

Mémoire de Fin de Cycle

En Vue de l'Obtention du Diplôme

Master

Thème

Encapsulation des huiles essentielles

Seules ou en association



Présenté par

Melle ISKOUNEN OUARDA

Melle GHANEM MAROUA

Soutenu le 20 Juin 2023

Membres du Jury :

Président : Mme Achat Sabiha (MCA)

Examineur : Mme Adjeroud Nawel (MCA)

Encadreur : Mme Oukil Naima (MCA)

Année universitaire : 2022- 2023



Remerciements

*A*vant tout nous remercions le Bon Dieu pour sa Bienveillance, de nous avoir Donné la

force, la santé, la patience, la puissance et la volonté pour réaliser et achever ce Mémoire et nous a guidé au chemin du savoir.

Nous tenons à remercier notre promotrice Mme OUKIL Naima pour ses orientations, encouragements, ses conseils rédactionnels et sa disponibilité qui nous ont aidés à mener à bien ce travail.

Nous tenons aussi à exprimer nos vifs remerciements à la doctorante Melle HAMID Sarah pour l'intérêt qu'elle a porté à notre travail de mémoire, pour sa disponibilité et son soutien.

Nos remerciements s'adressent également aux membres du jury de nous avoir fait l'honneur de présider et d'avoir accepté d'évaluer notre travail.

A toute personne ayant contribué à la réalisation de ce travail.

MERCI A TOUS



Dédicaces

Du plus profond de mon cœur, je souhaite dédier humblement ce modeste travail à :

À mes très chers parents Nora et Azdine

Qui ont toujours été présents pour m'encourager, me soutenir et me fournir les moyens nécessaires pour réussir. Ils sont la force motrice derrière ma réussite.

À ma très chère sœur Thanina

Qui est la lumière de mes journées et la source de mes efforts. Son soutien inconditionnel et son réconfort moral ont été d'une valeur inestimable. Je lui souhaite bonheur et réussite dans toute sa vie.

À mes très chers frères

Massinissa et Syphax.

À mes meilleures Sarah et Mélissa

Que j'aime profondément. Je leur souhaite un avenir radieux, rempli de succès et une vie heureuse. Je vous remercie d'être parmi les personnes rares dans ma vie.

A mon binôme Ghanem Maroua.

À tous mes amis, en particulier "Uranus", que j'aime énormément pour leur amitié.

À tous ceux qui me sont chers.

Et à tous ceux que j'aime et qui m'aiment.



Quarda



Dédicaces

Je dédie ce travail

A mes chers parents Ahmed et Fatima

Sources de mes joies, secrets de ma force Vous serez toujours le modèle Papa, dans ta détermination, ta force et ton honnêteté Maman dans ta bonté, ta patience et ton dévouement pour nous .Merci pour tous vos sacrifices pour que vos enfants grandissent et prospèrent. Merci

d'être tout simplement mes parents c'est à vous que je dois cette réussite.

A mes très chères sœurs : Khamssa, Saliha, et Fariel.

A mes frères : Aziz et Zahir.

A mon binôme : ISKOUNEN Ouarda et ma chère copine Adjaoute Leila.

A tous ceux qui me sont chères.

À tous ceux qui m'aiment.



Maroua

Liste Des tableaux

Tableau	Titre	page
I	Répartition de quelques espèces de <i>thym en Algeriensis</i> .	6
II	Classification de <i>Thymus Algeriensis</i> .	7
III	Classification d' <i>Eucalyptus Globulus</i> .	9
IV	Classification d' <i>Eucalyptus polybractea</i> .	11
V	Les huiles essentielles utilisées	25
VI	Utilisation des huiles essentielles dans le procédé de coacervation complexe.	26
VII	Les biopolymères utilisés.	27
VIII	Produits chimiques utilisés.	27
IX	Les équipements de laboratoire utilisés avec références.	35
X	Rendement (%) d'encapsulation des huiles essentielles libres et en association.	35
XI	Efficacité d'encapsulation (%) des huiles essentielles libres.	36

Liste des figures

Figure	Titre	page
01	Représentant <i>Thymus Algeriensis</i> .	5
02	Représentant <i>Eucalyptus Globulus</i> .	8
03	Représentant <i>Eucalyptus Polybractea</i> .	10
04	Représentation schématique de la répartition de l'utilisation de l'encapsulation dans les différents domaines d'application.	15
05	Représentation schématique des différentes formes de microparticules.	16
06	Représentation schématique du processus de coacervation complexe appliqué à l'encapsulation d'ingrédients actifs.	18
07	Structure de l'acide polygalacturonique des pectines.	20
08	Représentation schématique de la micelle de caséine.	21
09	Structure chimique de carraghénanes Kappa et carraghénanes Iota.	21
10	Représentant les trois espèces utilisées.	26
11	Schéma représentatif du protocole de préparation des microcapsules des huiles essentielles seules par coacervation complexe.	30
12	Schéma représentatif du protocole de préparation des microcapsules des huiles essentielles en association par coacervation complexe.	30
13	Microcapsules des huiles essentielles encapsulées seules et en association observées sous microscope optique (Gx100).	34
14	Aspect des microcapsules des huiles essentielles encapsulées seules et en association obtenues après lyophilisation.	35

Liste des abréviations

AFNOR	Association Française de Normalisation.
ISO	International Standardisation Organisation.
HES	Huiles essentielles.
pH	Potentiel hydrogène.
E	Eucalyptus.
P	Protéine.
Ps	Polysaccharides.
T	Thymus Algeriensis.
EP	Eucalyptus Polybractea.
EG	Eucalyptus Globulus.
C1	HE Thymus Algeriensis + HE Eucalyptus Polybractea.
C2	HE Thymus Algeriensis + HE Eucalyptus Globulus.
C3	HE Eucalyptus polybractea + HE Eucalyptus Globulus.
TCA	Acide trichloracétique.
rpm	Rotation par minute.
R	Rendement (%).
EE	Efficacité d'encapsulation.

SOMMAIRE

Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des abréviations	
Introduction	1

Synthèse Bibliographique

Chapitre I

Monographie des plantes étudiées

<i>1.Thymus Algeriensis</i>	5
1.1. Description botanique	5
1.1. Répartitions géographique	6
1.2. Classification botanique du <i>Thymus Algeriensis</i>	7
1.3. Principe d'utilisation	7
<i>2.Eucalyptus Globulus</i>	8
2.1. Description botanique	8
2.2. Classification botanique	9
2.3. Distribution géographique	9
2.4. Principe d'utilisation	9
<i>3.Eucalyptus polybractea</i>	10
3.1. Description botanique	10
3.2. Répartition géographique.....	11
3.3. Classification botanique	11
3.4. Principales d'utilisation.....	11

Chapitre II

Généralités sur l'encapsulation

1.Historique	14
2.Définition	15
3.Techniques	16
3.1. Emulsification	16
3.2. Lyophilisation (freeze drying)	16

3.3. Polymérisation	16
3.4. Coacervation	17
3.4.1. La coacervation complexe	17
3.4.1.1. Paramètres influençant la formation des coacervats	18
3.4.1.2. La nature des polymères	19
3.4.1.3 Avantages de l'encapsulation par coacervation complexe	19
4. Les polymères les plus utilisées en alimentaire	20
5. Intérêt d'encapsulation en industrie alimentaire	22

Chapitre III

Matériel et méthodes

Matériel	25
1. Les huiles essentielles utilisées	25
2. Les biopolymères utilisés	26
3. Substances chimiques utilisées	27
4. Matériel de laboratoire utilisé	27
Méthodes	27
1. Encapsulation des huiles essentielles par coacervation complexe	27
1.1. Mode opératoire de l'encapsulation des huiles essentielles seules	28
1.2. Mode opératoire d'encapsulation d'huile essentielle en association	30
1.2. Calcul du rendement d'encapsulation	31
1.3. Calcul d'efficacité d'encapsulation	31

PARTIE EXPERIMENTALE

Chapitre IV

Résultats et discussion

1. Morphologie et aspect des microcapsules	34
2. Aspect des microparticules	34
3. Rendement d'encapsulation	35
4. Efficacité d'encapsulation	36
Conclusion	39

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

INTRODUCTION



Introduction

Depuis des temps immémoriaux, l'être humain a inlassablement cherché à satisfaire ses besoins en exploitant les ressources naturelles qui lui garantissent une alimentation adéquate et des remèdes thérapeutiques. Parmi ces ressources, les plantes occupent une place prépondérante, offrant à l'homme une multitude de propriétés, notamment dans le domaine de la médecine traditionnelle. Grâce à leurs activités biologiques remarquables, telles que leurs actions anti oxydantes, anti-inflammatoires, antiseptiques, et bien d'autres encore, les plantes ont prouvé leur valeur (Hrebień-Filisińska *et al.* , 2021).

Les plantes médicinales traditionnelles restent aujourd'hui la principale ressource de soins de santé dans de nombreux pays en développement et dans les régions rurales. Les études ethnobotaniques ont prouvé leur grande utilité pour identifier les plantes possédant des propriétés bioactives. De nombreuses recherches ont été réalisées sur les activités et la composition chimique des plantes utilisées dans la médecine traditionnelle. (Reverter *et al.*, 2017).

Les huiles essentielles, également connues sous le nom d'essences aromatiques, sont des mélanges de substances produites par de nombreuses plantes. Elles se présentent sous forme de minuscules gouttelettes présentes dans les feuilles, la peau des fruits, la résine, les branches et le bois. En proportion infime par rapport à la masse végétale, ces substances sont odorantes et hautement volatiles, ce qui signifie qu'elles s'évaporent rapidement dans l'air, (Padrini et Lucheroni, 1996). Les propriétés antibactériennes des huiles essentielles sont largement reconnues et leur utilisation est répandue depuis longtemps dans les domaines médical, cosmétique et de la phytothérapie. Plus récemment, elles ont également commencé à être utilisées dans l'industrie alimentaire pour améliorer la saveur des aliments. À l'heure actuelle, des études sont en cours afin de mieux améliorer leur efficacité en tant que conservateurs naturels (Bessah et Benyoussef, 2015).

