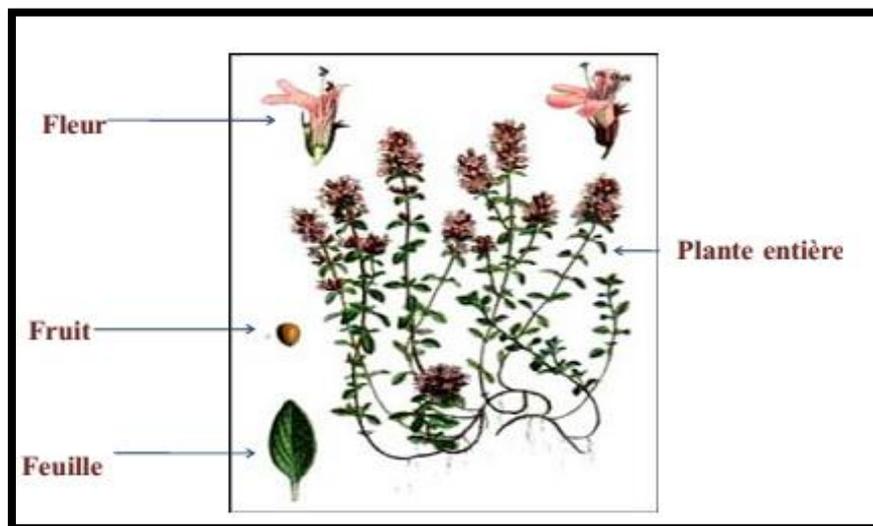


Figure 01:Aspects morphologiques de *Thymus vulgaris L* (Anonyme 01) .

2-Taxonomie :

La classification botanique de l'espèce *thymus vulgaris L.* est donné ci-dessous (Goetz et Ghedira, 2012).

Tableau 01: Classification de *Thymus vulgaris L.*

Régne	Plantae
Sous-règne	Tracheobionta
Embranchement	Magnoliophyta
Sous-embranchement	Magnoliophytina
Classe	Magnoliopsida
Sous-classe	<i>Asteridae</i>
Ordre	Lamiales
Famille	<i>Lamiaceae</i>
Genre	<i>Thymus</i>
Espèce	<i>Thymus vulgaris L.</i>

3-Origine et distribution :

Le genre *Thymus* est l'un des 250 genres les plus diversifiés de la famille des labiées dans le monde (Naghbi et al., 2005), Selon Dob et al. (2006), il existe près de 350 espèces de thym réparties entre l'Europe, l'Asie de l'ouest et la méditerranée. C'est un genre très répandu dans le nord-ouest africain (Maroc, Algérie, Tunisie et Libye), il pousse également sur les montagnes d'Ethiopie et d'Arabie du sud-ouest en passant par la péninsule du Sinaï en Egypte. On peut le trouver également en Sibérie et même en Himalaya. Selon une étude menée par (Nickavar et al., 2005), environ 110 espèces différentes du genre *Thymus* se concentrent dans le bassin méditerranéen.

En Algérie, le thym comprend plusieurs espèces botaniques réparties sur tout le littoral et même dans les régions internes jusqu'aux zones arides, il est représenté par de nombreuses espèces qui ne se prêtent pas aisément à la détermination en raison de leur variabilité et leur tendance à s'hybrider facilement (Mebarki, 2010).

4-Principales utilisation :

Le thym a un large spectre d'utilisation parmi lesquelles on cite :

- La fabrication de savons, parfums et nettoyeurs.
- Une herbe antispasmodique et diluant qui réduit les flatulences.

- Soulagement des symptômes de la bronchite, l'inflammation des voies respiratoires, Les maladies gastro-intestinales et pour traiter la stomatite, la laryngite et les plaies cutanées superficielles.
- Les herbes séchées sont utilisées pour aromatiser les viandes, les conserves et les sauces(Chikhoun, 2007).

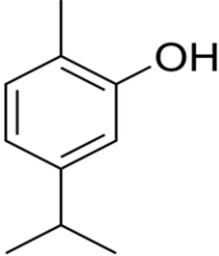
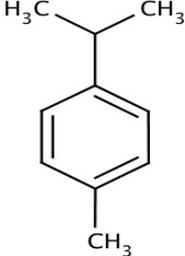
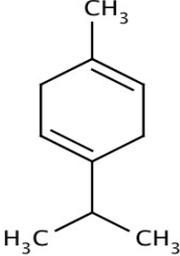
5-Composition chimique d'huile essentielle (tableau 02):

L'huile essentielle de thym extraite à l'échelle industrielle par entraînement à la vapeur sous pression est d'abord analysée par chromatographie en phase gazeuse avec détecteur à ionisation de flamme (GC-FID) pour déterminer son chromatogramme. Pour une identification plus exhaustive des composés aromatiques, l'HE a été analysée par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS) (Boukhatem et al., 2014).

Tableau 02 : Composition chimique de l'huile essentielle du *Thymus vulgaris*.

N°	Composés	%	IR
Monoterpènes hydrocarbonés		13,5	
1	α -Terpinène	0,28	1019
2	<i>p</i> -Cymène	8,15	1028
3	<i>trans</i> -Ocimène	0,11	1052
4	γ -Terpinène	4,96	1065
Monoterpènes Oxygénés		85,52	
5	Linalool	1,44	1123
6	Terpin-4-ol	0,05	1179
7	Thymol	0,23	1302
8	Carvacrol	83,8	1318
Sesquiterpènes		0,13	
9	Aromadendrène	0,06	1439
10	α -Humulène	0,03	1454
11	γ -Cadinène	0,01	1513
12	δ -Cadinène	0,03	1542
Autres composés oxygénés		0,19	
13	Carvacrol méthyle ether	0,19	1282
Composés Oxygénés totaux		85,71	
Composés non Oxygénés totaux		13,63	

Tableau 03 : Structure chimique des composés majoritaires identifiés dans l'essence aromatique du *Thymus vulgaris*.

Structures			
Nomenclatures	Carvacrol	<i>p</i> -cymène	γ -terpinène
Synonymes	2-methyl-5-(propan-2-yl) phenol	4-Isopropyltoluene	4-methyl-1-(1-methylethyl)-1,4-cyclohexadiene
Formules moléculaires	C ₁₀ H ₁₄ O	C ₁₀ H ₁₄	C ₁₀ H ₁₆

6-Propriétés d'Huile essentielle :

L'huile de thym est l'une des huiles commerciales les plus utilisées au monde et est connue pour ses nombreuses propriétés, telles que les conservateurs alimentaires, les antioxydants, les agents antibactériens et antifongiques. L'huile de thym est très efficace contre l'activité larvicide et possède de fortes propriétés antibactériennes, anti-inflammatoires et acaricides (Gupta et al., 2022).

Pour montrer les propriétés de ces huiles essentielles de thym, plusieurs expériences ont été réalisées :

- Propriétés antivirales

L'huile essentielle de thym a été testée contre le virus de l'herpès simplex (HSV) et son effet antiviral a été prouvé par Nolkemper et ses collaborateurs (2006).

Thymus vulgaris a démontré aussi une activité antivirale contre le virus de la grippe, le virus de la maladie de Newcastle, le virus du syndrome reproducteur et respiratoire porcin (PRRSV) et virus de la bronchite infectieuse (IBV), même si le mécanisme antiviral reste à préciser. A l'inverse, l'inhibition de la réplication du virus de l'immunodéficience humaine *in*

vitro par le *Thymus vulgaris essential oil* (TEO) a été élucidée (Catella et al., 2021).

- Propriétés antifongiques

Les résultats de (Giordani et al., 2004) ont montré que l'huile essentielle de chémotype de thym thymol renforçait l'effet antifongique de l'amphotéricine B, suggérant que cette huile essentielle pourrait être utile dans le traitement des maladies fongiques en plus des agents antifongiques.

- Propriétés anti-inflammatoires

Le thym est utilisé pour ses propriétés anti-inflammatoires et pour soulager certaines douleurs.

Les résultats de l'évaluer l'activité anti-inflammatoire des huiles essentielles de prouvent que les huiles essentielles possédaient des activités anti-inflammatoires, réduisant considérablement les scores microscopiques et macroscopiques de colite (Pérez et al., 2011).

- Propriétés antioxydants

Des études sur l'activité antioxydante des huiles essentielles utilisant des méthodes de piégeage des radicaux libres ont montré que l'huile essentielle de thym a une forte activité antioxydante (Ismaili et al., 2017).

Selon l'étude de (Zeghad et Merghem, 2013) l'HE de *T. vulgaris* a une grand activité anti oxydante en raison, de la présence de plusieurs composés, tels que le thymol, le thymol-méthyl-éther, le linalool et le carvacrol, dans leur compositions chimiques.

Chaib (2021) a analysé l'activité antioxydante de l'huile essentielle vis-à-vis la méthode de l'inhibition du radical 1,1- Diphényl-2-picryl-hydrazyle(DPPH) dont cette dernière a donné un pourcentage d'inhibition de DPPH égale à 95,88%.

- Propriétés antibactériennes :

L'huile essentielle de thym a une activité bactéricide, c'est-à-dire qu'elle interfère avec la reproduction des bactéries contre tous les micro-organismes (Moroi et Sato, 1975).

Sur la base de l'expérience de (Cheurfa et al., 2013) les composés volatiles de thym a démontré une forte activité antibactérienne contre cinq bactéries pathogènes (*Escherichia coli*, *Bacillus cereus*, *Citrobacter freundii*, *Klebsiella pneumoniae* et *Staphylococcus aureus*) et l'utilisation de cette huile de thym peut mieux protéger l'homme contre les bactéries qui causent la gastro-entérite.

Des chercheurs de l'Université de Gand, en Belgique, ont étudié les effets des huiles essentielles de basilic et de thym et leurs principaux constituants. Ils ont testé leur effet sur le

Développement de *Shigella* par des méthodes de diffusion sur des gels d'agar et directement sur la laitue. Selon leurs résultats, l'application d'une solution d'HE de thym à 0,5 % a réduit significativement la population bactérienne. La purification a amené la population à des niveaux indétectables en augmentant la concentration à 1 % (**Zarnovican, 2004**).

Des découvertes récentes ont montré que l'activité antimicrobienne de l'HE de thym dépend de la composition en pourcentage de ses principaux composants. Les HE avec un pourcentage élevé de monoterpènes phénoliques, principalement du thymol, ont les propriétés antibactériennes les plus fortes (**Kowalczyk et al., 2020**).

- Propriétés insecticides

Les résultats de Heffaf (2013) ont confirmé que l'huile essentielle de Thym présentent une activité insecticide due à la présence du thymol qui est un constituant active de certains insecticides botaniques.

Szczepanik et ses collègues (2012) ont évalué L'activité insecticide du thymol, du carvacrol et de l'huile de thym volatile en laboratoire contre une variété de stades larvaires, Complètement différents de petits vers de farine Les stades larvaires précoces et tardifs ont augmenté dans les régimes contenant une ou deux solutions d'acétone des composés testés.

L'activité insecticide de l'huile volatile de thym et des monoterpènes purs contre les larves *d'A. diaperinus* dépendait de la dose et de l'âge des larves. La croissance des jeunes larves a été considérablement affectée, alors que celles de stade larvaire plus ancien était moins influencé et uniquement par les composants de l'huile pure. Chez les jeunes larves, l'application d'huile de thym à 1 %, de thymol et de carvacrol a entraîné une Mortalité de 50,0, 86,67 et 85% respectivement (**Szczepanik et al., 2012**).

- Basilic

1-Description botanique :

Le basilic est une plante herbacée pouvant atteindre 30 à 60 cm de hauteur, son odeur et sa saveur sont fortement aromatiques. Sa culture exige un climat chaud et ensoleillé, un sol irrigable, riche en matières organiques(**Dupont et Guignard, 2012**).

- les tiges : anguleuses et ramifiées portent des feuilles opposées de forme ovale à oblongue et couleur généralement verte à l'aspect brillant.
- Les feuilles : sont nombreuses, opposées pétiolées de forme ovale, lancéolée et ailées. Elles sont longues de 2 à 5 cm, entières ou dentées et ciliées sur les bords, de couleur verte pale à verte foncée(**Belkamel et al., 2008**).



Figure 02 : Photographie du basilic *Ocimum basilicum* L.(Anonyme 02).

2-Noms et synonymes :

Le basilic (*Ocimum basilicum* L.) appartient au genre *Ocimum* et à la famille des Lamiaceae ou Labiées, Les *Ocimum* ont pour nom commun le basilic. Le mot basilic, à l'origine, vient du grec *basilikon* qui signifie plante royale. Il faut noter que plusieurs noms et synonymes lui sont attribués dans la littérature(**Boullard, 2001**).

Table 04 : les noms et les synonymes d'*Ocimum basilicum* (Duke et al., 2002 ; Aït Youssef, 2006 ; Chalchat et Özcan, 2008).

Nom scientifiques	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Ocimum basilicum. L</i>
Synonymes	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Ocimum basilicum var.</i> • <i>Glabratum benth, Ocimum basilicum var.</i> • <i>Majus benth</i>
Noms vernaculaires	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Lahbeq.</i> • <i>Habeq.</i> • <i>hamahim.</i>
Autres noms	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Basilic.</i> • <i>Basilic commun.</i> • <i>Basilic officinal.</i> • <i>Basilic de jardin.</i> • <i>herbe aux sauces.</i> • <i>Pisto ou pesto (en Italie).</i> • <i>Reyhan (en Turquie).</i>

3- Taxonomie :

La classification de la plante *Ocimum basilicum.L* dans la systématique est donnée dans le tableau suivant :

Tableau 05 : Classification d'*Ocimum basilicum* (Christopher, 2009).

Règne	Plantae.
Division	Magnoliophta.
Classe	Magnoliopsida.
Ordre	Lamiales.
Famille	Lamiaceae.
Genre	<i>Ocimum.</i>
Espèce	<i>Ocimum basilicum L.</i>

3-Origine et distribution:

Le basilic (*Ocimum basilicum L.*) C'est une plante herbacée annuelle originaire de l'Inde et de l'Asie tropicale qui s'est acclimatée en Europe tout au début des temps historiques(Aït Youssef, 2006).

Actuellement, elle pousse à l'état sauvage dans les régions tropicales et subtropicales, incluant l'Afrique centrale et le Sud-Est d'Asie (Simon et al., 1999). Cette espèce cultivée depuis plusieurs décennies pour son utilisation médicinale et aromatique, est commercialisée dans de nombreux pays à travers le monde, dont la France, la Hongrie, la Grèce et d'autres pays du Sud de l'Europe, l'Égypte, le Maroc et l'Indonésie. Elle pousse également dans plusieurs États américains, dont l'Arizona, le Nouveau-Mexique et en Caroline du Nord, ainsi qu'en Californie, où une qualité supérieure de feuille est cultivée(Peter, 2012).

4-Principales utilisation du basilic :

Le basilic est une herbe aromatique qui est largement utilisée comme additif d'arômes dans les aliments, les produits pharmaceutiques et cosmétiques(Seung-Joo et al., 2005).

La plante fraîche et en particulier ses feuilles sont réputées pour avoir une action répulsive contre la plupart des insectes, et surtout les moustiques. C'est pourquoi on la trouve souvent, en pot, dans les maisons près des entrées et des fenêtres(Aït Youssef, 2006).

Traditionnellement, le basilic a été utilisé comme plante médicinale dans le traitement des maladies nerveuses, les vertiges, les coliques, la constipation, les ballonnements, la coqueluche, les migraines d'origine nerveuse ou gastrique et les aphtes(Moro-Buronzo, 2008;Ngom et al., 2013). Généralement utilisé pour le traitement des crampes d'estomac, les diarrhées, la constipation, les angines, la toux, le dysfonctionnement du rein, la bronchite, les affections pulmonaires, les rhumatismes, l'inflammation, les maux de tête, l'hypertension et comme contraceptif, le thé de cette plante est également décrit comme un traitement contre la dysenterie et la nausée. Les huiles de cette plante est bénéfique pour le soulagement des spasmes rhinite, la fatigue mentale, ainsi, comme un traitement de premiers soins pour les piqûres de guêpes et morsures de serpent (Mueen et al., 2015).

Les feuilles d'*Ocimum basilicum* sont utilisées dans la médecine traditionnelle comme tonique, stimulant, carminatif, stomachique, antispasmodique, antiviral et vermifuge (Paul, 2001).

5- Propriétés d'*Ocimum basilicum* :

- Propriétés antioxydants

L'extrait des feuilles de basilic fraîches provoque l'élévation de la réponse enzymatique antioxydant par l'augmentation de façon importante de l'activité du glutathion hépatique réductase et du Superoxyde dismutase. L'activité antioxydant a été également expliquée par le niveau de teneurs en composés phénoliques et flavonoïdes dans l'extrait(Dasgupta et al., 2004).

Les activités antioxydantes in vitro de l'extrait éthanolique, de tétrachlorure de carbone et de chloroforme d'*O. basilicum* ont été évaluées en utilisant un dosage de piégeage des radicaux DPPH, hydroxyle et oxyde nitrique et un dosage du pouvoir réducteur. L'extrait éthanolique d' *O. basilicum* a montré plus d'activité antioxydante que les antioxydants standard(Khosro et al.,2012).

Pour étudier l'effet antioxydant de la formulation, une formulation contenant 3 % de l'extrait concentré de basilic a été testée. La formulation a montré des effets importants sur le volume d'humidité de la peau, la rugosité de la peau, les rides de la peau, la desquamation de la peau et la douceur de la peau et a montré une augmentation importante de l'énergie. Les résultats ont révélé que la formulation contenant de l'extrait de basilic exerce des effets anti-âge après application topique (Rasul et Akhtar, 2011).

- Propriétés antibacteriennes

Les extraits obtenus à partir d'*Ocimum basilicum* ont une riche source de composés aromatiques et d'huiles volatiles qui contiennent une variété de composés et ces composés possèdent une activité antimicrobienne (Okazaki et al., 1998 ; Yamasaki et al., 1998),Il a été démontré que l'huile essentielle d'*O.basilicum* a un effet inhibiteur sur *Aspergillus ochraceus*(Mz et Jc,1999).

L'étude de (Karthika et al., 2017) a montré que l'extrait de basilic à différentes concentrations allant de 100, 200 et 300 µg / mL ,inhibe la croissance de différentes souches bactérienne à savoir (*Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa* et *Bacillus subtilis*).

- Propriétés analgésiques et Anti-inflammatoires

L'extrait méthanolique de feuilles d' *O.basilicum* a montré une activité analgésique à une concentration de 200 mg/Kg évaluée chez des souris Swiss Albinos et ses activités analgésiques étaient comparables à celles de l'aspirine (Golak et al., 2010).

- Propriétés antivirales

Les parties aériennes de la plante *Ocimum basilicum* ont une action inhibitrice de la substance exterminée contre le cytopathogène induit par le virus de l'immunodéficience humaine (VIH -1) (**Yamasaki et al., 1998**). En outre, l'extrait aqueux de cette plante joue un rôle dans l'inhibition de la formation des cellules géantes en culture avec infection par le VIH, ainsi que la transcriptase inverse du VIH1 (**Rubab et al., 2017**).

Chapitre II
Encapsulation

Chapitre II : Encapsulation

1-Historique :

Les premiers produits encapsulés sont apparus dans les années 1950, avec la production de papier autocopiant sur lequel étaient fixées des microcapsules contenant de l'encre. Lorsqu'elles sont pressées, ces microcapsules doivent s'ouvrir, libérant les substances protégées. Aujourd'hui, les applications des capsules sont nombreuses et touchent les domaines chimiques, agricoles, pharmaceutiques et autres Textiles et Peintures (Kerdudo, 2014).

2-Définition de l'encapsulation :

L'encapsulation est une technique qui a pour but de piéger un produit spécifique ou d'un mélange de composés à l'aide de matériaux choisis. Les substances qui seront encapsulées peuvent être des liquides, des solides ou des gaz. En général, ce sont des principes actifs qui sont sensibles à des facteurs environnementaux particuliers et qui ont une activité bien définie.

Les matériaux d'encapsulation sont principalement des polymères naturels ou synthétiques, ou des molécules amphiphiles en raison de leur double polarité. Les produits d'encapsulation se présentent souvent sous deux formes différentes :

- ✓ Capsule : "particules réservoirs" dont le noyau structural contient un principe actif liquide ou solide. Le noyau est entouré d'un matériau de revêtement qui forme un film solide.
- ✓ Sphères : Particules comprenant un réseau polymère ou lipidique continu constituant une matrice, dans laquelle de fins composés actifs sont dispersés sous forme de molécules, de particules fines et solides ou de gouttelettes de solution (Benoit *et al.*, 2007).

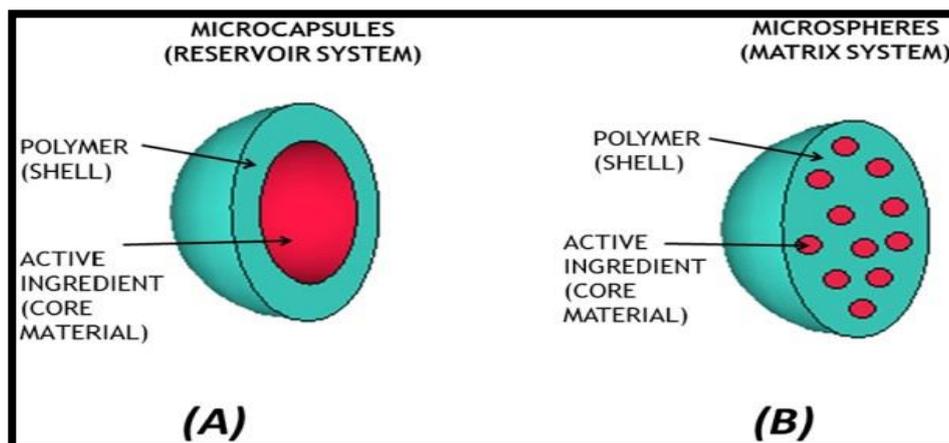


Figure 03 : Morphologie de microparticules (Paulo et Santos, 2017).

3-Techniques d'encapsulation :

3-1- Émulsification

L'émulsification membranaire est une technique intéressante pour encapsuler des principes actifs sensibles tels que les huiles essentielles via des émulsions huile-dans-eau (H/E), eau-dans-huile (E/H) et des émulsions doubles. Les émulsions d'eau (H/E/H) sont généralement préparées à l'aide d'homogénéisateurs à haute pression, d'ultrasons et de systèmes rotor/stator. Dans la zone de dispersion de ces machines, une contrainte de cisaillement élevée est appliquée pour déformer et briser les grosses gouttelettes en gouttelettes plus petites.(Alliod et Charcosset, 2020).

3-2- Liposomes

Les liposomes sont des particules colloïdales formées par des interactions hydrophiles-hydrophobes entre des composés lipidiques polaires (généralement des phospholipides) et des molécules d'eau. Pour préparer des liposomes, des molécules lipidiques polaires sont introduites dans un milieu aqueux, où les têtes polaires des groupes sont orientées vers l'intérieur et l'extérieur. Phases aqueuses, permettant la formation de bicouches lipidiques, l'interaction de ces bicouches avec l'eau induit l'organisation de vésicules sphériques(Mandaji et al., 2022).

3-3- Séchage par atomisation

Le séchage par atomisation, également appelé « *spray-drying* » est un processus continu qui transforme une formulation de départ liquide en une forme des microparticules sèche(Richard et benoit, 2000).

C'est la méthode de microencapsulation la plus largement utilisée dans l'industrie alimentaire en raison de sa simplicité, de son faible coût, de son échelle industrielle et son efficacité

Le processus de séchage par atomisation est divisé en quatre étapes séquentielles(Santos et al., 2017):

Atomisation de la solution : Cette étape permet de transformer la formulation liquide en aérosol. Ce phénomène se traduira par une augmentation de la surface de contact entre le solvant et le milieu de séchage, diminuant la résistance au transfert de goutte de solvant vers le milieu environnant. L'étape d'atomisation est essentielle dans ce processus car elle affecte le volume, la distribution de taille de goutte, et donc la forme et la taille des particules, ainsi que les propriétés finales de produit.

- ✓ **Contact entre l'aérosol et le gaz de séchage** : cette étape consiste à mettre l'aérosol nouvellement formé en contact avec un gaz de séchage chauffé. provoquera une évaporation uniforme du solvant à la surface des gouttes
- ✓ **Evaporation du solvant** : lorsque la goutte est soumise à un flux de gaz chaud, une évaporation rapide du solvant se produit.
- ✓ **Récupération du produit final.**

3-4- Lyophilisation

La lyophilisation, également appelée la cryodésiccation, est un processus simple utilisé pour la déshydratation des matériaux et les composés bioactifs thermosensibles comme des huiles. Avant de sécher, l'huile est dissoute dans l'eau et congelée (entre -90°C et -40°C) avant le séchage puis la pression environnante est réduite et une chaleur assez ajoutée pour permettre à l'eau glacée de sublimer (passe directement de la phase solide à la phase gazeuse) dans le matériau sans le faire fondre (**Oetjen et Haseley, 2004**).

3-5- Polymérisation

La micro encapsulation polymérique est définie comme la polymérisation de monomères autour de gouttelettes dispersées contenant l'espèce active, formant un film solide autour d'elles. Il est divisé en deux sous-catégories. D'une part, la polymérisation in situ, dans laquelle des monomères sont ajoutés à la phase continue et, d'autre part, la polymérisation interfaciale, dans laquelle un monomère est dissous dans la phase continue et l'autre dans la phase dispersée (**Richard et Benoit, 2000**).

La polymérisation interfaciale est l'une des méthodes de microencapsulation les plus utilisées en raison de la haute résistance et de la bonne stabilité des microparticules produites. Il procède avec la phase contenant le monomère en quatre étapes séquentielles suivantes (**Lorine, 2019**).

- Disperser la phase contenant la matière active et le monomère B dans une phase continue contenant le monomère A.
- Les monomères de chaque phase diffusent à l'interface et leur contact initie la polymérisation.
- Formation de la membrane primaire Au fur et à mesure de la réaction de polymérisation.
- Formation d'une membrane protectrice autour de la matière active.

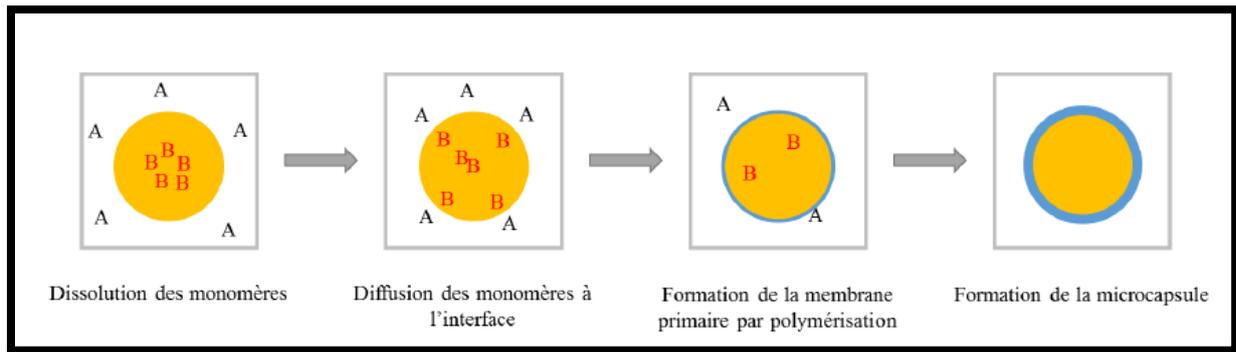


Figure 04 : Représentation schématique des étapes de la microencapsulation par polymérisation interfaciale (Lorine, 2019).

3-6- Coacervation

Le terme coacervat provient du mot latin « *coacervus* », ce qui implique un processus d'association. Le phénomène, la coacervation, a été décrit pour la première fois en 1911 et utilisé pour la première fois en 1623 (Lemetter et al., 2009), le processus de coacervation est classé en deux types :

3-6-1- La coacervation simple :

La coacervation simple se rapporte aux procédés faisant intervenir la désolvation d'un seul polymère, le polymère est relargué par l'action d'électrolytes, tels que le sulfate de sodium, ou par l'addition d'un solvant non miscible à l'eau, tel que l'éthanol, ou en augmentant et diminuant la température. Ces conditions favorisent les interactions macromolécule-macromolécule (Ocak et al., 2011). Et la formation des deux phases liquides : l'une riche en polymère appelée coacervat et l'autre pauvre en polymère.

L'encapsulation d'un principe actif ne s'opérera que dans des conditions strictes de coacervation pouvant être déterminées en établissant un diagramme ternaire. Sur ce diagramme faisant apparaître le solvant, le polymère et l'agent de coacervation, seule une surface déterminée appelée fenêtre de stabilité matérialise l'obtention de gouttelettes de coacervat suffisamment stables pour permettre l'encapsulation d'un principe actif (Benoit et al., 2007).