La micro encapsulation est l'ensemble des techniques permettant le piégeage d'un principe actif sous une forme solide ou liquide dans un matériau approprié dit membrane ou matrice, cela a pour but de produire des particules sphériques ayant des diamètres qui s'échelonnent entre quelques nm à quelques mm (Frakolaki *et a.l.*, 2020). La micro encapsulation joue un rôle essentiel en contrôlant la libération d'un principe actif dans le système gastro-intestinal. Cette technologie est également utilisée pour diverses finalités, notamment la protection contre les conditions acides de l'estomac et le meilleur ciblage de l'effet du principe actif (Bile, 2015).

Introduction

Notre objectif principal dans ce travail est d'encapsuler les huiles essentielles de trois plantes aromatiques *Thymus Algeriensis* et *Eucalyptus Globulus* largement connues sur le littoral méditerranéen comme plante spontanée alors que pour *Eucalyptus Polybractea* comme plante cultivée originaire d'Australie.

L'encapsulation sera réalisée en utilisant des bio polymères afin de préserver et protéger les caractéristiques biologiques et fonctionnelles des huiles essentielles.

Les huiles essentielles encapsulées pourront être incorporées dans une matrice alimentaire pour améliorer la santé du consommateur, on lui offrant un aliment fonctionnel à valeur ajoutée.

Le contenu de notre manuscrit est divisé en deux parties distinctes :

- La section théorique est divisée en deux chapitres. Le premier chapitre aborde la monographie des plantes étudiées, tandis que le deuxième chapitre se concentre spécifiquement sur les différentes techniques d'encapsulation.
- La section pratique comprend la présentation détaillée du matériel végétal et du protocole expérimental, présentation des techniques utilisées et une évaluation des résultats obtenus.
- En conclusion, nous examinerons une récapitulation globale ainsi que des perspectives.

Synthèse

Bibliographique

CHAPITRE I

Monographie des plantes étudiées



1. *Thymus Algeriensis*

1.1. Description botanique:

Le nom *Thymus* vient du latin «*Thymus*» qui signifie «*parfumé* » ou du grec «*Thymos* » qui signifie «*courage* » ou «*force* (Stahl-Biskup et saez ; 2002).

En Algérie et en Afrique du Nord, cette plante aromatique est bien connue sous le nom de «*Zaater* » (Khadraoui *et al.*, 2016).

Le thym est un sous-arbrisseau à tiges ligneuses, érigées ou rampantes, appartenant à la famille des labiées (Quézel et Santa, 1963). Ses tiges carrées, dressées sont courtes et velues, de couleur blanchâtre. Ses petites feuilles vertes foncé de 4-10mm de long, de forme elliptique à oblongue et à tige court, sont cotonneuses et grisâtres en dessous et lisses dessus, elles sont légèrement enroulées sur les bords. La plante toute entière a une odeur aromatique, la floraison a lieu de juin à septembre. Ses jolies fleurs sont de couleur violacée à rose foncé et sont très appréciées des abeilles (Ursula *et al.* ,2008).

Thymus Algeriensis connue sous le nom de «*zhitra* » est un arbuste aromatique aux fleurs rose violacé, largement répandu en Afrique du nord. Cette espèce est capable de survivre dans des conditions climatiques extrêmes, en particulier caractérisé par des températures élevées et une eau limitée. Ces plantes sont largement cultivées dans la région l'ouest de la méditerranéenne, qui comprend l'Algérie (Righi *et al.*, 2020).Elles se caractérisent par une odeur modérée et parfois une saveur balsamique et épicée très prononcée (khled khoudja *et al.*, 2014).



Figure 01: Représentant *Thymus Algeriensis* ([Lien 1](#)).

1.1. Répartitions géographique :

✓ *Dans le monde :*

Le genre *Thymus* de la famille de Lamiacée est largement retrouvé dans le monde tels que l'Europe, l'Afrique, l'Asie, le Groenland, le Canada, le Chili et la nouvelle Zélande mais ce genre est principalement répandu dans la méditerranée (Morales, 2002).

✓ *En Algérie :*

L'Algérie est connue par sa richesse en plantes médicinales au regard de sa superficie et sa diversité bioclimatique. Les différentes espèces qui y existent sont réparties sur le territoire national du nord d'Alger à l'atlas saharien, et du constantinois à l'oranais (Touhami ,2017).

Le tableau suivant représente une répartition de quelques espèces de thym en Algérie (khlefi et medjani, 2008).

Tableau I: répartition de quelques espèces de thym en Algérie (Quezel et santa, 1963).

ESPECES	DECOUVERTE	LOCALISATION
<i>Thymus Capitatus</i>	Hoffiman et Link	Rare dans la région de Tlemcen
<i>Thymus Commutatus</i>	Battandier	Endémique Oran
<i>Thymus Fontanesii</i>	Boiss et Reuter	Commun dans le Tell Endémique Est Algérie-tunisie
<i>Thymus Pallidus</i>	Coss	Très rare dans le sous –secteur de l' Atlas Saharien et Constantinois
<i>Thymus Hirtus</i>	Willd	Commun sauf le littoral
<i>Thymus Numidicus</i>	Poiret	Assez rare dans : Le sous-secteur de l'atlas Tallien, le grande et le petite Kabylie, de skikda
<i>Thymus Lancéooééelatus</i>	Desfontaine	La frontière tunisienne Tell constantinois Rare dans : Le secteur de l'atlas tellien (terni de Médéa benchicao) et dans le sous-secteur des hauts plateaux algérois, oranais (Tiaret) et constantinois.
<i>Thymus Guyoni</i>	Noé	Rare dans le sous-secteur des hauts plateaux algérois, oranais et constantinois.
<i>Thymus Algeriensis</i>	Boiss et Reuter	Très commun dans le sous-secteur des hauts plateaux algérois, oranais.

1.2. Classification botanique du *Thymus Algeriensis* :

Tableau II : classification de *Thymus Algeriensis* (Quezel et Santa, 1963).

Règne	Plantea
Sous règne	<i>Tracheobionta</i>
Division	<i>Magnoliophyta</i>
Classe	<i>Magnoliopsida</i>
Sous classe	<i>Astériidae</i>
Ordre	<i>Lamiales</i>
Famille	<i>Lamiaceae</i>
Genre	<i>Thymus</i>
Espèce	<i>Thymus algeriensis</i>

1.3. Principe d'utilisation :

- ❖ Le thym a pris une très grande importance dans la médecine , pour lutter contre les affections des voies respiratoire et fortifier le corps .Il a aussi des propriétés bénéfiques contre les troubles de l'estomac et de l'intestin ,contre les douleurs occasionnées par la goutte et les rhumatismes ainsi que contre la toux, les inflammations de la gorge , les infections (Ursula *et la.*,2008).
- ❖ Dans les soins cosmétiques, le thym est utilisé frais ou séché pour les bains de vapeur faciaux et pour les nettoyages de peau (Ursula *et al.*, 2008).
- ❖ Cette plante aromatique très odorante, utilisée dans la cuisine Algérienne comme aromate et condiment (Djerroumi et Nacef, 2004).
- ❖ Les herbes séchées sont utilisées pour aromatiser les viandes, les conserves et les sauces (chikhoune ,2007).

2. *Eucalyptus Globulus*

2.1. Description botanique :

Le nom français ou vernaculaire : Eucalyptus globuleux, gommier bleu, eucalyptus bleu, arbre à fièvre, eucalyptus commun, eucalyptus officinal.

Le mot Eucalyptus vient de deux mots grecs eu « vrai » et kaluptos « couvert ». Ce nom a été décrit et baptisé par le botaniste français L'héritier en 1788.

Les plantes du genre Eucalyptus sont des arbres à feuillage persistant souvent à écorce s'exfoliant. Elles présentent deux types de feuilles, souvent très larges et dressées chez les plantes au stade juvénile puis étroites et pendantes chez les sujets matures (Balmey et Wilson, 2000) .Les fleurs sont généralement en bouquets ombelliformes, rarement solitaires et elles possèdent des sépales soudées en opercule conique qui tombe d'une seule pièce lorsque la fleur s'ouvre; les étamines sont nombreuses et proéminentes. Le fruit de ce genre est sous forme de capsule (Balmey et Wilson, 2000). Les eucalyptus sont de grands arbres dont certains peuvent dépasser 100 m de hauteur, mais la moyenne des espèces les plus courantes est de 40 à 50 m, d'autres ont des dimensions plus faibles (Traore *et al.*, 2013).

Les eucalyptus portent des feuilles persistantes, coriaces, glabres mais différentes en fonction de l'âge des rameaux: les jeunes rameaux possèdent des feuilles larges, courtes, opposées, sessiles, ovales, bleu-blanc et cireuses, avec un vrai limbe nervuré. Les rameaux plus âgés possèdent des feuilles aromatiques, falciformes, longues de 12 à 30 cm, étroites, pointues, épaisses, vert foncé, courtement pétiolées, alternes et pendantes verticalement (Goetz et Ghedira, 2012). Les eucalyptus sont connus pour leur capacité à coloniser des terrains nus ou dévastés à cause de leurs graines très nombreuses (et à faibles réserves); grâce à un organe souterrain, le lignotuber, même après une coupe ou un incendie; ils poussent sans marquer de dormance, tant que les conditions météorologiques ne sont pas défavorables. Ces dernières propriétés, ajoutées à sa grande valeur papetière, ont assuré à l'eucalyptus une dispersion et un succès mondiaux (Fraval, 2005).



Figure 02 : Représentant *Eucalyptus Globulus* (Lien 2)

2.2. Classification botanique :

Eucalyptus Globulus occupe la position taxonomique suivante :

Tableau III: Classification d'*Eucalyptus Globulus* (Ghidira et al., 2008).