3-6-2- La coacervation complexe :

La coacervation complexe résulte des interactions électrostatiques de biopolymères de charges opposées dans un milieu aqueux, conduisant à une séparation en deux phases, une phase coacervat dense riche en polymère et l'autre phase liquide appauvrie en polymères (Tavares et Noreña, 2020). La technique de coacervation complexe peut être appliquée à de nombreux composés insolubles dans l'eau tels que les acides gras, les vitamines liposolubles et les huiles essentielles (Dhakal et He, 2020).

Le processus de coacervation complexe est un système en trois phases impliquant le solvant, la matière active et la matière de revêtement. En général, cela comporte quatre étapes:

préparation d'une solution aqueuse de deux ou plusieurs polymères. La solution est généralement préparée au-dessus de la température de gélification et au-dessus du point Isoélectrique de la protéine.

- mélanger la phase hydrophobe à la solution aqueuse d'un polymère, généralement une solution de protéines, et homogénéiser le mélange résultant afin qu'une émulsion stable est produite.
- changement de pH et de température à un certain niveau requis pour induire la coacervation et la séparation de phases.
- durcissement des matrices polymères en utilisant une température élevée, agent de désolvatation ou agent de réticulation(**Timilsena et al., 2019**).

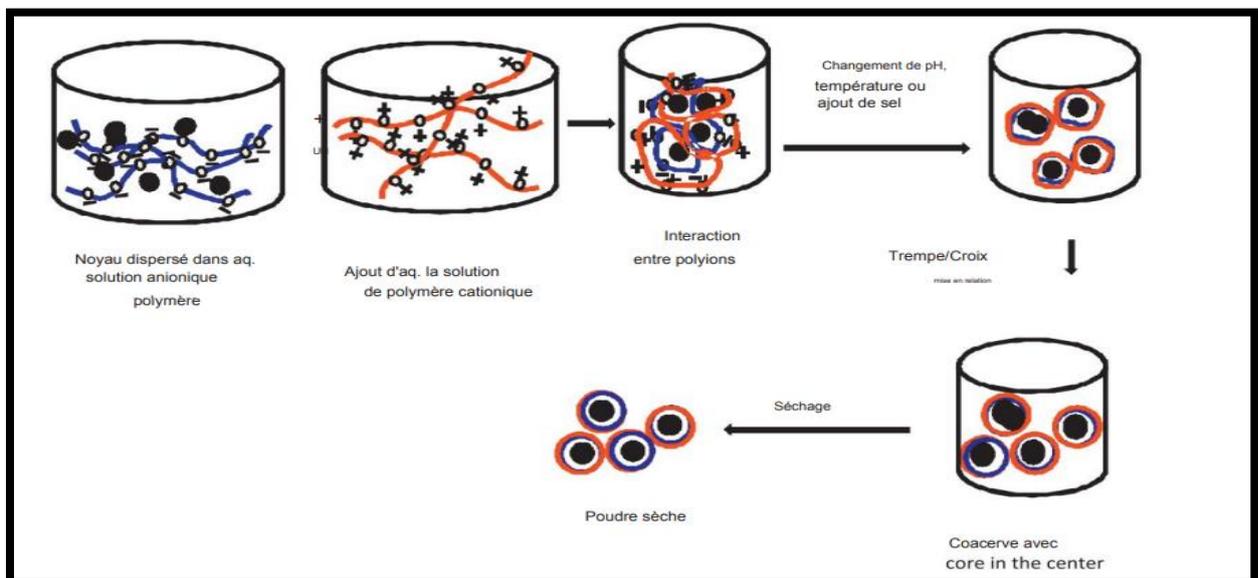


Figure 05 :Représentation schématique du processus de coacervation complexe appliqué à l'encapsulation d'ingrédients actifs(Timilsena et al., 2019).

3-6-2- A-formation, propriété et caractéristiques du coacervat :

La coacervation complexe est un phénomène de séparation de phase associative induit par des interactions électrostatiques entre au moins deux polymères, généralement une protéine et un polysaccharide portant des charges opposées(**Cooper et al., 2005**). Mais d'autres interactions faibles, telles que les liaisons hydrogènes et les interactions hydrophobes, peuvent contribuer à la formation de coacervation (**Ghosh et Prasun, 2012**).

La coacervation complexe se produit entre le polysaccharide et la protéine. La différence entre le point isoélectrique et le pH de la solution crée des interactions qui conduisent à la formation des complexes solubles neutres montrant une interaction attractive (Pathak et al., 2017).

Le coacervat est une phase liquide où les protéines et polysaccharides diffusent indépendamment (Weinbreck et al., 2004). La structure des coacervats est dynamique, les interactions augmentent avec la densité de charge et diminuent par l'augmentation de la force ionique (De Kruif et al., 2004).

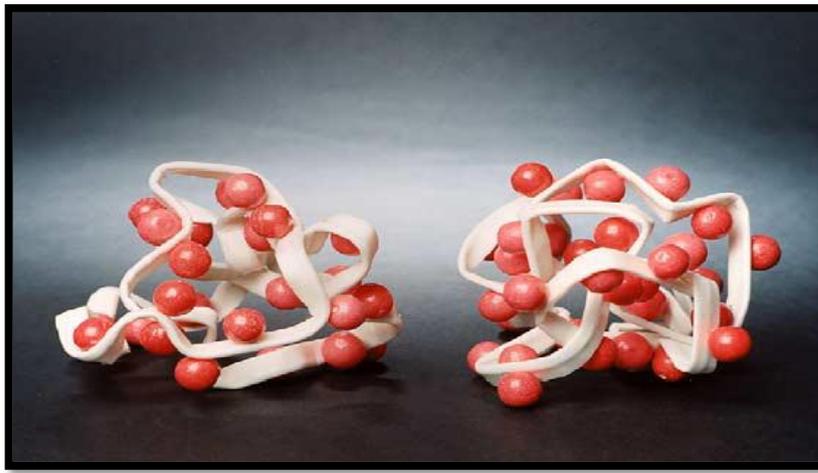


Figure 06 : schéma représentant des complexes gomme arabique et h-lactoglobuline (de Kruif et al., 2004).

3-6-2-B- Facteurs influençant la formation des coacervats :

Le processus de coacervation complexe est affecté par de nombreux facteurs les principaux sont :

- **pH**

Le pH est le principal paramètre influençant le phénomène de coacervation complexe. En effet, les interactions entre protéines et polysaccharides sont observées lorsque ces deux polymères portent des charges électriques opposées, c'est-à-dire lorsque le pH de la solution est inférieur au point isoélectrique de la protéine (Burgess et Carless, 1984).

Le pH a un rôle important dans le phénomène de coacervation complexe entre les protéines et les polysaccharides puisqu'il contrôle le degré d'ionisation des groupements des chaînes latérales des protéines, mais aussi celui des groupements carboxyliques des résidus polysaccharidiques. Pour cette raison, lorsque l'on considère par exemple un mélange composé d'une protéine et d'un polysaccharide anionique, le maximum de coacervation sera obtenu pour des $\text{pH} < \text{pH}_i$ de la protéine qui portera alors un excès de charges positives.

Le point de neutralisation totale du nombre de charges portées par les deux biopolymères correspond au pH d'équivalence électrique (EEP), pH pour lequel l'intensité d'interaction électrostatique est maximale (**Burgess, 1990**).

La sensibilité de la coacervation complexe envers le pH est telle que des variations de pH de l'ordre de 0,5 unité pH sont suffisantes pour que le phénomène de séparation de phase soit réduit de manière significative. Cela a été particulièrement bien mis en évidence dans le cas du mélange composé d'albumine et de gomme d'acacia (**Burgess et Singh, 1993**), et l'influence de pH sur volume de coacervat a été observée par(**Burgess et Carless, 1984**).

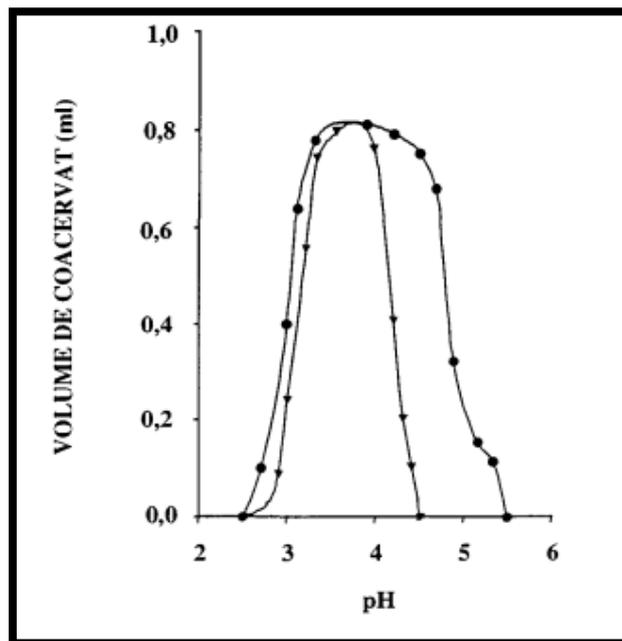


Figure 07 : Influence du pH sur le maximum de coacervation complexe dans des mélanges gélatine/gomme d'acacia à une concentration totale en biopolymères de 1% gélatine A (type acide) gélatine B (type basique) (**Burgess et Carless, 1984**).

- **La force ionique**

Le nombre d'ions présents dans un mélange de biopolymères est un paramètre très important car celui-ci intervient dans les composantes entropique et enthalpique de l'énergie libre de mélange(**Tolstoguzov, 1998**). Lors de l'étude de la coacervation complexe entre la myoglobine et des polysaccharides anioniques, (**Imeson et al., 1977**)ont montré que l'augmentation de la force ionique entraînait une perte de réaction protectrice du polysaccharide pour la protéine qui était alors dénaturée après traitement thermique.

La coacervation complexe est généralement favorisée à de faibles forces ioniques. Ceci s'explique par le fait que les ions vont avoir tendance à modifier la conformation de la molécule par un effet de «*salting-in* », ce qui va permettre l'exposition de nouveau groupements réactifs et favoriser l'interaction avec le polysaccharide.

Ce type de phénomène a été mis en évidence pour le système gélatine/gomme d'acacia, pour lequel le maximum de coacervation n'était pas obtenu à force ionique nulle mais à 10mM (Burgess, 1990).

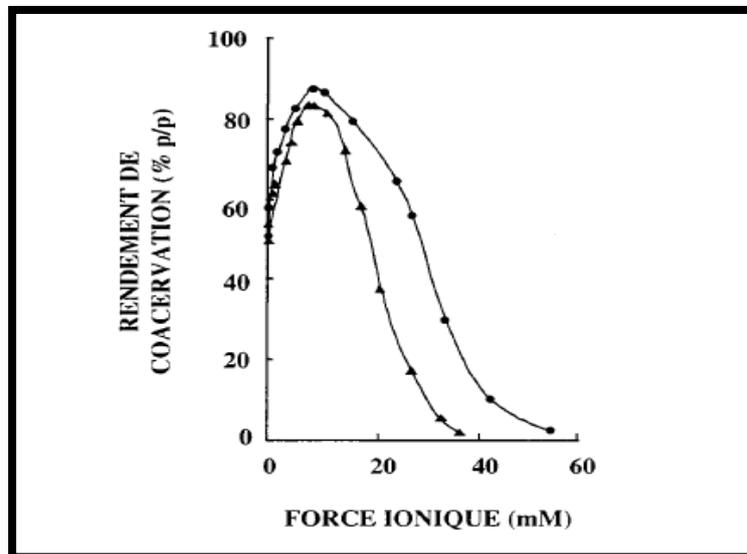


Figure 08 : Influence de la force ionique sur le maximum de coacervation complexe dans des mélanges gélatine/gomme d'acacia à une concentration totale en biopolymère de 1 % gélatine A (type acide), gélatine B (type basique) (Burgess, 1990).

- **Le Ratio des biopolymères**

Le ratio massique protéine: polysaccharide (Pr : Ps) a une très grande importance sur le phénomène de séparation de phase par coacervation complexe. En effet, à un pH et à une force ionique donnés, le ratio massique Pr: Ps va conditionner la neutralisation des charges entre les deux macromolécules (Xia et Dubin, 1994). Si les complexes sont de type stoechiométriques, c'est à dire que la neutralisation est obtenue pour des ratios de 1 : 1, tout ratio supérieur ou inférieur aura pour effet de solubiliser ces complexes et donc de diminuer la formation de coacervats (Kaibara et al., 2000).

L'influence du ratio de mélange sur la formation de complexes a particulièrement bien été mise en évidence dans le cas d'un mélange entre de la gélatine et du poly(styrènesulfonate) de sodium, à pH 5,65 et à une force ionique de 10mM (Bowman et al., 1997).

La concentration en polymères peut être un paramètre important de la coacervation complexe car une concentration optimale existe, où la coacervation complexe est maximale (Weinbreck et al., 2003).

- la température

De nombreux effets thermodynamiques dépendent de la température. Lorsque la température baisse, la séparation de phase associative est favorisée car le paramètre d'interaction de *Flory-Huggins*, varie inversement proportionnellement à la température. De plus, de nombreuses Interactions non-coulombiennes sont influencées par la température. Par exemple, l'établissement de liaisons hydrogènes est favorisé par une diminution de la température alors qu'au contraire les liaisons hydrophobes ou covalentes ont favorisées par une augmentation de celle-ci. L'explication de cet effet repose dans l'exposition de groupements réactifs de la protéine après qu'elle ait subi des modifications conformationnelles induites par des traitements thermiques. Il est à noter que certains polysaccharides comme la gomme xanthane ou les carraghénanes subissent également de telles modifications structurales qui peuvent les faire passer dans des états plus ou moins ordonnés (**Bourriot, 1999 ; Langendorff et al., 2000**), dans certains cas un traitement thermique des mélanges macromoléculaires, permet de stabiliser les complexes obtenus par création de nouvelles zones de liaison (**Sanchez et Paquin, 2017**). Une étude concernant l'effet de la température sur la formation de complexes électrostatiques entre Albumine de sérum bovin (ASB) et l'alginate a été réalisée par Analyse enthalpique différentielle (AED) et chromatographie d'exclusion (**Harding et al., 1993**).