Règne	Plantae
Sous-règne	<i>Tracheobionta</i>
Division	<i>Magnoliophyta</i>
Classe	<i>Magnoliopsida</i>
Sous-classe	<i>Rosidae</i>
Ordre	<i>Myrtales</i>
Famille	<i>Myrtaceae</i>
Genre	<i>Eucalyptus</i>
Espèce	<i>Eucalyptus globulus L</i>

2.3. Distribution géographique :

Les *Eucalyptus* appartiennent à la famille des Myrtacées grande famille de 72 genres et 300 espèces (genres *Eucalyptus*, *Eugenia*, *Melaleuca*, *Myrta*). Ils comptent environ 600 à 700 espèces et variétés (Warot, 2006).

Le *Eucalyptus* est originaire d'Australie et de Tasmanie, pays où il constitue la majeure partie de la flore forestière (Schauenberg et Paris, 1977 ; Aït Youssef, 2006). De nombreuses espèces sont acclimatées dans d'autres pays comme l'Inde, le Brésil, l'Europe et le bassin Méditerranéen (Forrest and Moore, 2008; Ghedira et al., 2008).

Les espèces du genre *Eucalyptus* ont été introduites massivement en Algérie dès le XIXe siècle (dès 1856), en particulier l'*E. Globulus* qui est planté aux bordures des routes dans le nord de l'Algérie. Les premiers planteurs étaient des missionnaires d'origine Européenne, ils l'ont exploité dans le but d'assainir les terrains marécageux où pullulaient les anophèles et les moustiques qui sont vecteurs d'une maladie parasitaire endémique: le paludisme (Aït Youssef, 2006).

2.4. Principe d'utilisation :

- ❖ Cet arbre a été utilisé par les aborigènes d'Australie sous forme d'infusions de Feuilles, pour soigner les fièvres, et en compresse pour guérir les plaies et les blessures. Cette essence est utilisée comme antibiotique naturel sous forme d'inhalation

et de vaporisation en cas de rhume, de grippe, de catarrhe et de sinusite, dotée d'un pouvoir antiseptique et contribue à purifier l'air en cas d'épidémie (Padrini et Lucheroni, 1998).

- ❖ Elle est employée dans les affections des voies respiratoires telles que la tuberculose pulmonaire. C'est un excellent cicatrisant naturel utilisé dans le pansement des plaies, brûlures et leucorrhées (Boulekbache-Makhlouf et al., 2011).

3. *Eucalyptus polybractea*

3.1. Description botanique :

L'*Eucalyptus polybractea* est une variété d'arbre mallee qui atteint généralement une hauteur de 8 à 10 mètres et présente un lignotuber. Il se caractérise par une écorce rugueuse, fibreuse ou feuilletée, de couleur grisâtre à brunâtre dans la partie inférieure du tronc, tandis que la partie supérieure de l'écorce est lisse et de teinte grisâtre à brunâtre, se détachant en rubans. Les jeunes plantes et les buissons ont des feuilles bleuâtres à glauques, de forme linéaire à lancéolée, mesurant de 40 à 150 mm de longueur et de 3 à 16 mm de largeur. Les feuilles adultes présentent la même teinte vert-bleuâtre des deux côtés, elles sont en forme de lance, mesurant de 60 à 170 mm de longueur et de 4 à 20 mm de largeur, avec un rétrécissement formant un pétiole de 4 à 15 mm de long. Les boutons floraux se trouvent en groupes de sept, neuf ou onze dans les aisselles foliaires, attachés à un pédoncule non ramifié mesurant de 4 à 12 mm de long. Les boutons individuels ont des pédoncules pouvant atteindre 4 mm de longueur. Lorsqu'ils arrivent à maturité, les boutons ont une forme de massue ou de losange, mesurant de 4 à 6 mm de longueur et de 3 à 4 mm de largeur, et sont munis d'un opercule conique à arrondi. La floraison principale se produit de mars à août, avec des fleurs blanches. Le fruit est une capsule ligneuse en forme de coupe ou de tonneau, mesurant de 4 à 7 mm de longueur et de 3 à 5 mm de largeur, avec les valves situées près du bord (Brooker *et al.*, 2019 ; Chippendale, 2019 ; Hill, 2019).



Figure 03 : Représentant eucalyptus polybractea (**Lien 3**).

3.2. Répartition géographique :

Le mallee à feuilles bleues (*Eucalyptus polybractea*), également connu sous le nom de mallee bleu, est une espèce d'eucalyptus qui se trouve dans certaines régions de l'Australie. Il a une distribution relativement large mais sporadique, se situant autour de West Wyalong en Nouvelle-Galles du Sud et entre Stawell et Bendigo au Victoria.

Cet arbre pousse principalement dans les formations d'arbustes mallee, qui sont des communautés végétales caractérisées par de nombreux arbustes et petits arbres avec des souches multiples. Les sols sur lesquels le mallee à feuilles bleues se développe sont généralement de type limoneux, ce qui signifie qu'ils sont riches en limon, une particule de taille intermédiaire entre le sable et l'argile. Ces sols limoneux peuvent retenir l'humidité, ce qui est important pour la croissance de l'arbre (Hill, 2019).

3.3. Classification botanique :

Tableau IV. Classification d'*Eucalyptus polybractea* (Erau, 2019).

Règne	Plantae
Sous-règne	<i>Tracheobionta</i>
Division	<i>Magnoliophyta</i>
Classe	Magnoliopsida
Sous-classe	<i>Rosidae</i>
Ordre	<i>Myrtales</i>
Famille	<i>Myrtaceae</i>
Genre	<i>Eucalyptus</i>

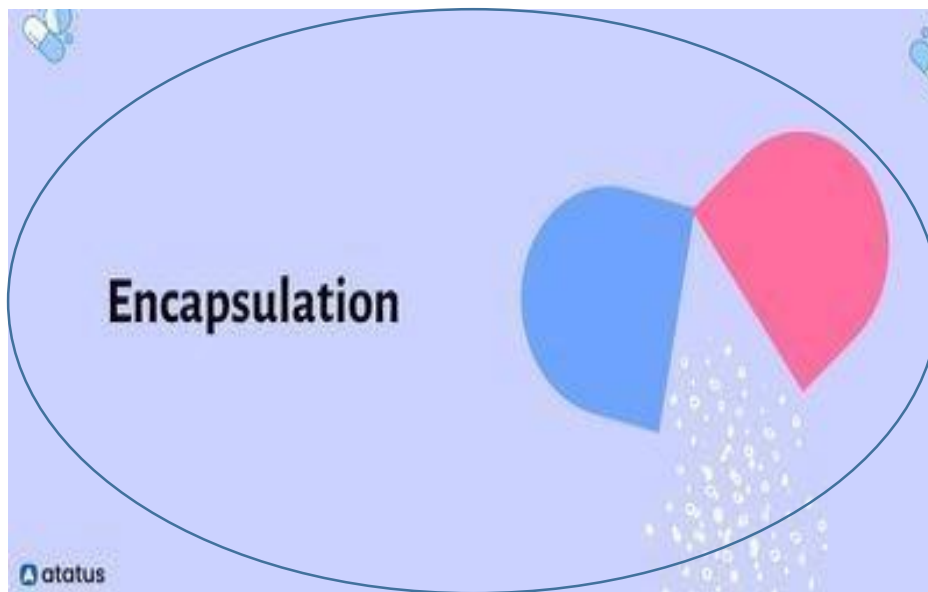
3.4. Principales d'utilisation:

- ❖ L'huile d'eucalyptus est utilisée en médecine pour ses propriétés antiseptiques, anti-inflammatoires, expectorantes et décongestionnantes. Elle est souvent utilisée dans les traitements contre les affections respiratoires, telles que la toux, le rhume, la sinusite, la bronchite et l'asthme. Elle peut également être utilisée en inhalation pour soulager la congestion nasale.
- ❖ Comme produits de soin du corps ; L'huile d'eucalyptus est un ingrédient courant dans les produits de soin du corps tels que les lotions, les baumes pour les lèvres, les crèmes pour les pieds et les savons.

- ❖ En raison de ses propriétés stimulantes et antiseptiques, l'huile d'eucalyptus est souvent utilisée dans les produits capillaires tels que les shampooings. Elle peut aider à améliorer la santé du cuir chevelu, à réduire les pellicules et à favoriser la croissance des cheveux.
- ❖ L'huile d'eucalyptus est très appréciée en aromathérapie pour son arôme frais. Elle est utilisée dans les diffuseurs d'huiles essentielles pour créer une atmosphère apaisante et énergisante. L'inhalation de l'arôme de l'huile d'eucalyptus peut aider à soulager le stress, à améliorer la concentration et à favoriser la clarté mentale.
- ❖ L'huile d'eucalyptus possède des propriétés antibactériennes et antifongiques, ce qui en fait un ingrédient efficace pour les produits de nettoyage. Elle peut être utilisée pour fabriquer des nettoyants multi-usages, des désinfectants pour les mains, des Sprays désodorisants et des produits pour le nettoyage des surfaces (Boland *et al.*, 2019).

CHAPITRE II

Généralités Sur l'encapsulation



1. Historique :

L'encapsulation a été développée pour la première fois dans les années 1950 dans le but de produire du papier autocopiant permettant de reproduire du texte ou des images avec une légère pression. Ce produit contient des petites particules de colorant créées par une réaction complexe entre la gélatine et la gomme arabique, qui se brisent lorsqu'ils sont soumis à la pression exercée par une imprimante ou un stylo. À la fin des années cinquante, la technologie de micro encapsulation a été utilisée dans le domaine pharmaceutique pour les médicaments analgésiques à libération prolongée, ainsi que dans d'autres applications industrielles telles que les colles (Vandamme *et al.*, 2007).

Depuis les années 80, il y a eu une expansion de la communication olfactive. Des inserts parfumés ont fait leur apparition dans les magazines pour promouvoir différents produits tels que les parfums, les savons, les adoucissants pour le linge ou les produits détergents. La majorité de ces publicités utilisent des encres spéciales contenant des microcapsules qui emprisonnent le parfum et permettent sa libération sous contrôlée (Nelson, 2002).

Plus tard, cette technologie a été appliquée dans l'industrie alimentaire afin de dissimuler les saveurs désagréables de certains ingrédients, tels que les vitamines, ou simplement pour transformer des liquides et solides. Elle peut également être utilisée pour protéger les principes actifs contre l'oxydation (préservation des arômes) ou l'humidité (conservation du sel et du sucre) (Augustin *et al.*, 2001 ; Heinzen, 2002).

L'encapsulation est une nouvelle approche permettant d'obtenir des produits à forte valeur ajoutée. Les différentes applications de l'encapsulation sont réparties différemment selon les secteurs, comme illustré dans la Figure 01. Il est clair que le domaine pharmaceutique est celui qui utilise le plus l'encapsulation, représentant 68% des applications. Ensuite, on retrouve le secteur alimentaire avec 13% et le secteur de la cosmétique avec 8%. En revanche, le secteur de l'électronique, tel que les textiles intelligents, ne représente que 1% des applications. (Abdallaoui, 2018).

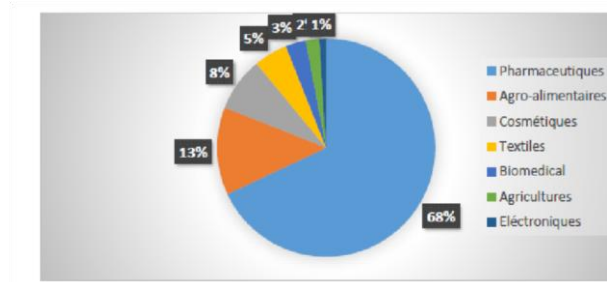


Figure 04: Représentation schématique de la répartition de l'utilisation de l'encapsulation dans les différents domaines d'application (Abdallaoui, 2018).

2. Définition :

L'encapsulation est une méthode qui implique de capturer ou d'envelopper une substance ou un mélange de substances spécifiques à l'aide de matériaux appropriés. Les substances à encapsuler peuvent être sous forme liquide, solide ou gazeuse. Il s'agit souvent de principes actifs sensibles ou instables face à certains facteurs environnementaux, visant à une action ciblée (comme la vectorisation), ou de substances dont on souhaite altérer l'état (par exemple, la transformation d'un liquide en solide) (Kerdudo, 2014).

De manière générale, on peut distinguer deux types de morphologies pour les particules encapsulées :

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

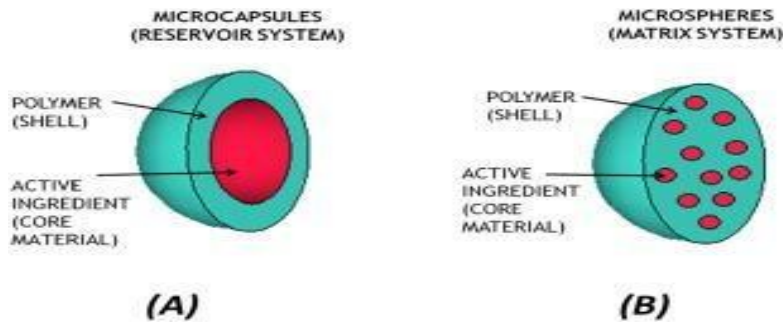


Figure 05 : Représentation schématique des différentes formes de microparticules (Paulo et Santos, 2017).

3. Techniques d'encapsulation :

3.1. Emulsification :

L'émulsification est un procédé permettant de convertir deux liquides non miscibles en une émulsion homogène par le biais d'une homogénéisation. Il existe deux approches principales : l'émulsion simple (huile dans l'eau et eau dans l'huile) et la double émulsion (eau dans l'huile dans l'eau et huile dans l'eau dans l'huile). L'émulsification est utilisée pour encapsuler des composés à la fois hydrophiles et hydrophobes. (Shishir *et al.*, 2018).

3.2. Lyophilisation (freeze drying) :

La lyophilisation, également connue sous les noms de cryodessiccation et de séchage à froid, est un procédé largement utilisé pour encapsuler des molécules thermosensibles et instables dans des solutions aqueuses. Il s'agit essentiellement d'une méthode de déshydratation à basse température qui permet d'éliminer la majeure partie de l'eau présente dans un produit initialement congelé par sublimation. Ainsi, l'eau contenue dans le produit passe directement de l'état solide à l'état gazeux. (Madene, 2006).

3.3. Polymérisation :

La micro encapsulation polymérique se réfère au processus de polymérisation de monomères autour de gouttelettes dispersées contenant une substance active, ce qui forme un film solide autour de ces gouttelettes. On peut la diviser en deux sous-catégories. D'une part, il y a la polymérisation in situ, où les monomères sont ajoutés à la phase continue. D'autre part, il y a la polymérisation inter faciale, où un monomère est dissous dans la phase continue tandis que l'autre est dissous dans la phase dispersée (Richard et Benoit, 2000).

3.4. Coacervation :

Le mot "coacervat" est dérivé du terme latin "coacervus", qui fait référence à un processus d'association. Le phénomène de coacervation a été initialement décrit en 1911 et son utilisation remonte à 1623 (Lemetter *et al.*, 2009).

Il y a deux formes de coacervation : la coacervation simple et la coacervation complexe. Dans le cas de la coacervation simple, un seul polymère réagit avec des agents fortement hydrophiles. En revanche, la coacervation complexe correspond à une séparation de phase liquideliquide dans une solution aqueuse contenant deux polymères de charges opposées (Madene *et al.*, 2006).

3.4.1. La coacervation complexe :

La coacervation complexe se réfère à la phase de séparation observée dans un système colloïdal lorsque deux polymères de charges opposées interagissent électro statiquement (Iupac ,1997).

La coacervation complexe est un processus où une solution aqueuse contenant deux polymères de charges opposées subit une séparation de phase liquide-liquide. Lorsque les charges globalement positives d'un des poly électrolytes sont neutralisées par les charges négatives de l'autre, les macromolécules perdent leur solvation, ce qui entraîne leur coacervation (Dixit et Goel, 2007; Richard et Benoit, 2000).

Le processus de micro encapsulation par coacervation complexe suit les étapes illustrées dans la figure 03 suivante:

- **La phase a :** le produit destiné à être encapsulé est dispersé dans une solution aqueuse comprenant les deux polymères.
- **La phase b :** la coacervation est provoquée en ajustant le pH de la solution de manière à équilibrer les charges positives du premier polymère avec les charges négatives du second polymère. L'interaction électrostatique entre les deux poly électrolytes entraîne la formation d'un coacervat mixte.
- **La phase c :** les gouttelettes de coacervat formées se déposent à la surface de la matière active à encapsuler.
- **La phase d :** créant ainsi un revêtement continu.
- **La phase e :** la macromolécule constitutive du coacervat subit une réticulation, ce qui renforce l'enrobage (Richard *et al.*, 2000).

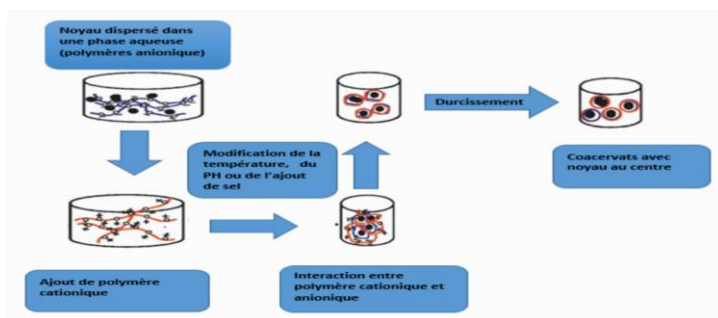


Figure 06: Représentation schématique du processus de coacervation complexe appliqué à l'encapsulation d'ingrédients actifs (Timilsena *et al.*, 2019).

3.4.1.1. Paramètres influençant la formation des coacervats :

Les principaux paramètres physicochimiques qui interviennent dans la formation du coacervat sont les suivants :

✓ ***PH :***

Le pH est un facteur essentiel qui impacte significativement le phénomène de coacervation complexe. En réalité, les interactions entre les protéines et les polysaccharides se manifestent lorsque ces deux types de polymères possèdent des charges électriques opposées. Lorsque le pH de la solution est inférieur au point isoélectrique de la protéine, cela influe sur le volume du coacervat. La variation du pH a un impact sur le volume des coacervats. Le volume maximal des coacervats est observé dans une plage de pH restreinte, généralement comprise entre 2,5 et 5,5, comme indiqué par... (Burgess et Carless, 1984).

✓ ***Force ionique :***

La force ionique joue un rôle crucial dans le contrôle de l'état de phase des systèmes comportant des interactions électrostatiques. Elle est considérée comme un facteur environnemental essentiel qui impacte la formation et la dissociation des coacervats. La présence de sel peut élargir la gamme d'états de phase observés. À de faibles concentrations, la force ionique régule les interactions électrostatiques, ce qui peut favoriser la coacervation (Wee *et al.*, 2014).

La charge des polymères joue un rôle crucial dans la création des coacervats, car elle a un impact sur les interactions entre les protéines et les polysaccharides. Une force ionique extrêmement faible ou très élevée conduit à une diminution des interactions électrostatiques entre la protéine et le polysaccharide (De Kruif *et al.*, 2004).

✓ *Température :*

L'augmentation de la température favorise les interactions hydrophobes et les liaisons covalentes, tandis que la diminution de la température favorise les liaisons hydrogènes. Ainsi, dans un système protéine/polysaccharide, une diminution de la température favorise la séparation de phase associative en permettant la formation de liaisons hydrogènes. Par ailleurs, l'augmentation de la température peut induire à la séparation de phase associative en exposant des sites réactifs lors de la dénaturation des protéines ou en entraînant un changement de conformation du polysaccharide. Ces changements peuvent favoriser les interactions électrostatiques entre les protéines et les polysaccharides (Schmitt *et al.*, 1998).