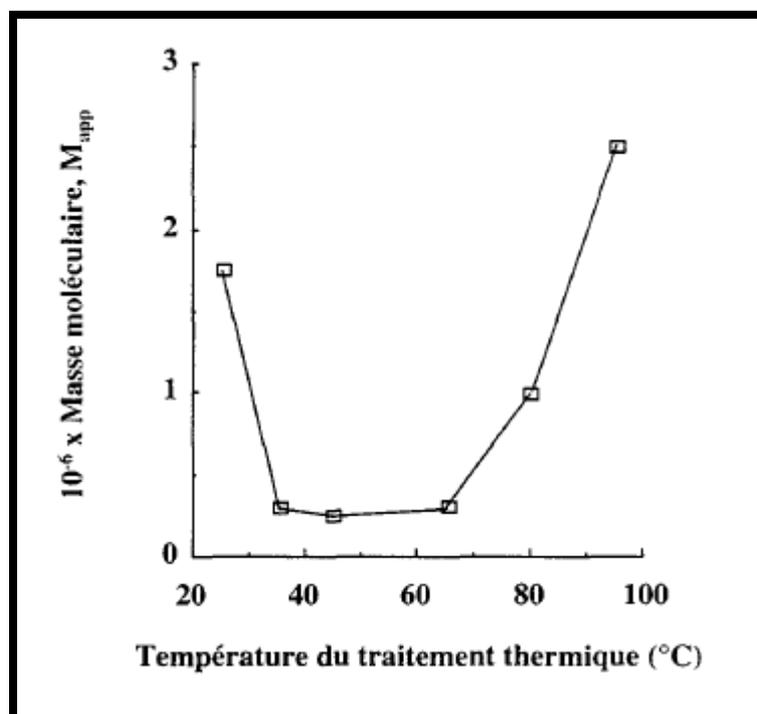


Figure 09 : Influence de la température sur la masse moléculaire apparente des complexes ASB/alginate (pH 6,8, force ionique 0,1 M, ratio Pr: Ps 1 : 1) (**Harding et al., 1993**).

3-6-2-C- La nature des polymères :

Les polymères utilisés comme matériaux de revêtement peuvent être d'origines diverses : naturelles, synthétiques et semi/synthétiques.

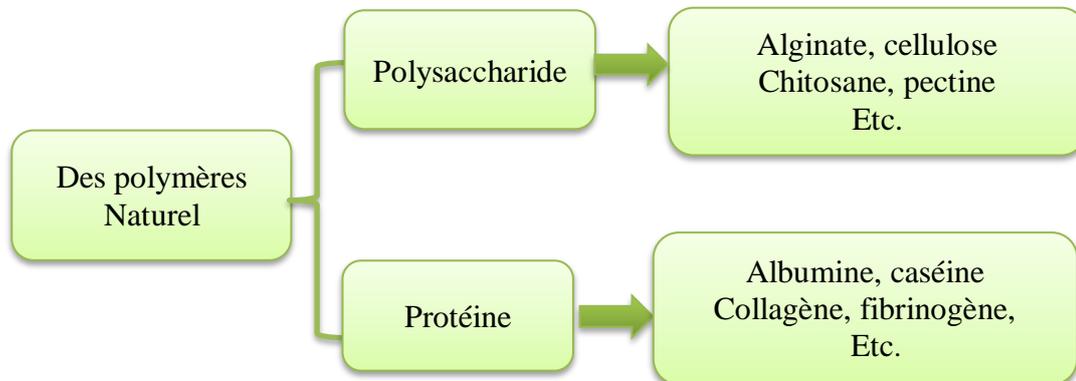


Figure 10 : Exemples de quelques polymères naturels(Parameswaranpillai et al., 2022).

De nombreux couple de polymères ont été étudiées parmi ces couples de polyélectrolytes on trouve gélatine/gomme acacia(Madan et al., 1972), héparine/gélatine(Tsung et Burgess, 1997) gomme xanthane/chitosane (Argin-Soysal, 2009) , protéine de soja/pectine(Mendanha et al., 2009), pectine/gélatine, alginate/gélatine(Saravanan et Rao, 2010), alginate/chitosane(Lucinda-Silva et al., 2010),protéine de soja/gomme d'acacia(Jun-xia et al., 2011),pectine/caséine(Baracat et al., 2012).

4- Les polymères les plus utilisées en alimentaire :

✓ Pectine :

La pectine est une famille de polysaccharides complexes présents dans toutes les parois cellulaires primaires des plantes, les pectines sont des extraites des plantes (pépins des tomates, écorces d'agrumes et betteraves, pulpes de pommes)(Ridley et al., 2001).

Les pectines sont très largement utilisées dans l'industrie agroalimentaire et pharmaceutique, pour leurs propriétés gélifiantes stabilisantes où viscosifiantes. Le squelette de la pectine est composé majoritairement d'unités d'acide D-galacturonique reliées en α -(1→4) par des liaisons glycosidiques et de faibles quantités de α -L-rhamnose plus ou moins ramifiés. (Fishman et al., 1999).

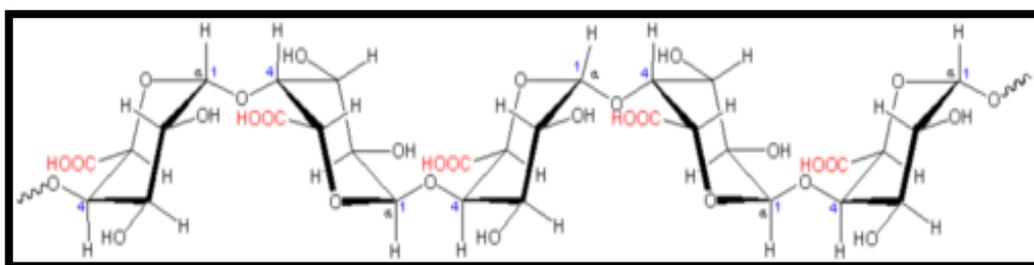


Figure 11 : Structure de l'acide polygalacturonique des pectines (Anonyme 03).

✓ **Caséine :**

C'est un polypeptide complexe, qui est formé par polycondensation de différents acides aminés principalement la leucine, la proline, l'acide glutamique et la sérine. Les caséines se caractérisent par leur faible solubilité à pH 4,6 (après acidification ou action de présure), elles se distinguent par la répartition des charges et la sensibilité à la précipitation du calcium Elle correspond à une fraction micellaire représentant près de 80% des protéines du lait. Les micelles sont chargées et fortement électrostatiques la répulsion les empêche de s'agglutiner (Dijon et Jean, 1993).

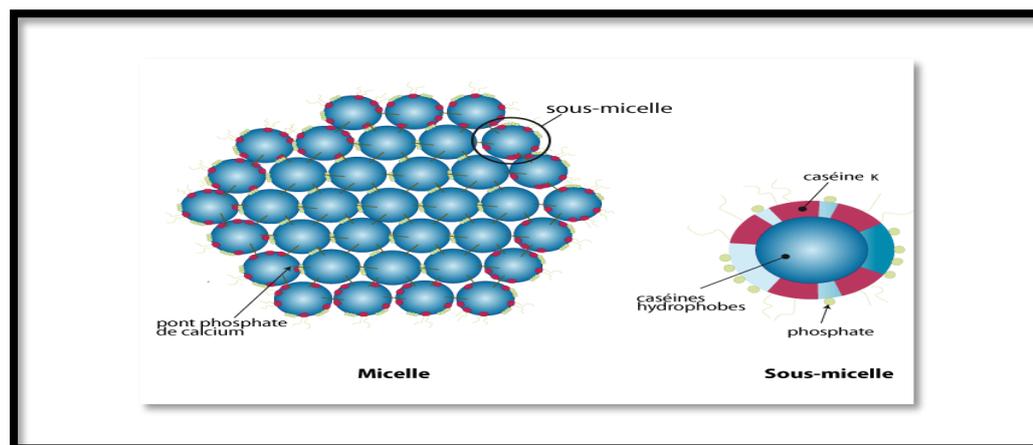


Figure 12 :Représentation schématique de la micelle de caséine(Anonyme 04).

✓ **protéines de soja**

Les graines de soja sont composées d'une fraction importante de protéines (35-45 %), composée majoritairement de glycinine et de conglycine (50-90 % des protéines totales) (Ruíz-Henestrosa et al., 2007). Les protéines de soja isolées et purifiées présentent des propriétés fonctionnelles intéressantes, comme des propriétés gélifiantes, tensioactives et émulsifiantes(Euston et al., 2009). Ces propriétés ainsi que leur solubilité dépendent fortement du pH, du traitement thermique, de la présence et la concentration de sels ou d'autres ingrédients. Les protéines obtenues à partir des tourteaux se trouvent sous la forme d'extrait protéique contenant également d'autres composants, comme des polysaccharides, des composés minéraux ou des lipides (Pastor et al., 2010).

✓ **Les carraghénanes**

Les carraghénanes sont des polysaccharides naturels obtenus à partir d'algues rouges, peuvent agir comme épaississant, gélifiant, et stabilisateur dans de nombreux aliments, produits pharmaceutiques et produits cosmétiques. Utilisés pour conférer une grande variété de textures, les carraghénanes apportent une image de produit naturel et sûr. D'un point de vue

chimique, le carraghénane présente des niveaux de sulfatation variables, qui conduisent à des fonctionnalités différentes allant du non gélifié à très visqueux, en passant par une forte gélification et une faible viscosité (Zamorano et Canivet, 2018).

✓ **gomme d'acacia**

La gomme d'acacia, également appelée gomme arabique, est en fait un polysaccharide naturelle d'origine végétale, extraite à l'origine de l'arbre *Acacia nilotica*, appartenant à la famille des Légumineuse. Récemment, la gomme d'acacia est largement extrait de deux espèces d'acacia, à savoir *Acacia seyal* et *Acacia senegal*, la gomme d'acacia est une gomme non toxique et biodégradable possède diverses propriétés physiques utiles telles qu'une solubilité élevée dans le milieu aqueux, une stabilité dans divers milieux de pH et une bonne capacité de gélification(Nayak et Hasnain, 2019).

Dans la structure de la gomme d'acacia, la chaîne principale est composée de résidus de galactose liés en 1-3. Sur cette chaîne principale se trouvent greffées, en position 1-6, des chaînes latérales composées d'a - L -arabinofuranose, a- L - rhamnopyranose, D-glucuronopyranose et 4 - 0 - methyl - D – glucuronopyranose(Stephen et al., 2006).

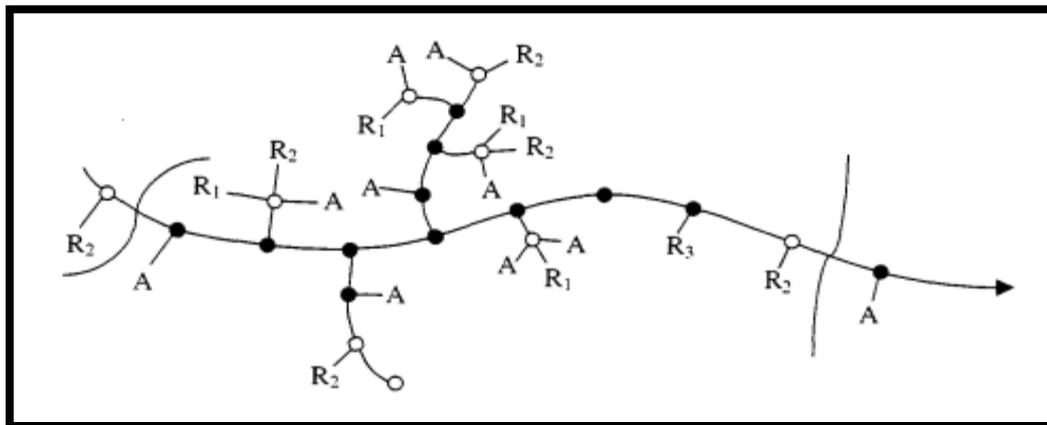


Figure 13 : Structure hypothétique de la gomme d'acacia(Stephen et al., 2006).

Partie
Pratique

Matériel et méthodes

Notre étude consiste à réaliser l'extraction des huiles essentielles de thym (*Thymus vulgaris*) et de basilic (*Ocimum basilicum*) par hydro distillation (dans un appareil de type Clevenger) et à les encapsuler.

Nous nous sommes également intéressés à l'encapsulation de l'huile essentielle du thym seule ou en association avec l'huile de basilic par coacervation complexe en utilisant des bio polymères.

1- Extraction d'huile essentielle de thym et de basilic :

Les matrices végétales utilisées sont le thym et le basilic séché, on a utilisé pour l'extraction les feuilles.

La plante (*Thymus vulgaris. L*) a été achetée chez un herboriste de la wilaya de Bejaia, cueillit en période de floraison dans la région de Toudja, wilaya de Bejaia et séchée à température ambiante. D'autre part, le basilic a été récolté en période de floraison dans la région de Lakhdaria, wilaya de Bouira, puis séchée et conservée à température ambiante.

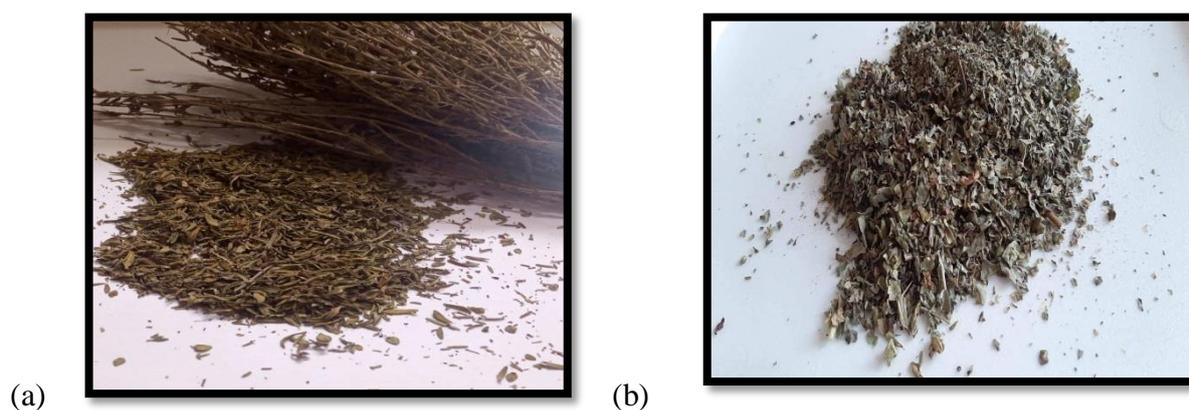


Figure 14: Photo des matrices végétales utilisées : (a) *Thymus vulgaricus* (b) *Ocimum basilicum*.



Figure 15: Montage utilisé pour l'extraction des huiles essentielles.

Le ratio (g de plante/ml d'eau) utilisé pour l'extraction de l'HET est de 50 g de matériel végétal avec 1 litre d'eau de source d'eau dans un ballon de 2 litres. Pour l'extraction de l'HEB, le ratio utilisé est de 50g/500ml. La durée totale de l'extraction est estimée entre 2 à 3 heures pour les deux plantes. La chaleur provoque d'une part l'évaporation de l'eau et d'autre part la libération de L'HE, cette dernière est entraînée par la vapeur d'eau et condensée au niveau du (réfrigérant) (**Clevenger 1928**). Le distillat est ensuite mis dans une ampoule à décanter.

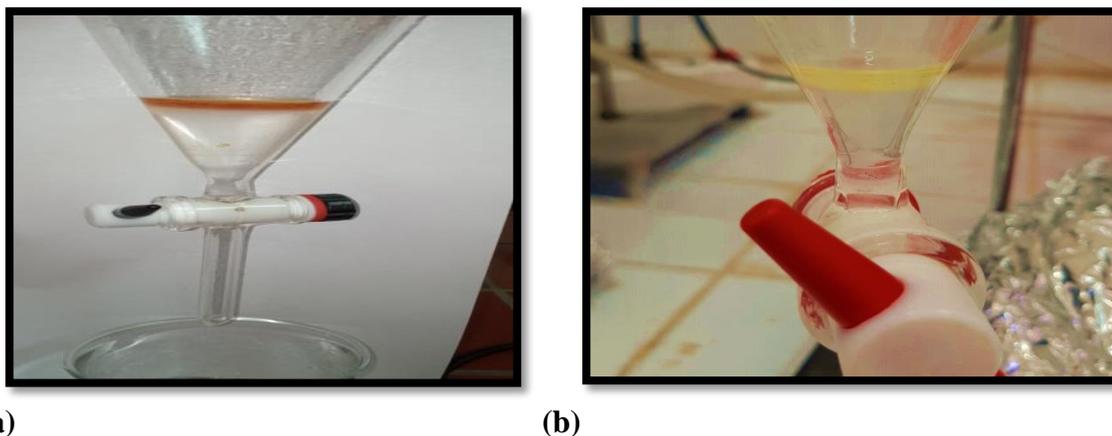


Figure 16 : Les deux phases de l'hydrolat et l'huile essentielle : (a) Thym, (b) Basilic.

Après décantation pendant une nuit complète l'eau est éliminée et l'huile essentielle est récupérée. Les huiles essentielles récupérées ont été complètement déshydratées à l'aide de sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4), Le sulfate de sodium est un composé chimique courant formé d'un ion sulfate et de deux ions sodium.

Enfin les huiles essentielles sont conservées à l'abri de la lumière dans un flacon en verre ambrés (flacons spécifiques pour les HS), bien fermé à une température de (0-4 °C).

1-1- Calcul du rendement d'extraction :

Le rendement en HE est le rapport entre le poids de l'huile extraite et le poids du matériel végétal utilisé (**Mrabet et al., 1999**).

Le rendement est exprimé en pourcentage (%) est calculé par la formule suivante :

Rd : Rendement.

Mi : Poids de L'huile essentielle extraite.

M0 : Poids de la matière végétale utilisée.

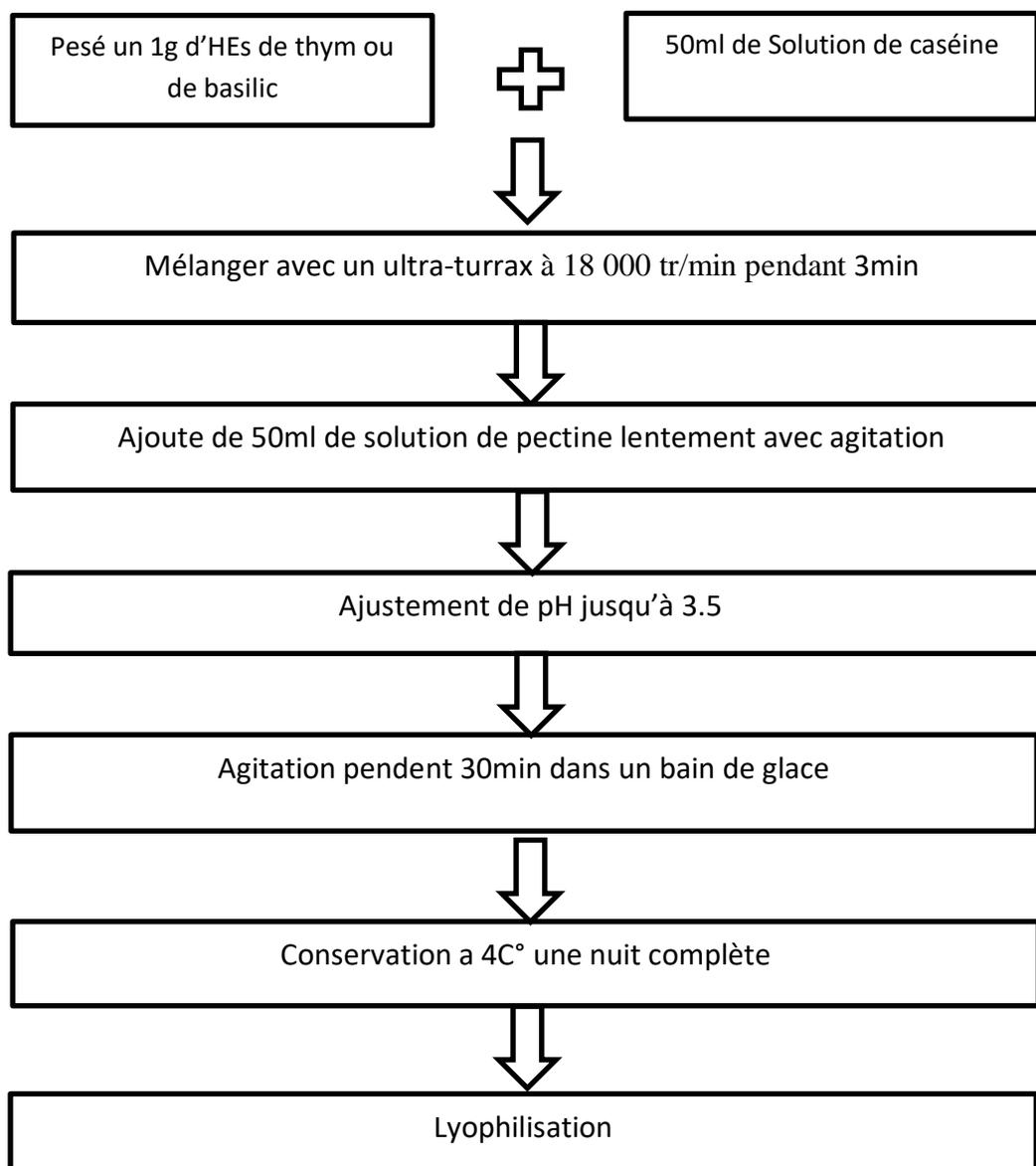
$$\text{Rd}\% = (\text{Mi} / \text{M0}) \times 100$$

2- Encapsulation des huiles essentielles :

La technique d'encapsulation utilisée est la coacervation complexe avec des polymères naturels (caséine/pectine) sont respectivement des protéines du lait (Sigma-Aldrich : Lot#BBCD1655) et des polysaccharides extrait des écorces de citron (Sigma-Aldrich : Lot#SLC82465) et l'acide trichloracétique (TCA) comme agent précipitant (Sigma-Aldrich : Lot#SZBE3450V).

2-1- Mode opératoire d'encapsulation d'huile de thym et de basilic seules :

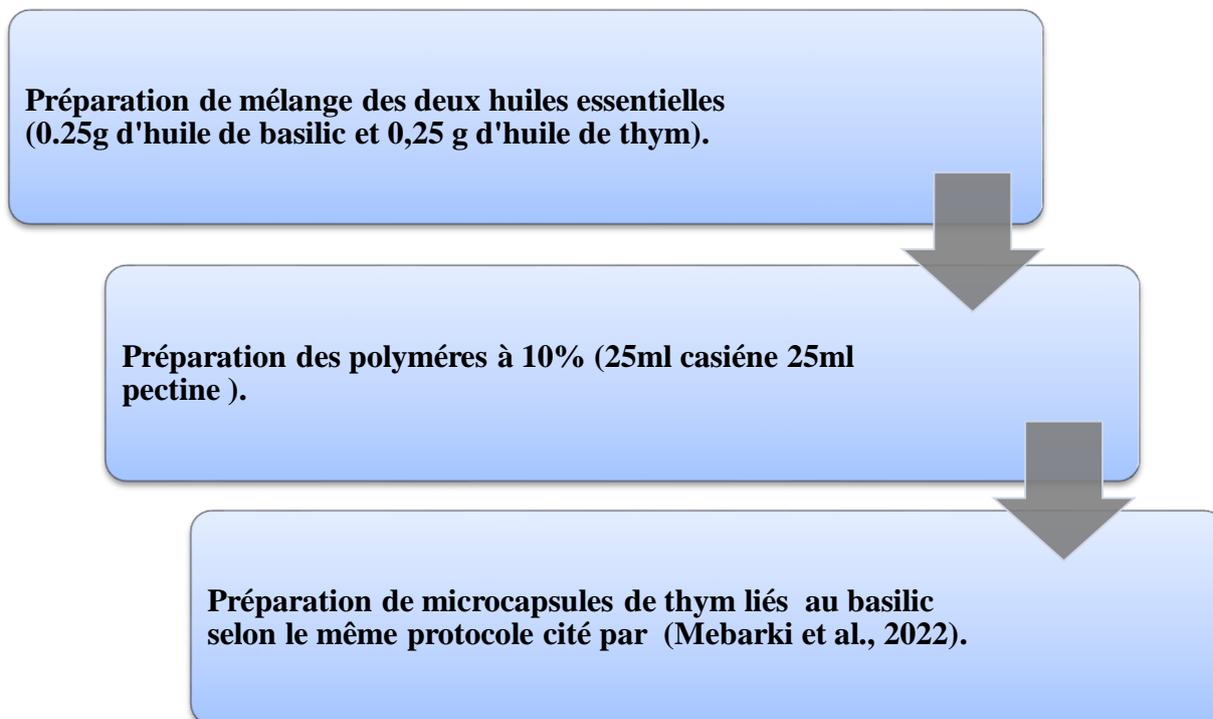
La préparation des microcapsules de l'huile essentielle du thym et de basilic est réalisée selon le protocole cité par Mebarki (2022), pour l'encapsulation dans une matrice de pectine/caséine en utilisant la méthode de coacervation complexe suivie d'une lyophilisation.



Protocole de préparation des microcapsules d'huile de thym par coacervation complexe suivie d'une lyophilisation.

2-2- Mode opératoire d'encapsulation d'huile essentielle de thym et l'huile de basilic en association :

Le protocole utilisé est celui donné par Mebarki , présenté par le schéma suivant :



Protocole de préparation des microcapsules d'huile de thym lié au basilic par coacervation complexe suivie d'une lyophilisation.

2-3- Calcul du rendement d'encapsulation :

Le rendement de la coacervation est déterminé à partir de la masse des coacervats obtenus en fonction de la masse totale des ingrédients utilisés.

Le rendement de la coacervation se calcule par :

Où :

R = Rendement (%)

m(G) : masse de Caséine utilisé (g).

m(GA) : masse de Pectine utilisé (g).

m : microparticules obtenu après le séchage (g).

m(PA) : masse de principe actif (HEs) utilisé (g).

$$R(\%) = \frac{m(\text{encapsulée})}{(m(\text{PA}) + m(\text{G}) + m(\text{GA}))} \times 100$$

*Résultats
et
discussion*

1- Les huiles essentielles :

1- 1-Calcul du rendement en huiles essentielles :

L'extraction par hydrodistillation de 400g des parties aériennes de thym ont fourni 5,25g d'huile essentielle, pour 200g de basilic on a obtenu 2,8g d'huile essentielle.

Le rendement moyen en huile essentielle est de 1,3% pour le thym et de 1,4% pour le basilic, (**Borugă et al., 2014**) ont rapporté un rendement similaire 1,25% pour la même espèce récoltée en Roumanie et 1,28 % a été mentionné par (**Letchamo et Gosselin, 1994**) en Canada, notre rendement est plus faible que celui noté par (**Zantar et al., 2015**) pour la même espèce récoltée en Tunisie 3,6%. D'autre part, Dris et ces collaborateurs (2017) ont obtenu un rendement de $1,56 \pm 0,15\%$ pour le basilic, ce résultat est proche de résultat obtenu dans notre étude.

Les différences observées dans le rendement en huile essentielle peuvent être dues aux effets de divers facteurs tels que l'origine géographique la période de la récolte, la période de séchage et le lieu, température, la durée et la technique d'extraction (**Ghanmi et al., 2007; Bourkhiss et al., 2009; Aberchane et al., 2019**).

1- 2- Caractéristique des huiles essentielles :

Des caractéristiques sont regroupées dans le tableau ci-dessous

Tableau 06 : caractéristique des huiles essentielles.

Aspect	Liquide mobile	Liquide mobile
Couleur	jaune brune	Jaune clair
Odeur	Très aromatisée et piquante	Très aromatisée et fraîche
Gout	épicée, piquante	épicée, piquante
Photographie	 <p>Tableau 17 : l'HEs de thym extrait par hydrodistillation</p>	 <p>Tableau 18: l'HEs de Basilic extrait par hydrodistillation.</p>

1- L'encapsulation :

2- 1-Observation macroscopique :

L'observation à l'œil nu montre qu'après ajustement de Ph à 3, nous avons obtenu une séparation de phase.

L'encapsulation des huiles essentielles en utilisant deux biopolymères se produit entre le pKa et le point isoélectrique (pI) du polysaccharide et de la protéine respectivement. La différence entre le point isoélectrique (pI) et le pH de la solution régit la charge électrique nette sur le biopolymère et la force des interactions. Avec le changement de pH, une formation séquentielle de complexes intermoléculaires et une coacervation se produisent (**Pathak et al., 2017**).

Les coacervats, précipitent par répulsion du solvant, formant deux phases, dont l'une dite « riche en polymères » contenant le coacervat précipité et un autre dit « pauvre en polymères » qui contient le solvant de la solution (**Nori et al., 2010**).