✓ *Ratio protéine/polysaccharides :*

Le rapport molaire des bio polymères dans un mélange de protéines et de polysaccharides joue un rôle important pour réguler l'équilibre de charge (Schmitt *et al.*, 1999 ; Sarika *et al.*, 2015), il en résulte une influence sur la solubilité des complexes. En effet, à un pH et à une force ionique donnés, le ratio massique (P:Ps) va conditionner la neutralisation des charges entre les deux macromolécules. Si la neutralisation des complexes se produit à un ratio (P:Ps) de 1, toute augmentation ou diminution de ce ratio entraînera un gain de solubilité accrue des complexes et par conséquent une diminution des complexes (Kaibara *et al.*, 2000).

3.4.1.2. La nature des polymères:

Les polymères peuvent être classés en trois groupes principaux selon leur origine: naturelle, synthétiques et semi synthétiques .Les protéines et les polysaccharides sont des polymères d'origine naturelle largement utilisés dans l'industrie alimentaire, notamment pour les émulsions et l'encapsulation (Bouyer *et al.*, 2010 ; Matalanis *et al.*, 2011).

3.4.1.3 Avantages de l'encapsulation par coacervation complexe :

Le procédé de coacervation complexe offre de nombreux avantages, notamment des rendements d'encapsulation pouvant atteindre jusqu'à 90% (Kerdudo *et al.*, 2015). De plus, ce procédé peut être réalisée sans l'utilisation de solvants organiques et à température ambiante. Cependant, en raison de la complexité du processus et de son coût élevé de production, la technologie de coacervation est principalement réservée à des applications spéciales telles que l'encapsulation de composés actifs coûteux ou pour masquer des odeurs intenses ou des arômes d'ingrédients nutritionnels. En général, les deux poly électrolytes les plus couramment utilisés sont la gomme arabique (chargée négativement) et la gélatine (chargée positivement), tandis que le glutaraldéhyde est souvent utilisé comme agent réticulant. Bien que l'agent réticulant

soit efficace et économique, il présente une toxicité non négligeable tant pour le manipulateur que pour le consommateur et il doit être utilisé à des doses élevées (environ 100 à 500 g/kg de gélatine) (Lemetter *et al.*, 2009).

4. Les polymères les plus utilisées en alimentaire :

❖ *Pectine :*

Ces composés sont des hétéropolysaccharides complexes qui se distinguent par leur richesse en acide D-galacturonique en tant que squelette principal. Ces acides D-galacturoniques sont reliés entre eux par des liaisons glycosidiques α -(1→4). On trouve également de petites quantités de α -L-rhamnose, qui peuvent être plus ou moins ramifiées. De plus, ces polysaccharides peuvent être estérifiés par du méthanol ou des amides, comme le montre la figure 04 (Daas P.J.H. et al., 1999).

Il s'agit d'un polymère appelé polysaccharide, constitué d'une longue chaîne d'acide pectique et d'acide pectinique. Ce composé est issu de la membrane cellulaire des plantes et sa fonction est de lier les cellules végétales entre elles (Field, 2011).

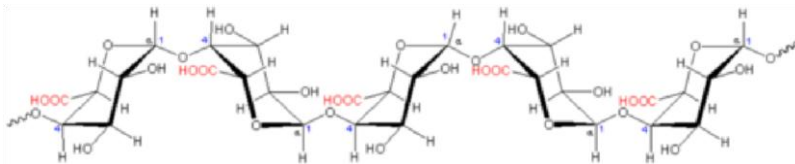


Figure 07: Structure de l'acide polygalacturonique des pectines (Tilly ,2010).

❖ *Caséine :*

Les caséines sont hautement adaptées à l'alimentation des nourrissons, car leur structure moléculaire ne possède pas d'activité enzymatique. De plus, elles servent de base pour la production de fromages (Soledad, 2009).

Les caséines sont des polypeptides contenant du phosphore qui se lient à des minéraux, notamment le calcium, le phosphore, le magnésium et le citrate, pour former des agrégats appelés micelles de phosphocaseinate de calcium. En présence de calcium, ces micelles rassemblent des milliers de molécules et se dispersent dans la phase aqueuse du lait (ayant un diamètre variant de 100 à 250 μ m). Cette structure en micelles facilite la digestion par les enzymes hydrolytiques telles que les carboxypeptidases (Jean et Dijon, 1993).

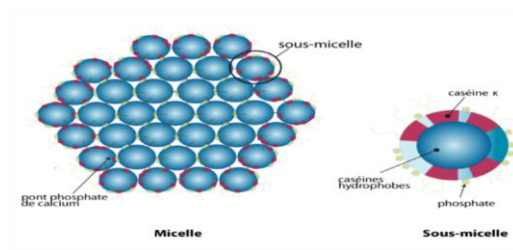


Figure 08 : Représentation schématique de la micelle de caséine (Lien 3).

❖ Carraghénanes :

Le carraghénanes, extrait d'algues rouges, est un polysaccharide naturel qui se caractérise par sa structure linéaire. Il possède une masse moléculaire élevée et est composé de répétitions d'unités de 3,6-anhydrogalactose, qui sont à la fois sulfatées et ester-sulfatées. Ces unités sont reliées par une alternance de liaisons α -1,3 et β -1,4 glycosidiques. Les différentes combinaisons de ces composants naturels donnent naissance à trois types fondamentaux de carraghénanes (Mosilhey, 2003).

Les polymères en question sont généralement désignés par des préfixes grecs, à savoir kappa, iota et lambda-carraghénanes. Parmi eux, le lambda-carraghénanes est couramment utilisé pour accroître la viscosité des produits, tandis que les deux premiers sont connus pour leur capacité à former des gels. Toutefois, les kappa-carraghénanes sont les plus largement utilisés (Van De Velde *et al.*, 2002).

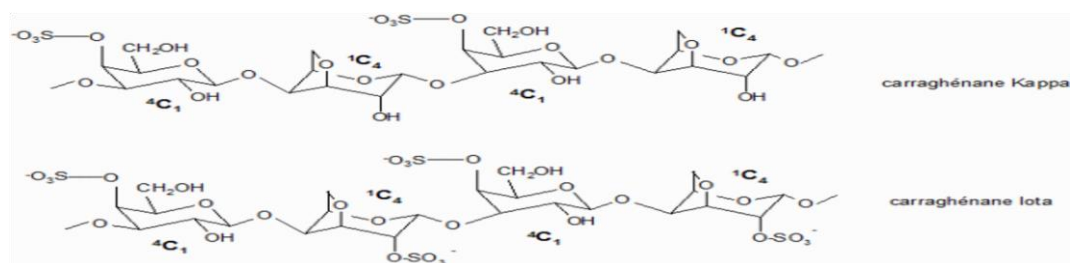


Figure 09: Structure chimique de carraghénanes Kappa et carraghénanes Iota (Lien 4).

5. Intérêt d'encapsulation en industrie alimentaire :

Selon les différents domaines et applications, l'encapsulation vise à garantir la protection, la compatibilité et la stabilisation d'une substance active dans une formulation. Son objectif est d'améliorer l'apparence d'un produit et de dissimuler les odeurs ou les goûts indésirables. En outre, l'encapsulation permet de modifier et de contrôler le mode de libération d'une substance active afin d'obtenir des effets prolongés ou déclenchés, en fonction des besoins (Akdin, 2017).

PARTIE
EXPERIMENTALE

CHAPITRE III

Matériel et Méthodes



Notre étude consiste à réaliser l'encapsulation des huiles essentielles seules ou en association par la technique de coacervation complexe en utilisant des bio polymères la caséine et la pectine (protéine et polysaccharide) de charge opposée.

Cette technique d'encapsulation, offre de nombreux avantages tels que la stabilité de l'huile essentielle, la protection contre l'oxydation et la volatilisation, la libération contrôlée de l'huile essentielle, la facilité d'utilisation et l'incorporation de ces huiles encapsulées dans diverses matrices alimentaires, cosmétiques, et pharmaceutiques.

Les huiles essentielles utilisées dans cette étude sont l'huile essentielle d'une espèce de thym (*Thymus Algeriensis*) et de deux espèces d'Eucalyptus (*Eucalyptus Polybractea* et *Eucalyptus Globulus*).

I -Matériel

1. Les huiles essentielles utilisées :

Les huiles essentielles utilisées dans notre étude sont des huiles essentielles commercialisées par Biopam entreprise (*Nature of Algeria*), qui est une entreprise spécialisée dans l'extraction des huiles essentielles par hydro distillation.

Les espèces utilisées dans notre étude tel que *Thymus Algeriensis* et *Eucalyptus Globulus* sont largement comme plante spontanée alors que pour *Eucalyptus Polybractea* comme plante cultivée. La partie utilisée pour l'extraction de l'huile essentielle de l'espèce *Thymus Algeriensis* : aérienne (fleurs et feuillues), pour *Eucalyptus Globulus* : (rameaux et feuillues), et pour *Eucalyptus polybractea* :(rameaux et feuillues) (**Tableau V**).

Tableau V : Les huiles essentielles utilisées.

Huile essentielle	Origine	Composition chimique (Chémotype)
<i>Thymus algeriensis</i>	Algérie	Thymol, p-cymene, y-terpinene, E-βcaryophyllene
<i>Eucalyptus polybractea</i>	Algérie	1,8-cineole, p-cymene, cryptone
<i>Eucalyptus globulus</i>	Algérie	1,8-cineole, y-terpinene, p-cymene

Les huiles essentielles sont utilisées seules ou en association selon le tableau ci-dessous (Tableau VI).

Tableau VI : Utilisation des huiles essentielles dans le procédé de coacervation complexe.