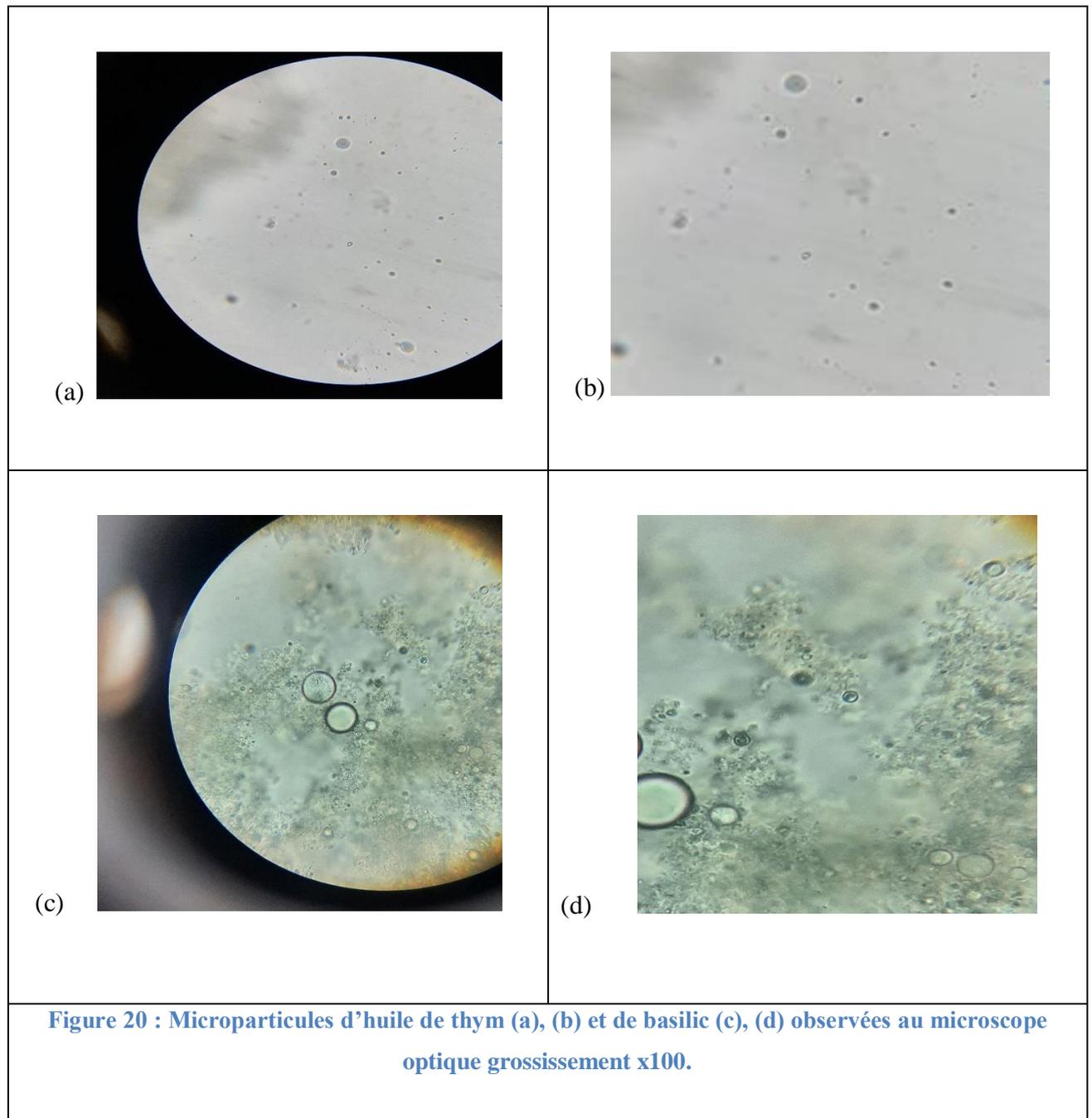


Figure 19 : Photographie du coacervat après 24 heures

2- 2- Observation microscopique :

Après avoir obtenu des coacervats, nous avons effectué une caractérisation par microscope optique afin de voir leur taille et leurs structures.

- Un prélèvement des coacervats d'huile de thym seul, de basilic seul et des huiles en association est observation sous microscope optique nous a permis de prendre ces photographies présentée si dessous.



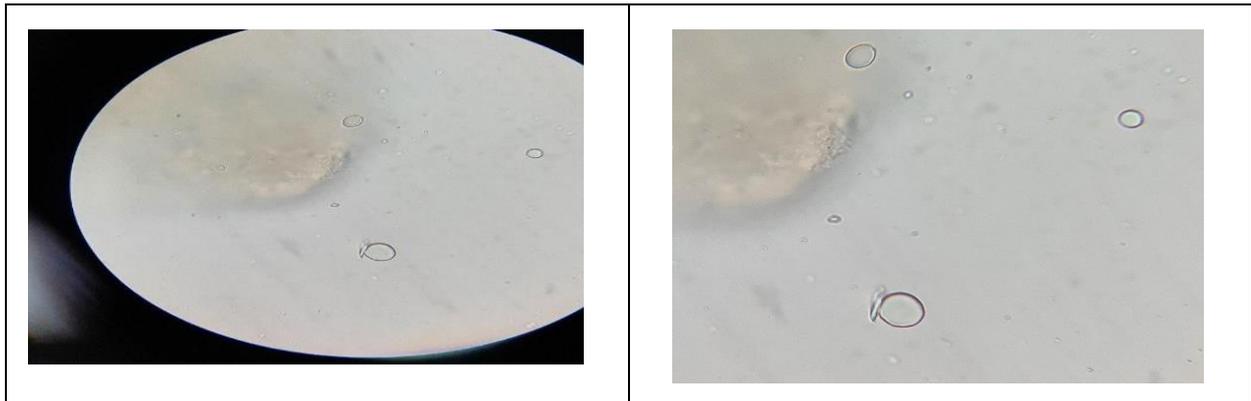


Figure 21 : Microparticules des huiles essentielles en association observées au microscope optique grossissement x100.

Sous le microscope on a observé une présence des particules de forme sphérique de différents diamètres et dispersée, ces microparticules se composent d'un cœur clair qui représente l'huile et d'une membrane dense qui est une couche des polymères pectine /caséine. C'est résultats étaient similaires à ceux obtenus par (Guo et Zhao, 2008 ; Alvim et Grosso, 2010) et (Vaucher et al., 2019) dans l'encapsulation de l'huile de poisson par des complexes caséine-pectine et (Nori et al., 2010) pour la microencapsulation d'extrait de propolis par coacervation complexe.

La même forme a été observée pour les microcapsules obtenue par (Chaib, 2021) dans l'encapsulation d'huile de thym par coacervation complexe.

2- 3- Caractéristique des microparticules :

Après l'observation microscopique de coacervat, ce dernier est placé dans un congélateur pendant 24h afin de les lyophiliser. L'aspect des microcapsules lyophilisées est montré dans la figure ci-dessous: Une poudre aromatisée d'une couleur blanche.



Figure 22 : Microparticules lyophilisées (a) l'huile de thym (b) l'huile de basilic (c) l'huile de thym et basilic en association.

2-4- Rendement de l'encapsulation :

Le rendement de la coacervation est déterminé à partir de la masse des coacervats obtenus en fonction de la masse totale des ingrédients utilisés. Les résultats obtenus après lyophilisation sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 07: Rendement de l'encapsulation des huiles essentielles obtenu après lyophilisation.

HES encapsulée	Ratio (g/g) Casiéne/Pectine	Quantité en (g) de Hes	Poids obtenu (g)	Rendement %
Thym	8/2	1	9,4 8	86,18
Basilic	8/2	1	5,9 0	53,63
Thym et basilic en association	8/2	0,5 (0,25g HE Thym et 0,25g HE Basilic)	8,4 4	80,83

Le meilleur rendement d'encapsulation a été obtenu Avec le ratio 2:8:1 avec 86,18% pour l'huile essentielle de thym et 80,83% pour Les huiles en association, puis avec 53,63% pour l'huile essentielle de basilic. Les résultats obtenus sont dans la fourchette des résultats présentés par Liu et ses collaborateurs (2015), qui ont réalisé la microencapsulation de l'huile essentielle d'Angelica par de la gélatine-chitosane en utilisant une méthode de coacervation complexe avec des rendements de 64-87,5% les rendements sont plus élevés que ceux présentés par Bezerra et al (2016), avec l'huile essentielle de citronnelle microencapsulée dans une matrice de gélatine et de la gomme arabique par coacervation complexe.

Ces différences s'expliquent par de nombreux facteurs qui influencent le rendement de l'encapsulation, tels que le matériau de la paroi, la méthode d'encapsulation et les conditions de séchage (Liu *et al.*, 2015 ; Rutz *et al.*, 2017).

La coacervation complexe et la lyophilisation dans cette étude nous donne comme résultats une poudre aromatisée qui vise à améliorer la stabilité de l'huile essentielle et conserve ces propriétés tout le long de stockage jusqu'au leur utilisation et aussi prolonger leur libération de l'encapsulation dans une matrice de pectine/caséine, Les matériaux de revêtement ont un rôle important dans le processus d'encapsulation, car ils peuvent influencer l'efficacité de l'encapsulation et les propriétés physicochimiques, qui ont un impact sur la stabilité des poudres lyophilisées (Wilkowska *et al.*, 2016; Šturm *et al.*, 2019). Des résultats similaires ont obtenus pour plusieurs auteurs (Oliveira *et al.*, 2007 ; Nori *et al.*, 2010 et Mebarki *et al.*, 2022).

Conclusion

Conclusion

Dans le cadre de la valorisation des plantes aromatiques, nous nous sommes intéressés à l'encapsulation de l'huile essentielle du thym et de basilic seul et en association.

L'extraction des huiles essentielles a été réalisée par hydrodistillation, dont le rendement en huiles essentielles des deux plantes a été très intéressant (1,3-1,4%). La coacervation complexe suivie d'une lyophilisation a été utilisée comme méthode de micro-encapsulation pour les huiles essentielles seules et en association, la paroi des microcapsules est constituée d'un complexe de biopolymères protéine/polysaccharide (caséine/pectine) et le ratio entre ces derniers a été optimisé pour assurer une bonne encapsulation.

Les résultats de cette étude indiquent qu'il est possible d'encapsuler ces composés volatiles. De plus, l'observation microscopique des microparticules obtenues montre que ces dernières sont des particules de forme sphérique de différents diamètres et dispersées qui se composent d'une couche des polymères qui couvre et protège l'huile essentielle. Le rendement de cette technique est significatif que ça soit pour les huiles seules ou en association (entre 50-87%). Le résultat final est une poudre blanche aromatisée qui vise à conserver les propriétés des huiles essentielles tout au long de stockage.

En général, nos résultats sont cohérents avec des études antérieures sur l'extraction des huiles essentielles et micro-encapsulation des composés volatils dans des biopolymères biodégradables non toxiques, rapportant aussi que l'encapsulation favorisait une augmentation de la stabilité thermique de ces composés. Afin d'approfondir les aspects entrevus dans ce travail un certain nombre de perspectives peuvent être envisagés :

- Il est très souhaitable d'étudier et de valoriser les activités biologiques de ces huiles essentielles seules ou en association et des huiles encapsulées.
- Essayer d'autres techniques d'encapsulation et comparer le rendement et l'efficacité entre les méthodes.
- Il est intéressant d'incorporer les huiles essentielles encapsulées dans un produit alimentaire et de suivre sa biodisponibilité.
- Mesurer et de comparer les effets nutritionnels de la consommation des huiles encapsulées.

- ❖ **Aberchane, M, Fechtal M, Chaouch A, et Bouayoune T. (2019).** Influence de la durée et de la technique d'extraction sur le rendement et la qualité des huiles essentielles du cadre de l'Atlas, *Cedrus Atlantica* Manetti.9p.
- ❖ **Aït Youssef M. (2006).** Plantes médicinales de Kabylie, Ibis press, Paris, 349p.
- ❖ **Alliod O, et Catherine C. (2020).** Membrane Emulsification for Encapsulation of Bioactives: Application to the Encapsulation of Antioxidants, in: Aboudzadeh,M, Emulsion- based Encapsulation of Antioxidants, Springer International Publishing Cham,pp225-47.
- ❖ **Alvim I, et Carlos R, (2010).** Microparticules obtenues par coacervation complexe : influence du type de réticulation et du processus de séchage sur la libération du matériau de cœur, *Ciência e Tecnologia de Alimentos*. 30. 1069-76.
- ❖ **Argin S, Peter K, Martin L (2009).** Effet des conditions de complexation sur les gels complexes polyélectrolytes xanthane-chitosane. *Food Hydrocolloids*, 23.
- ❖ **Anonyme01:** <https://sites.google.com/site/thymvarenave/description-botanique>. Consulté le 07-06-2022.
- ❖ **Anonyme02:** <https://www.jardindupicvert.com/plantes-aromatiques/812-basilic.html>. Consulté le 13-07- 2022.
- ❖ **Anonyme03 :** <https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Pectine&oldid=193669851>. Consulté le 07-06-2022.
- ❖ **Anonyme04:** <https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Cas%C3%A9ine&oldid=192552087>. Consulté le 06-07-2022
- ❖ **Baracat M, Adriana M, Rúbia C, Sandra R, Waldiceu A. Verri, et Osvaldo F. (2012).** Préparation et caractérisation de microcapsules à base de polymères biodégradables : complexe pectine/caséine pour systèmes de libération contrôlée de médicaments. *American Association of Pharmaceutical Scientists*.13.364-372.
- ❖ **Basílico M.z, et Basílico J.c. (1999).** Inhibitory effects of some spice essential oils on *Aspergillus ochraceus* NRRL 3174 growth and ochratoxin A production. *Letters in applied microbiology* 29 (4). 238-41.
- ❖ **Beirão C, Duarte C, Bourbon A, Pinheiro A, Isabel N. Januário, António A. Vicente, M. Luísa et Ivonne Delgadillo. (2013).** Potentiel d'inuline pour l'encapsulation et la livraison contrôlée de l'huile essentielle d'origan. *Food Hydrocolloids*. 33.199-206.

- ❖ **Belkamel A, Bammi J, Valérie J, Dehbi Y, Belkamel A et Allal D.(2008).** Évaluation de la biomasse et analyse des huiles essentielles de trois variétés de basilic (*Ocimum basilicum* L.) cultivées au Maroc. *Acta Botanica Gallica* .155. 467-76.
- ❖ **Benedec D, Parvu A, Iliora O, Anca T, et Tiperciuc B. (2007).** Effets de l'extrait d'*ocimum basilicum* L sur l'inflammation aigue expérimentale. *Revista medico-chirurgicala aSocietatii de Medici si Naturalisti din Iasi*.04. 1065.
- ❖ **Benoit J, Legrand P, Briançon S, Fattal E, Fessi H, et Passirani C. (2007).** Sphéroïdes et formes vectorisées. *ResearchGate*.33.
- ❖ **Bezerra FM, Carmona OG, Carmona CG, Lis MJ, de Moraes FF (2016)** Libération contrôlée d'huile essentielle de citronnelle microencapsulée sur matrices coton et polyester. *Cellulose*.23.1459–1470.
- ❖ **Borugă O, Jianu C, Mișcă C, Goleț I, Gruia AT, et Horhat FG. (2014).** Huile essentielle de *Thymus vulgaris* composition chimique et activité antimicrobienne.*Journal de la médecine et de la vie*.7. 56-60.
- ❖ **Boullard, Bernard. 2001.** Plantes médicinales du monde.Croyances et réalités. Estem.636 p.
- ❖ **Boukhatem M.N., Ferhat M.A., Kameli A., Saidi F., Taibi H., et Teffahi D. (2014).** Valorisation de l'essence aromatique du Thym (*Thymus vulgaris* L.) en aromathérapie anti- infectieuse. *International Scientific Journals*.Alger. 8.14.
- ❖ **Bourkhiss M., Hnach M., Bourkhiss B., Ouhssine M., Chaouch A., et Badr S. (2009).** Effet de séchage sur la teneur et la composition chimique des huiles essentielles de *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters. *Agrosolutions* 20. 44-48.
- ❖ **Bourriot S. (1999).** Comportement de phase, rheologie et ultrastructure des melanges caseines micellaires / polyosides. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires.Massy.209p.
- ❖ **Bowman W.A., Rubinstein M., et Tan J.S. (1997).** Complexation polyélectrolyte–gélatine :étude de diffusion de la lumière ». *Macromolécules* .30. 3262-70.
- ❖ **Burgess D.J., Singh O.N., (1993).** Formation spontanée de petites particules d'albumine/coacervat d'acacia. *Le Journal de pharmacie et de pharmacologie*.45.586-591.
- ❖ **Burgess, D.J. (1990).** Practical analysis of complex coacervate systems. *Journal of Colloid and Interface Science*, 140(1), p. 227-238.