Les huiles seules	Les huiles en association
T: <i>Thymus Algeriensis</i>	C1: HE <i>Thymus algeriensis</i> + HE <i>Eucalyptus Polybractea</i>
EP : <i>Eucalyptus Polybractea</i>	C2 : HE <i>Thymus Algeriensis</i> + HE <i>Eucalyptus Globulus</i>
EG : <i>Eucalyptus Globulus</i>	C3 : HE <i>Eucalyptus polybractea</i> + HE <i>Eucalyptus Globulus</i>

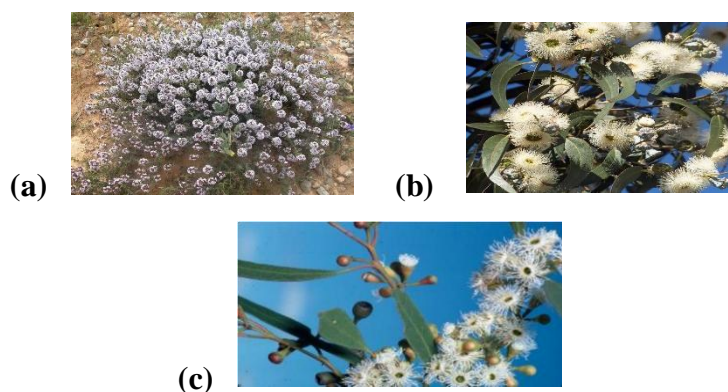


Figure 10 : représentant les trois espèces utilisées. (a) : *Thymus Algeriensis*, (b) *Eucalyptus Globulus*, (c): *Eucalyptus Polybractea*.

2. Les biopolymères utilisés :

Tableau VI : les biopolymères utilisés.

Biopolymère	Composition Chimique	Référence
Caséine	Caséine du lait de bovins (Forme poudre)	<i>SIGMA-ALDRICH</i> <i>Lot #BBCD1655, Product of Germany</i>
Pectine	Acide galacturonique ($\geq 74.0\%$) (Forme poudre)	<i>SIGMA-ALDRICH</i> <i>Lot #SLC82465, Product of Denmark</i>

3. Substances chimiques utilisées :

Tableau VII: Produit chimique utilisés.

Substance	Formule chimique	Référence
Acide trichloracétique TCA	$C_2HCl_3O_2$	SIGMA-ALDRICH Lot #STBF5881V, Product
Hexane	C_6H_{14}	VWR Chemicals Lot 18K084026, Product of
Acide chlorhydrique	HCl	SIGMA-ALDRICH Lot #SZBF1700B, Product
Ethanol	C_2H_6O	VWR Chemicals Lot 11B641970, Product of

4. Matériel de laboratoire utilisé:

Tableau VIII: Les équipements de laboratoire utilisés avec référence.

Matériel	Références
pH mètre	Hanna Instruments - HI 2210
Plaque chauffante agitatrice	Magnetic emotion MIX 15 eco
Balance analytique	PIONEER
Microscope optique	OPTICA Axiom 2000
Centrifugeuse réfrigérée	SIGMA 1-14K -158662
Spectrophotomètre	SP 3000 Nano
Lyophilisateur	CHRIST Alph 1-2 LDplus 101521

II-Méthodes

1. Encapsulation des huiles essentielles par coacervation complexe :

La coacervation ne peut être utilisée que pour encapsuler des matériaux insolubles dans l'eau (matériaux de noyau hydrophobes présentés à l'état solide ou liquide). Selon la technique

de coacervation par (Himed, 2018), Le schéma général de la coacervation complexe est présenté en trois étapes. La première étape consiste en la formation d'une émulsion huile dans l'eau (dispersion de l'huile dans une solution aqueuse). Le mélange huile essentielle est mis sous agitation sur une plaque agitatrice. La seconde comprend la formation du revêtement (dépôt du revêtement formé par les deux polymères sur le matériau du noyau). La dernière est la stabilisation du revêtement (durcissement du revêtement, en utilisant des techniques thermiques, de réticulation ou de désolvatation, pour former des microcapsules autosuffisantes). La formation de la coquille de coacervat est entraînée par la différence de tension de surface entre la phase de coacervat, l'eau et le matériau hydrophobe (Himed, 2018).

Dans notre cas, la préparation des microcapsules a été effectuée en mélangeant deux biopolymères de charges opposées selon le protocole décrit par Mebarki et ses collaborateurs avec modifications (Mebarki *et al.*, 2022). Une protéine du lait (caséine) et un polysaccharide extrait d'écorce du citron (pectine).

1.1. Mode opératoire de l'encapsulation des huiles essentielles seules :

La préparation des microcapsules de l'huile essentielle de *Thymus Algeriensis*, *Eucalyptus Globulus* et *Eucalyptus Polybractea* par coacervation complexe est réalisée en suivant les étapes ci-dessous :

- **Préparation de la solution de pectine** : Dissoudre 5g de poudre de la pectine dans 100 mL d'eau distillée sous agitation douce à température ambiante pendant environ 20 heures jusqu'à dissolution complète.
- **Préparation de la solution de caséine** : Dissoudre 5g de poudre de la caséine dans 100 mL d'eau distillée sous agitation douce à température ambiante pendant 20 heures jusqu'à dissolution complète.
- **Mélange des solutions de caséine et de l'huile essentielle**: Ajouter 25mL de la solution de caséine en présence de 500 μ L de l'huile essentielle tout en agitant doucement pour éviter la formation de grumeaux. Continuer l'agitation jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène.
- **Ajout de la solution de pectine** : Ajouter 25mL de la solution de pectine dans le mélange précédent tout en agitant doucement pendant 10 minutes jusqu'à ce que le mélange soit uniforme.

- **Coacervation complexe** : Ajouter L'acide trichloracétique (TCA) à la solution de pectine/caséine/huile essentielle pour diminuer le PH a 3,5 et induire la coacervation complexe. La solution doit être agitée doucement pour favoriser la formation de microcapsules.
- **Lyophilisation** : Après la formation des microcapsules, elles sont récupérées par centrifugation ou filtration. Les microcapsules sont ensuite lyophilisées pour éliminer l'excès d'eau et obtenir des microcapsules sèches et stables (**Figure 10**).

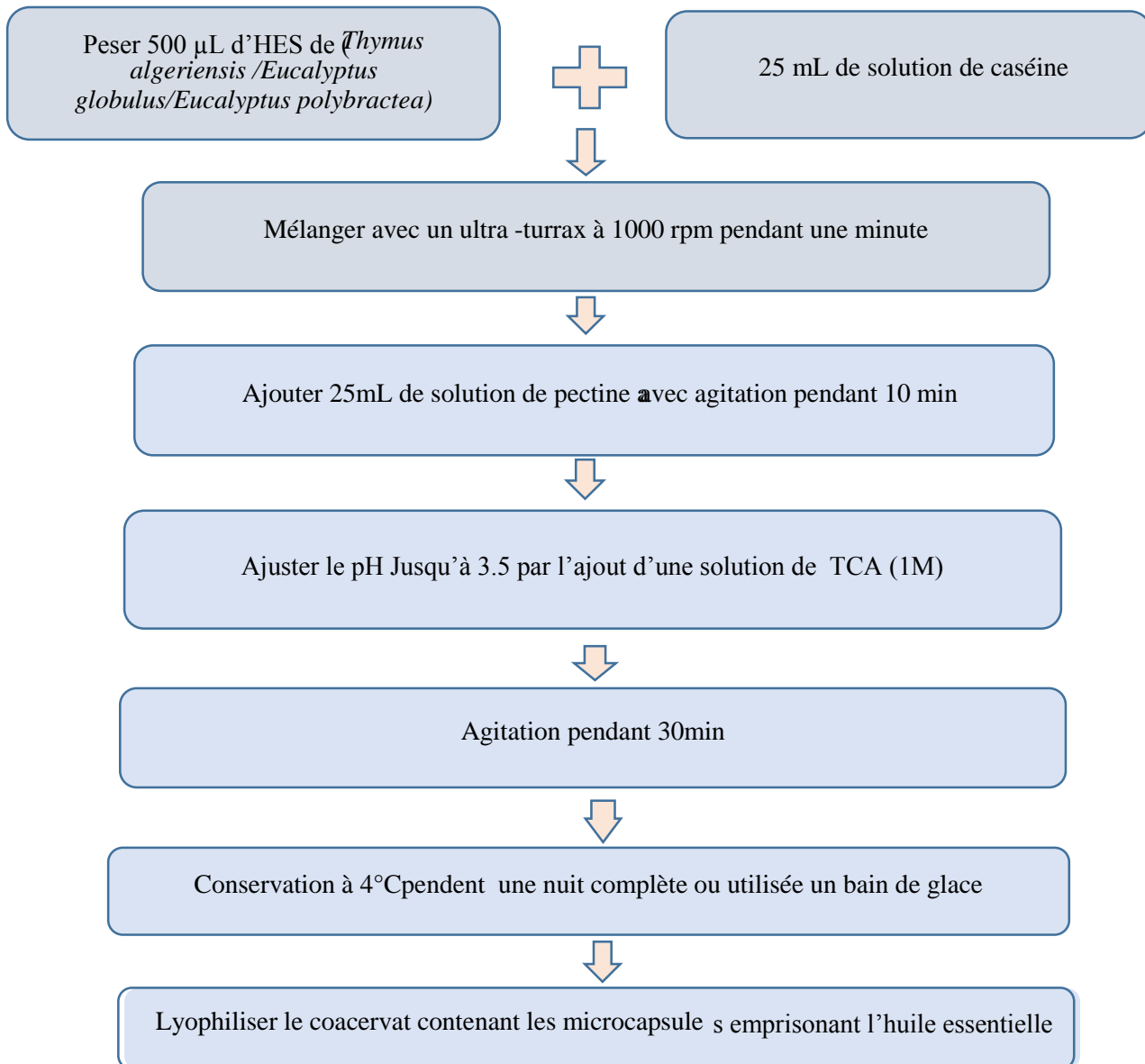


Figure 11: Schéma représentatif du protocole de préparation des microcapsules des huiles essentielles seules par coacervation complexe (Mebarki *et al.*, 2022).

1.2. Mode opératoire d'encapsulation d'huile essentielle en association :

Nous avons réalisé également une conservation complexe en utilisant les huiles essentielles en association (Figure 11) :

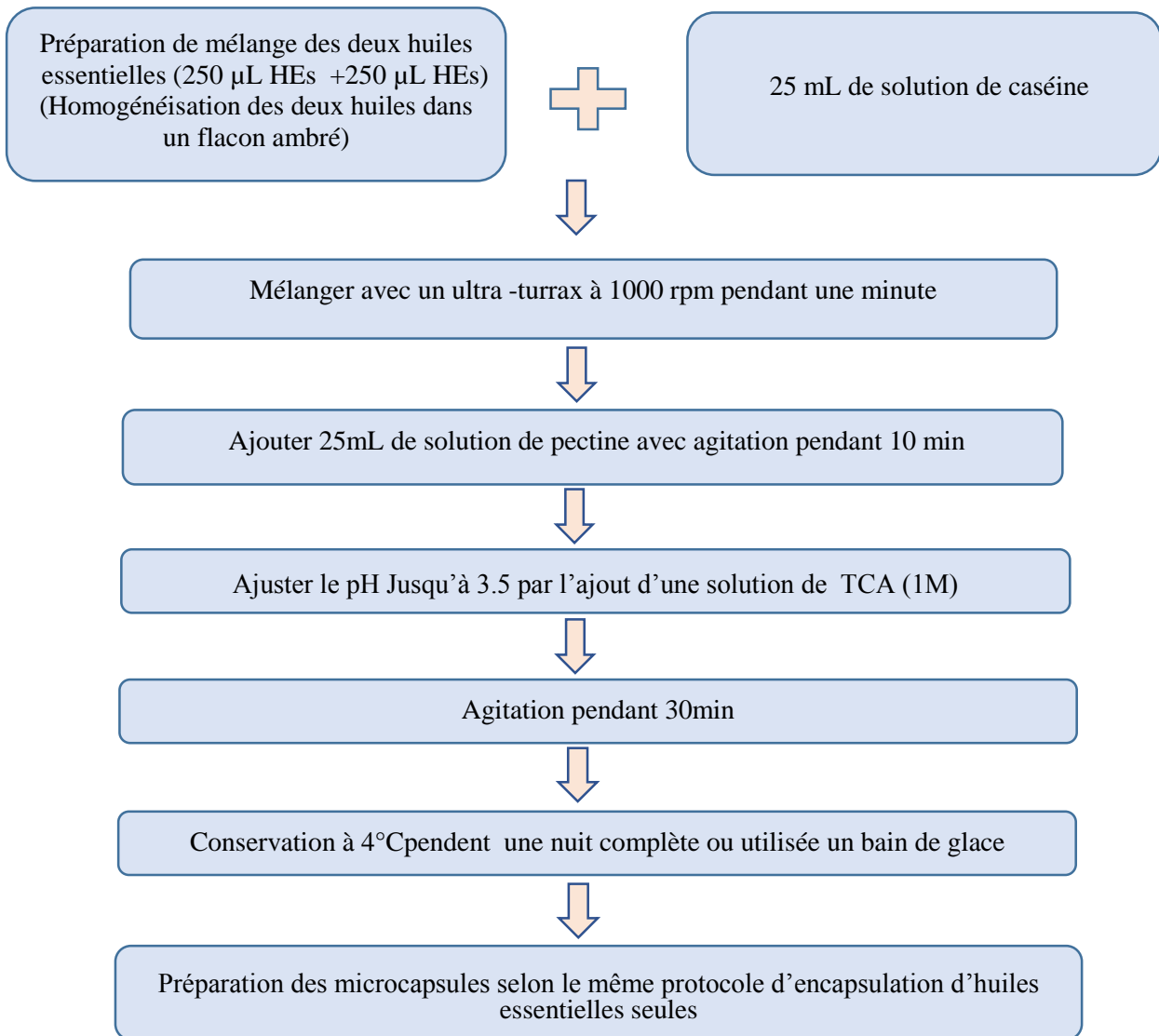


Figure 12 : Schéma représentatif du protocole de préparation des microcapsules des huiles essentielles en association par coacervation complexe (Mebarki *et al.*, 2022).

1.2. Calcul du rendement d'encapsulation :

Selon la norme **AFNOR (1986)**, Le rendement en huile essentielle est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile essentielle obtenue et la masse de la matière végétale utilisée. Il est donné par la formule (1) suivante :

Dont : R (%) = Rendement

$$R(\%) = \frac{m(\text{encapsulée})}{m(\text{He}) + m(\text{Cs}) + m(\text{Pc})} \times 100 \quad (1)$$

m(Cs) : masse (g) de Caséine utilisé.

m(Pc) : masse (g) de Pectine utilisé

m : masse (g) des

microparticules obtenu après le séchage

m(He) : masse (g) de

principe actif (huile essentielle) utilisé.

1.3. Calcul d'efficacité d'encapsulation :

L'efficacité d'encapsulation des huiles essentielles est une mesure de la capacité d'un système d'encapsulation à protéger, préserver et libérer de manière contrôlée les composés volatils des huiles essentielles tout en conservant leurs propriétés (Mebarki *et al.*, 2022).

Protocole :

L'efficacité a été déterminée selon le protocole cité par Mebarki et al 2022 ces collaborateurs avec quelques modifications, selon le schéma suivant :

Pour déterminer l'huile non encapsulée (à la surface) des particules 0.5 g de chaque échantillon ont été ajoutés à 3 mL d'hexane et agités à 120 rpm pendant 10 minutes à température ambiante pour extraire l'huile libre (à la surface). Ensuite, les extraits de thym contenant de l'hexane ont été séparés des microcapsules à l'aide d'un filtre à seringue. Respectivement, le filtrat a été analysé par spectrophotomètre à 292 nm pour les l'huile essentielle de thym, 280 nm pour les deux huiles d'eucalyptus. Ainsi, pour déterminer la quantité en huile essentielle retenue dans les microcapsules 0.5 g de particules a été homogénéisée dans un Ultra-Turrax avec 3 ml d'une solution aqueuse d'acide chlorhydrique (HCl 2M) pendant 3 min. Ensuite, après hydrolyse des microparticules préparées, 2 mL °C d'éthanol a été ajouté au mélange et l'ensemble a été centrifugé à 15 000 rpm pendant 5 à 25min. Le surnageant a été filtré à travers un filtre à seringue (0,22 µm) et le filtrat a été analysé au spectrophotomètre à 292 et 280 nm pour déterminer la teneur en huile essentielle de thym et des deux espèces d'eucalyptus, respectivement.

La quantité des huiles essentielles ont été estimées par des courbes d'étalonnage appropriée des huiles essentielles libres l'hexane. L'efficacité de l'encapsulation a été déterminé selon l'équation (2) (Mebarki *et al.*, 2022).

$$EE(\%) = \frac{A-B}{A} \times 100 \quad (2)$$

Dont : EE (%) : efficacité de l'encapsulation.

A : la quantité totale de l'huile essentielle utilisée au départ.

B : l'huile essentielle présente à la surface des microcapsules.

CHAPITRE IV

Résultats et discussion



Download from
Dreamstime.com
This watermark.com image is for previewing purposes only.

33081926
Dmitriy Shironosov | Dreamstime.com

1. Morphologie et aspect des microcapsules :

L'observation microscopique montre que toutes les microcapsules préparées ont des structures irrégulières avec des tailles différentes, probablement en raison des processus de lyophilisation.

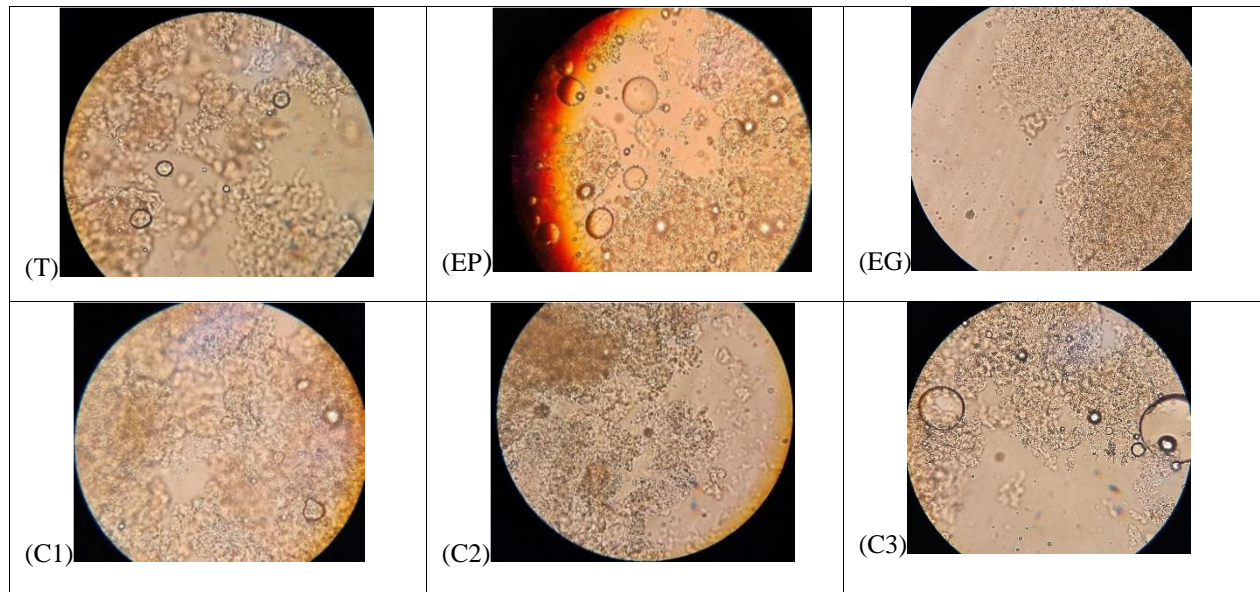


Figure 13: Microcapsules des huiles essentielles encapsulées seules et en association observées sous microscope optique (Gx100). (T): *Thymus algeriensis*, (EP): *Eucalyptus polybractea*, (EG): *Eucalyptus globulus*, (C1): HE *Thymus algeriensis* + HE *Eucalyptus polybractea*, (C2): HE *Thymus algeriensis* + HE *Eucalyptus globulus*, (C3): HE *Eucalyptus polybractea* + HE *Eucalyptus globulus*.