- ❖ **Burgess, D.J., et Carless J.E. (1984).** Études microélectrophorétiques de la gélatine et de l'acacia pour la prédiction de la coacervation complexe. *Journal of Colloid and Interface Science* .98.1-8.
- ❖ **Catella C., Camero M., Lucente M.S., Giuseppe F., Sblano S., Tempesta M., Vito M., Buonavoglia C., et Gianvito L. (2021).** Virucidal and antiviral effects of *Thymus vulgaris* essential oil on feline coronavirus. *Research in Veterinary Science* .137. 44-47.
- ❖ **Chalchat JC, Özcan MM. (2008).** Comparative Essential Oil Composition of Flowers, Leaves and Stems of Basil (*Ocimum Basilicum* L.) Used as Herb . *Food Chemistry*. 110 (2).501-3.
- ❖ **Chaib S. (2021).** Encapsulation d'une huile essentielle extraite de *Thymus vulgaris* : Effet sur ses propriétés physicochimiques et biologiques ». Thèse de doctorat université Larbi Ben M'hidi. Faculté des sciences exactes et des sciences de la nature et de la vie. Oum el bouaghi.97p.
- ❖ **Cheurfa M., Allem R., Sebahia M., et Belhireche S. (2013).** Effet de l'huile essentielle de *Thymus vulgaris* sur les bactéries pathogènes responsables de gastroentérites. *Phytothérapie* 11 (3): 154-60.
- ❖ **Chikhoun A, (2007).** huiles essentielles de thym et d'origon étude de la composition chimique, de l'activité antioxydante et antimicrobienne. Thèse, institut national agronomique.El harrach alger.151p.
- ❖ **Christopher S. (2009).** Herbs Basil (*Ocimum basilicum*) ». *Food For Thought: The Science, Culture & Politics of Food*. College Seminar Hamilton.235.
- ❖ **Cooper C.L., Dubin P.L., Kayitmazer A.B., et Turksen S. (2005).** Polyelectrolyte–Protein Complexes. *Current Opinion in Colloid & Interface Science* 10 (1): 52-78.
- ❖ **Dasgupta T., Rao A.R., et Yadava PK. (2004).** Chemomodulatory Efficacy of Basil Leaf (*Ocimum Basilicum*) on Drug Metabolizing and Antioxidant Enzymes, and on Carcinogen-Induced Skin and Forestomach Papillomagenesis. *Phytomedicine* 11 (2): 139-51.

- ❖ **De Kruif C.G., Fanny W., De Vries R., (2004).** Complex coacervation of proteins and anionic polysaccharides. *Current Opinion in Colloid & Interface Science* 9 (5): 340-49.
- ❖ **Dob T., Dahmane D., Benabdelkader T., et Chelghoum C. (2006).** Studies on the Essential Oil Composition and Antimicrobial Activity of *Thymus Algeriensis* Boiss. et Reut . *International Journal of Aromatherapy* 16 (2): 95-100.
- ❖ **Dris D., Tine-Djebbar F., Bouabida H., et Soltani N. (2017).** Chemical Composition and Activity of an *Ocimum Basilicum* Essential Oil on *Culex Pipiens* Larvae: Toxicological, Biometrical and Biochemical Aspects. *South African Journal of Botany*.113. 362-69.
- ❖ **Duke J.A., Bogenschutz-Godwin M., DuCellier J., et Peggy-Ann K.D. (2002).** *Handbook of Medicinal Herbs*. 2nd ed. CRC Press. Boca Raton.870p.
- ❖ **Dupont, Guignard, (2012).** *Botanique: Les familles de plantes*. Elsevier Masson. France: Issy-les-Moulineaux Cedex.240p.
- ❖ **Euston S.R., GuXin., et Campbell L.J. (2009).** Effects of different oils on the properties of soy protein isolate emulsions and gels. *Food Research International* 42 (8): 925-32.
- ❖ **Fishman M.L., Chau H.K., Peter H., et Ayyad K. (1999).** Characterization of Pectin, Flash-Extracted from Orange Albedo by Microwave Heating, under Pressure. *Carbohydrate Research* 323 (1-4): 126-38.
- ❖ **Ghosh A.K., et Bandyopadhyay P. (2012).** Polysaccharide-Protein Interactions and Their Relevance in Food Colloids. *The Complex World of Polysaccharides*. IntechOpen. London.650p
- ❖ **Ghanmi M., Badr S., Chaouch A., Aafi A., El Abid A., Ismaili M.R., et Abdellah F. (2007).** Composition chimique et activité antimicrobienne de l'essence de térébenthine du pin maritime (*Pinus pinaster*) et du pin d'Alep (*Pinus hale- pensis*) du Maroc. *Acta Botanica Gallica* 154 (2): 293-300.

- ❖ **Giordani R., Regli P., Kaloustian J., Mikail C., Abou L., et Portugal H. (2004).** Antifungal Effect of Various Essential Oils against *Candida Albicans* . Potentiation of Antifungal Action of Amphotericin B by Essential Oil from *Thymus Vulgaris*: antifungal effect of various of essential . *Phytotherapy Research* 18 (12): 990-95.
- ❖ **Goetz P., et Ghedira k. (2012).** Introduction à la phytothérapie anti-infectieuse ». In *Phytothérapie anti-infectieuse, Collection Phytothérapie Pratique*. Springer. Paris.14p.
- ❖ **Golak B.C., Prabhat K., Bhabani S., Sangram K.P., et Tripathy S. (2010).** Phytochemical investigation and evaluation of analgesic activity pf leafy extracts of various *Ocimum (tulsi)* species. *Le pharmacien indien*.8.67-70.
- ❖ **Guo H et Zhao X. (2008).**Existence of Positive Solutions for Nonlinear Third-Order Three-Point Boundary Value Problems. *Nonlinear Analysis*.68. 3151-3158.
- ❖ **Gupta P., Shabad P., Ananya et Navneet S. (2022).** Preparation of *Thymus Vulgaris* (L.) Essential Oil Nanoemulsion and Its Chitosan Encapsulation for Controlling Mosquito Vectors. *Scientific Reports* 12 (1): 4335.
- ❖ **Harding S., Jumel K., Kelly R., Gudo E., Horton J.C., et John Mitchell. (1993).** The structure and nature of protein-polysaccharide complexes. *British Journal of Pharmaceutical Research, India*. 216-226
- ❖ **Heffaf F,(2013).** composition chimique et activité insecticide de trois extrzits végétaux a l'égard de *sitophilus oryzae*(L.)(Coleoptera:curculionidea). Thèse de doctorat école nationale supérieure agronomique.alger.92p.
- ❖ **Hussain S.A., Hameed A., Nazir Y., Naz T., Wu Y., Suleria H., et Song Y. (2018).** Microencapsulation and the Characterization of Polyherbal Formulation (PHF) Rich in Natural Polyphenolic Compounds. *Nutrients* 10 (7): 843.
- ❖ **Imeson A.P., Ledward D.A., et Mitchell J.R. (1977).** On the Nature of the Interaction between Some Anionic Polysaccharides and Proteins. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 28 (8): 661-68.

- ❖ **Ismaili R., Houbairi S., Sanâa L., Khadija M., et Abdeslam A. (2017).** Etude De L'Activité Antioxydante Des Huiles Essentielles De Plantes Aromatiques Et Médicinales Marocaines. *European Scientific Journal*, 13 (12): 323.
- ❖ **Jun-xia X., Hai-yan Y., et Jian Y. (2011).** Microencapsulation of Sweet Orange Oil by Complex Coacervation with Soybean Protein Isolate/Gum Arabic. *Food Chemistry*.125.67-72.
- ❖ **Clevenger J.F. (1928).** Apparatus for the determination of volatile oil. *Journal of the American pharmaceutical Association*. 17: 345-349p.
- ❖ **Kaibara K.T., Okazaki H.B., Bohidar H.B, et Dubin P.L.(2000).** PH-Induced Coacervation in Complexes of Bovine Serum Albumin and Cationic Polyelectrolytes. *Biomacromolecules* 1 (1): 100-107.
- ❖ **Karthika R., Meenatchi P., Sundaram P., et Purushothaman A. (2017).** Phytochemical Analysis, Antioxidant and Antibacterial Activities of Two Traditionally Used Indian Medicinal Plants. *Asian Journal of Biology*.4.1-11.
- ❖ **Kerdudo A. (2014).**Optimisation de la conservation des cosmétiques : impact de la formulation, recherche de nouveaux conservateurs naturels, encapsulation.thèse de doctorat Université Nice Sophia Antipolis.France.250 p.
- ❖ **Khosro I., Reza M.M., Pahlaviani K., Alireza M., Bidarigh S., Giahi M., et Zulfagar P.M. (2012).** Analysis of the Phytochemical Contents and Anti-microbial Activity of *Ocimum basilicum* L. *International Journal of Molecular and Clinical Microbiology*, no 1: 132-135.
- ❖ **Kowalczyk A., Przychodna M., Sopata S., Bodalska A., et Fecka I. (2020).** Thymol and Thyme Essential Oil—New Insights into Selected Therapeutic Applications. *Molecules* 25 (18): 4125.
- ❖ **Langendorff V., Cuvelier G., Michon C., Launay B., Parker A., et De Kruif C.G. (2000).** Effects of Carrageenan Type on the Behaviour of Carrageenan/Milk Mixtures. *Food Hydrocolloids* 14 (4): 273-80.
- ❖ **Lemetter C.Y.G., Meeuse F.M., et Zuidam N.J. (2009).** Control of the Morphology and the Size of Complex Coacervate Microcapsules during Scale-Up. *AIChE Journal* 55 (6): 1487-96. <https://doi.org/10.1002/aic.11816>.

- ❖ **Letchamo W., et Gosselin A. (1994).** Effects of HPS Supplemental Lighting and Soil Water Levels on Growth, Essential Oil Content and Composition of Two Thyme (*Thymus Vulgaris* L.) Clonal Selections, 8.
- ❖ **Liu C., Liang B., Shi G., Li Z., Zheng X., Huang Y., Lin L. (2015)** Preparation and characteristics of nanocapsules containing essential oil for textile application. *Flavour Fragrance J* 30:295–301.
- ❖ **Lorine L.P. (2019).** Étude de la co-encapsulation d’huiles alimentaires oxydables et d’antioxydants phénoliques . thèse de doctorat université de Technologie de Compiègne. Génie des procédés.France.167.
- ❖ **Lucinda S., Ruth M., Hérída R., Nunes S., ET Raul C.E. (2010).** Alginate–Chitosan Systems: In Vitro Controlled Release of Triamcinolone and in Vivo Gastrointestinal Transit. *Carbohydrate Polymers* 81 (2): 260-68.
- ❖ **Madan L., Luzzi L., et Price Jc. (1972).** Factors influencing microencapsulation of a waxy solid by complex coacervation. *Journal of pharmaceutical sciences* 61 (10). 1586-1588.
- ❖ **Malik S. (2019).** Essential Oil Research: Trends in Biosynthesis, Analytics, Industrial Applications and Biotechnological Production. Springer International Publishing.703p.
- ❖ **Mandaji M, Carolina, Rosinelson S.P., et Renan C.C. (2022).** Encapsulation of bioactive compounds extracted from plants of genus *Hibiscus*: A review of selected techniques and applications. *Food Research International* 151.110820.
- ❖ **Mebarki N. (2010).** Extraction de l’huile essentielle de *Thymus fontanesii* et application à la formulation d’une forme médicamenteuse - antimicrobienne. Mémoire de majister université M’hamed bougara. Industrie pharmaceutique. Boumerdes.137p.
- ❖ **Mebarki N., Ziane H., Fazouane F., et Nabiev M. (2022).** Microencapsulation of *Thymus Fontanesii* Extracts in Pectin/Casein: Characterization, Release Behavior and Storage Stability. *Iranian Polymer Journal* 31 (3): 301-16.
- ❖ **Mendanha D.V., Molina Ortiz S.E., Favaro-Trindade C.S., Mauri A., Monterrey-Quintero E.S., et Thomazini M. (2009).** Microencapsulation of Casein Hydrolysate by Complex Coacervation with SPI/Pectin. *Food Research International* 42 (8): 1099-1104.

- ❖ **Moro-Buronzo A., (2008).** Grand guide des huiles essentielles : santé, beauté, bien-être. Référence pratique. Hachette pratique.France.256p.
- ❖ **Moroi K., et Sato T. (1975).** Comparison between Procaine and Isocarboxazid Metabolism in Vitro by a Liver Microsomal Amidase-Esterase. *Biochemical Pharmacology* 24 (16): 1517-21.
- ❖ **Mueen A.C., Syeda B.N., Sharif A., Akram M., et Saeed M.A. (2015).** Biological and Pharmacological Properties of the Sweet Basil (*Ocimum basilicum*).*Journal of Pharmaceutical Research International*, 7,330-339.
- ❖ **Mrabet N., Lahlou H., et Benjilali B. (1999).** Effect of Moroccan *Cistus ladaniferus* L. (rockrose) extracts on the growth of four fungi. *Cryptogamie Mycologie*. 20.23-33.
- ❖ **Naghibi F., Mosaddegh M., Mohammadi S.M., et Ghorbani A. (2005).** Labiatae Family in Folk Medicine in Iran: From Ethnobotany to Pharmacology, *Iranian Journal of Pharmaceutical Research* 2: 63-79.
- ❖ **Nayak A.K., et Hasnain M.S. (2019).** Gum Arabic Based Multiple Units for Oral Drug Delivery. In: Nayak A.K., et Hasnain M.S. *Plant Polysaccharides-Based Multiple-Unit Systems for Oral Drug Delivery*, édité par Amit Kumar Nayak et Md Saquib Hasnain, 25-30. *SpringerBriefs in Applied Sciences and Technology*.25-30p.
- ❖ **Ngom S., Faye F., Diop M., Kornprobst J., et Samb A. (2013).** Composition chimique et propriétés physico-chimiques des huiles essentielles d'*Ocimum basilicum* et d'*Hyptis suaveolens* (L.) Poit. récoltés dans la région de Dakar au Sénégal.12.34.
- ❖ **Nickavar B., Mojab F, et Dolat-Abadi R. (2005).** Analysis of the essential oils of two *Thymus* species from Iran. *Food Chemistry*. 90. 609-11.
- ❖ **Nieto G. (2020).** A Review on Applications and Uses of *Thymus* in the Food Industry . *Plants* 9 (8): 961. <https://doi.org/10.3390/plants9080961>.
- ❖ **Nolkemper S., Reichling J., Stintzing F., Carle R., et Schnitzler P. (2006).** Antiviral Effect of Aqueous Extracts from Species of the Lamiaceae Family against Herpes Simplex Virus Type 1 and Type 2 in Vitro. *Planta Medica* 72 (15).1378-1382.
- ❖ **Nori M.P., Marcelo T., Carmen S., Favaro T., Julio C., Camargo B., Severino T., De Alencar M., Carmen J., Ontreras C. (2010).** Microencapsulation d'extrait de propolis par coacervation complexe. Elsevier Ltd. 44. 429-435.

- ❖ **Ocak, B., Gülümser G., et Baloğlu E. (2011).** Microencapsulation of Melaleuca Alternifolia (Tea Tree) Oil by Using Simple Coacervation Method. *Journal of Essential Oil Research* 23 (4): 58-65.
- ❖ **Oetjen G.W., Haseley P. (2004).** Freeze-drying. John Wiley & Sons. États-Unis.412p.
- ❖ **Oliveira A.C., Moretti T.S., Boschini C., Baliero J.C.C., Freitas L.A.P., Freitas O., et Favaro-Trindade C.S. (2007).** Microencapsulation of *B. lactis* (BI 01) and *L. acidophilus* (LAC 4) by Complex Coacervation Followed by Spouted-Bed Drying. *Drying Technology* 25 (10): 1687-93.
- ❖ **Okazaki K., Shigenori N., Kazuyoshi K., et Yoshihisa T. (1998).** Antiaggregant Effects on Human Platelets of Culinary Herbs. *Phytotherapy Research* 12 (8): 603-5.
- ❖ **Pastor C.E., Juan R., Pastor J.E., Alaiz M., et Vioque J. (2010).** Protein isolates from two Mediterranean legumes: *Lathyrus clymenum* and *Lathyrus annuus*. Chemical composition, functional properties and protein characterisation 122 (3): 533-38.
- ❖ **Pathak J., Priyadarshini E., Rawat K., et Bohidar H.B. (2017).** Complex Coacervation in Charge Complementary Biopolymers: Electrostatic versus Surface Patch Binding . *Advances in Colloid and Interface Science*.250. 40-53.
- ❖ **Paul I. (2001).** Encyclopédie des plantes médicinales. Larousse.Paris.334p.
- ❖ **Paulo F., et Santos L. (2017).** Design of Experiments for Microencapsulation Applications: A Review. *Materials Science and Engineering*.77. 1327-1340.
- ❖ **Parameswaranpillai J., Salim N.V., Pulikkalparambil H., Mavinkere R.S., et Siengchin H.S. (2022).** Micro- and Nano-Containers for Smart Applications. *Composites Science and Technology*. Springer Nature.Singapore.393p.
- ❖ **Peter K.V. (2012).** Handbook of herbs and spices. 2nd ed. Woodhead Publishing series in food science, technology and nutrition, Oxford Philadelphia.634p.
- ❖ **Ridley R.L., O'Neill M.A., et Mohnen D. (2001).** Pectins: Structure, Biosynthesis, and Oligogalacturonide-Related Signaling . *Phytochemistry* 57 (6): 929-67.

- ❖ **Rubab S., Irshad H., Barkat A.K., Ayaz A., Asad Abbas K., Khichi Z.H., Mour Khan S.K., et Ur Rehman K., Haroon Khan. (2017).**Biomedical Description of *Ocimum basilicum* L. *Journal of Islamic International Medical College* 12 (1): 59-67
- ❖ **Ruíz-Henestrosa V., Pizones C., Sánchez C., del Mar Yust Escobar M., Justo J., Pedroche Jiménez F., Rodríguez M., et Rodríguez Patino J.M. (2007).**Interfacial and Foaming Characteristics of Soy Globulins as a Function of PH and Ionic Strength. *Colloids and Surfaces A.Physicochemical and Engineering Aspects* 1-3 (309): 202-15.
- ❖ **Rutz J.K., Borges C.D., Zambiasi R.C., Crizel-Cardozo M.M., Kuck L.S., Noreña C.P.Z. (2017)** Microencapsulation of palm oil by complex coacervation for application in food systems. *Food Chem.* 220. 59–66.
- ❖ **Sanchez et Paquin, 2017** Protein and Protein-Polysaccharide Microparticles. *Food Proteins and their Applications.* CRC Press. 694p.
- ❖ **Santos D., Maurício A.C., Sencadas V., Domingos Santos J., Fernandes M.H., et Gomes P.S. (2017).** Spray Drying: An Overview.In: Rosario P. et Teresa M. *biomatériaux physique et chimie.* IntechOpen. London. 114 p.
- ❖ **Saravanan, M., et Panduranga K.R. (2010).** Pectin–Gelatin and Alginate–Gelatin Complex Coacervation for Controlled Drug Delivery: Influence of Anionic Polysaccharides and Drugs Being Encapsulated on Physicochemical Properties of Microcapsules. *Carbohydrate Polymers* 3 (80): 808-16.
- ❖ **Seung-Joo L., Umamo K., Shibamoto T., Kwang-Geun L. (2005).** Identification of volatile components in basil (*Ocimum basilicum* L.) and thyme leaves (*Thymus vulgaris* L.) and their antioxidant properties. *Food Chemistry* 91 (1): 131-37.
- ❖ **Shaaban H.A.E., El-Ghorab A.H., et Shibamoto T. (2012).** Bioactivity of Essential Oils and Their Volatile Aroma Components: Review. *Journal of Essential Oil Research* 24 (2): 203-12.
- ❖ **Simon J.E., Morales M.R., Phippen W.P., Vieira R.F., et Hao Z. (1999).** Basil: A Source of Aroma Compounds and a Popular Culinary and Ornamental Herb. Reprinted from: *Perspectives on new crops and new uses.*16.499-505.

- ❖ **Silva T.M., Barin J.B., Lopes E.J., Cichoski A.J., Moraes Flores E.M., Bona da Silva C., et de Menezes C.R. (2019).** Development, Characterization and Viability Study of Probiotic Microcapsules Produced by Complex Coacervation Followed by Freeze-Drying. *Ciência Rural* 49.1678-4596.
- ❖ **Stephen, A.M., Phillips G.O., et Williams P.A., (2006).** Food polysaccharides and their applications. 2nd ed. Food science and technology. CRC Taylor & Francis. Boca Raton.733p.
- ❖ **Šturm L., Osojnik Črnivec IG., Istenič K., Ota A., Megušar P., Slukan A., Humar M., Levic S., Nedović V., Kopinč R., et al, (2019).** Encapsulation of Non-Dewaxed Propolis by Freeze-Drying and Spray-Drying Using Gum Arabic, Maltodextrin and Inulin as Coating Materials . *Food and Bioproducts Processing* 116. 196-211.
- ❖ **Szczepanik, M., Zawitowska B., et Szumny A. (2012).** Insecticidal Activities of Thymus Vulgaris Essential Oil and Its Components (Thymol and Carvacrol) against Larvae of Lesser Mealworm, *Alphitobius Diaperinus* Panzer (Coleoptera: Tenebrionidae). *Allelopathy Journal* 30 (1): 129-42.
- ❖ **Tavares L., et Noreña C.P.Z. (2020).** Encapsulation of Ginger Essential Oil Using Complex Coacervation Method: Coacervate Formation, Rheological Property, and Physicochemical Characterization. *Food and Bioprocess Technology*. 13 (8): 1405-20.
- ❖ **Timilsena Y.P., Akanbi T.O., Adhikari B., Barrow C.J., Khalid N, (2019).** Coacervation complexe : principes, mécanismes et applications en microencapsulation - ScienceDirect. *Food and Bioprocess Technology*. 121.1276-1286.
- ❖ **Tolstoguzov, V.b. (1998).** Physico-Chemical Modification of Food Proteins: Food Emulsions . *Food / Nahrung*. 42 (03-04): 205-9.
- ❖ **Tsung, M., et Burgess D.J. (1997).** Preparation and Stabilization of Heparin/Gelatin Complex Coacervate Microcapsules. *Journal of Pharmaceutical Sciences* 86 (5): 603-7.
- ❖ **Vaucher A.C.S., Patrícia C., Dias M., Pablo T., Coimbra., Costa I.S.M., Marreto R.N., Dellamora-Ortiz G.S., De Freitas O, et Ramos M.F.S. (2019).** Microencapsulation of fish oil by casein-pectin complexes and gum arabic microparticles: oxidative stabilisation . *Journal of Microencapsulation* 36 (5): 459-73.
- ❖ **Velasco J., Dobarganes C., et rquez-Ruiz G. (2003).** Variables affecting lipid oxidation in dried microencapsulated oils. *Grasas y Aceites*.54. (3):304-1.
- ❖ **Weinbreck F., de Vries R., Schrooyen P., et de Kruif C.G. (2003).** Complex Coacervation of Whey Proteins and Gum Arabic. *Biomacromolecules* 4 (2): 293-303.

- ❖ **Weinbreck F., Rollema H.S., Hans Tromp R., et de Kruif C.G. (2004).** Diffusivity of Whey Protein and Gum Arabic in Their Coacervates. *Langmuir* 20 (15): 6389-95.
- ❖ **Weibin B., Li B., Li W., Chen W., Chen F., et Shu C. (2021).** Encapsulation. In *Anthocyanins: Chemistry, Processing & Bioactivity*. Springer Nature. Singapore. 185-200p.
- ❖ **Wilkowska A., Ambroziak W., Czyżowska A., et Adamiec J. (2016).** Effect of Microencapsulation by Spray Drying and Freeze Drying Technique on the Antioxidant Properties of Blueberry (*Vaccinium Myrtillus*) Juice Polyphenolic Compounds. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences* 66 (1): 11-16.
- ❖ **Xia J., et Dubin P.L. (1994).** Protein-Polyelectrolyte Complexes. In: Dubin, P., Bock, J., Davis, R., Schulz, D.N., Thies, C. (eds) *Macromolecular Complexes in Chemistry and Biology*. Springer, Berlin, Heidelberg., 247-271p.
- ❖ **Yamasaki K., Nakano M., Kawahata T., Mori H., Otake T., Ueda N., Oishi I., et al. (1998).** Anti-HIV-1 Activity of Herbs in Labiatae . *Biological & Pharmaceutical Bulletin* 21 (8): 829-33.
- ❖ **Zamorano J. et Fabien C. (2018).** Carraghénanes : agents gélifiants, épaississants et stabilisants. *Techniques de l'Ingénieur*. 2. 50-80.
- ❖ **Zantar S., Garrouj D., Pagán R., Chabi M., Laglaoui A., Bakkali M., et Zerrouk M. (2015).** Effect of Harvest Time on Yield, Chemical Composition, Antimicrobial and Antioxidant Activities of *Thymus Vulgaris* and *Mentha Pulegium* Essential Oils. *European Journal of Medicinal Plants* 8 (2): 69-77.
- ❖ **Zarnovican M.H. (2004).** Le contrôle des bactéries alimentaires par les huiles essentielles de basilic et de thym, *Bio clips*, 12. <http://www.foodnavigator.com/news/news>.
- ❖ **Zeghad N., et Merghem R. (2013).** Antioxidant and Antibacterial Activities of *Thymus Vulgaris* L. *Plant biol.* 7. (1): 27–36.

Résumé

Résumé :

L'utilisation des huiles essentielles a augmenté durant ces dernières décennies et plusieurs travaux de recherche ont concentrés sur la stabilisation des huiles essentielles extraites des plantes médicinales et aromatiques. Dans ce contexte, cette étude a pour objectif d'encapsuler les composés volatils de l'huile essentielle seule ou en association en utilisant une méthode d'encapsulation qui est la coacervation complexe associée avec lyophilisation. Dans notre cas, les plantes aromatiques utilisées pour l'extraction des huiles essentielles sont le thym (*Thymus vulgaris*) et le basilic (*Ocimum basilicum*) dont la méthode d'extraction est l'hydrodistillation. La caséine et la pectine ont été utilisées comme composants de la paroi des microcapsules. Enfin, le rendement en huiles essentielles des deux plantes été (1,3-1,4%) et le protocole d'encapsulation utilisé a permis d'obtenir des microparticules avec des formes irrégulières qui enveloppent les huiles essentielles et un rendement de 50 à 87%.

Le produit final (huiles microencapsulées) est sous forme d'une poudre blanche aromatisée qui peuvent être utilisée comme ingrédients utiles et bioactif pour les nouveaux produits alimentaires et pharmaceutiques.

Mots clés : Huiles essentielles, *Thymus vulgaris*, *Ocimum basilicum*, coacervation complexe.

Abstract:

The use of essential oils has increased in recent decades and several research studies have focused on the stabilization of essential oils extracted from medicinal and aromatic plants. In this context, the objective of this study is to encapsulate the volatile compounds of essential oil alone or in combination using an encapsulation method which is the complex coacervation associated with lyophilization. In our case, the aromatic plants used for the extraction of essential oils are thyme (*Thymus vulgaris*) and basil (*Ocimum basilicum*) whose extraction method is hydrodistillation. Casein and pectin were used as components of the microcapsule wall. Finally, the yield in essential oils of the two plants was (1.3-1.4%) and the encapsulation protocol used has made it possible to obtain microparticles with irregular shapes that wrap the essential oils and a yield of 50 to 87%.

The final product (microencapsulated oils) is in the form of a flavoured white powder that can be used as useful and bioactive ingredients for new food and pharmaceutical products.

Key words: Essential oils, *Thymus vulgaris*, *Ocimum basilicum*, complex coacervation.