2. Aspect des microparticules

Après avoir été observé au microscope, les coacervats ont été ensuite placés dans un congélateur pendant 24 heures pour procéder à leur lyophilisation. L'aspect des microcapsules lyophilisées est montré dans la **figure 13** ci-dessous, les microcapsules obtenues sont sous forme de poudre aromatisée d'une couleur blanche. La couleur blanche est généralement due à la présence de matériaux constitutifs des coacervats, tels que des protéines ou des polysaccharides, qui peuvent apparaître de cette couleur lorsqu'ils sont sous forme déshydratée.



Figure 14 : Aspect des microcapsules des huiles essentielles encapsulées seules et en association obtenues après lyophilisation. (T): *Thymus algeriensis*, (EP): *Eucalyptus polybractea*, (EG): *Eucalyptus globulus*, (C1): HE *Thymus algeriensis* + HE *Eucalyptus polybractea*, (C2): HE *Thymus algeriensis* + HE *Eucalyptus globulus*, (C3): HE *Eucalyptus polybractea* + HE *Eucalyptus globulus*.

3. Rendement d'encapsulation

Le rendement de la coacervation est évalué en calculant le rapport entre la masse des coacervats obtenus et la masse totale des ingrédients utilisés. Les données obtenues après le processus de lyophilisation sont présentées dans le tableau ci-dessous (**Tableau X**):

Tableau X: Rendement (%) d'encapsulation des huiles essentielles libres et en association.

Huile essentielles seules et en association	Rendement (R%)
T	88,04
EP	86,76
EG	93,10
C1	80,17
C2	89,20
C3	95,52

Les résultats obtenus diffèrent d'une l'huile à une autre et montrent que le rendement d'encapsulation le plus élevé est celui de l'huile essentielle d'*Eucalyptus Polybractea* et de l'huile essentielle de *Eucalyptus Globulus* en association, avec une valeur de 95,52%, puis celui

de l'huile essentielle d'*Eucalyptus Globulus* avec 93,10%. Tandis que le rendement le moins élevé par rapport aux résultats obtenus a été celui des huiles essentielles de *Thymus Algeriensis* et d'*Eucalyptus Polybractea* en association avec une valeur de 80,17%. Les résultats obtenus se situent dans le même intervalle que ceux rapportés par Liu et ses collaborateurs lorsqu'ils ont effectué la microencapsulation de l'huile essentielle d'Angelica en utilisant la gélatine et le chitosane par la technique de coacervation complexe, avec des rendements allant de 64% à 87,5%. Ces rendements sont supérieurs à ceux présentés par Bezerra et al., pour la microencapsulation de l'huile essentielle de citronnelle dans une matrice de gélatine et de gomme arabique par coacervation complexe (Liu *et al.*, 2015 ; Bezerra *et al.*, 2016).

Il existe divers éléments qui peuvent expliquer les variations observées dans le rendement de l'encapsulation, plusieurs facteurs peuvent influencer ce rendement, notamment le matériau utilisé pour la paroi, la méthode d'encapsulation employée et les conditions de séchage (Himed, 2018 ; Mebarki *et al.*, 2022).

La coacervation complexe et la lyophilisation dans cette étude conduisent à la création d'une poudre aromatisée qui vise à améliorer la stabilité de l'huile essentielle, en préservant ses propriétés pendant toute la durée de stockage jusqu'à son utilisation, tout en prolongeant sa libération grâce à son encapsulation dans une matrice de caséine/pectine. Cette poudre lyophilisée peut être utilisée dans divers domaines, tels que le domaine pharmaceutique, les produits cosmétiques ou alimentaire, en fonction de la nature et des propriétés des coacervats (Himed 2018 ; Carra *et al.*, 2022 ; Mebarki *et al.*, 2022).

4. L'efficacité d'encapsulation :

L'efficacité de l'encapsulation dépend de plusieurs variables. La rétention de l'agent actif dans l'enveloppe membranaire est régie par des facteurs liés à la nature chimique du noyau, notamment son poids moléculaire, sa fonctionnalité chimique, sa polarité et sa volatilité, les propriétés de matériau de base et la technique d'encapsulation choisie. Les matériaux de base les plus couramment utilisés dans la coacervation sont les polysaccharides, les protéines, lipides. Dans une moindre mesure, des matériaux inorganiques tels que des silicates, des argiles et des polyphosphates peuvent également être utilisés (Martins *et al.*, 2010) (**Tableau XI**)

Tableau XI : Efficacité d'encapsulation (%) des huiles essentielles libres.

L'huile essentielle encapsulée	Efficacité d'encapsulation (EE %)
T	82,79
EP	91,45
EG	87,53

Les valeurs de l'efficacité d'encapsulation calculées pour chaque huile sont présentées dans le tableau 11. D'après les résultats, nous constatons que l'huile essentielle d'*Eucalyptus polybractea* présente la meilleure efficacité d'encapsulation (EE%) avec 91,45% puis l'huile essentielle d'*Eucalyptus globulus* avec 87,53% et enfin l'huile essentielle de *Thymus algeriensis* avec 82,79%, ce qui suggère que ces huiles ont été encapsulées avec succès par coacervation complexe suivie de lyophilisation. Ces valeurs sont supérieures à celles obtenues par Mishra et al, qui sont de 65,12 à 81,74 % pour l'encapsulation des extraits et de l'huile essentielle de menthe dans la matrice polymère de chitosane en utilisant une technique de coacervation simple (Mishra *et al.*, 2015). De plus, nos valeurs obtenues étaient plus élevées que celles obtenues Toledo Hijo et ces collaborateurs pour la microencapsulation de l'huile essentielle d'*Origanum vulgare* par le séchage par atomisation, en utilisant de la gomme arabique et de l'amidon modifié comme matériaux de paroi et celles de Carra et ces collaborateurs pour la microencapsulation des extraits de *Vitis labrusca* par le séchage par atomisation en utilisant la caséine et la pectine comme matériel du paroi avec 60.09% to 83.22%, respectivement (Toledo *et al.*, 2014 ; Carra *et al.*, 2022).

CONCLUSION



Conclusion

Conclusion

L'encapsulation des huiles essentielles de plantes aromatiques et médicinales présente de nombreux avantages, tels que la protection des composés volatils, une meilleure stabilité thermique et une facilité d'utilisation dans diverses applications.

Dans cette étude nous nous sommes intéressés à l'encapsulation de l'huile essentielle de *Thymus algeriensis*, d'*Eucalyptus globulus* et d'*Eucalyptus polybractea*, seule et en combinaison

La technique de coacervation complexe, suivie d'une lyophilisation, a été utilisée pour encapsuler les huiles essentielles, qu'elles soient utilisées seules ou en combinaison. Les microcapsules sont enveloppées d'une paroi composée de protéines et de polysaccharides (caséine/pectine), formant un complexe de bio polymère.

Les résultats obtenus indiquent qu'il est possible d'encapsuler ces composés volatils. De plus, l'examen microscopique des microparticules obtenues révèle qu'elles présentent une forme sphérique avec des diamètres variés et une dispersion, et sont constituées d'une couche de polymères qui enveloppe et protège l'huile essentielle.

Le rendement d'encapsulation est remarquable, qu'il s'agisse d'utiliser des huiles seules ou de les combiner (entre 80-96%) et l'efficacité d'encapsulation variant entre (80- 92).

Les résultats obtenus se situent dans le même intervalle que ceux rapportés par Liu et ses collaborateurs lorsqu'ils ont effectué la microencapsulation de l'huile essentielle d'*Angelica* en utilisant la gélatine et le chitosane par la technique de coacervation complexe, avec des rendements allant de 64% à 87,5%.

Le résultat final est d'obtenir une poudre blanche aromatisée qui vise à préserver les caractéristiques des huiles essentielles tout au long de stockage. Afin de compléter cette étude un certain nombre de perspectives peuvent être envisagées :

- Mesurer et de comparer les effets nutritionnels de la consommation des huiles encapsulées.
- Explorer d'autres techniques d'encapsulation et évaluer le rendement et l'efficacité entre les méthodes.
- Etudier et Valoriser les activités biologiques de ces huiles essentielles seules ou en association et des huiles encapsulées.
-

Références Bibliographiques

Référence Bibliographique

A

Abdallaoui R. 2018. La micro-encapsulation des huiles meilleure approche pour la valorisation des produits alimentaires. Doctorat En Pharmacie. Faculté de médecine et de pharmacie- Rabat. Université Mohammed V de Rabat.

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

Aït youssef M. 2006. Eucalyptus globulus L. In « Plante Médicinale de Kabylie », Ed.: Paris, pp: 126-130.

Akdim L. 2017.Comparaison de méthodes d'absorption et d'encapsulation de l'huile

Essentielle de *Copaifera Officinalis L.* en vue d'une application en cosmétique. Travail de fin D'études en vue de l'obtention du diplôme de master bioingénieur en Sciences agronomiques. Autorité académique de Gembloux Agro-Bio Tech, 54p.

Augustin M.A., Sanguansri L., Margetts C., Young B., 2001. Microencapsulation of food ingredients, Food Australia, 53, 220-223.

B

Balmey M. et Wilson G. 2000. Les guides du naturaliste .Toutes les fleurs de Méditerranée : les fleurs, les graminées, les arbres et arbustes, Ed.: Lausanne Paris, ISBN : 2-60-301179-0, pp: 151-152.

Bessah, R. et Benyoussef E.H. La filière des huiles essentielles Etat de l'art, impacts et enjeux socioéconomiques. Revue des Energies Renouvelables. 2015. vol. 18, n°3, p. 513 – 528.

Bezerra FM, Carmona OG, Carmona CG, Lis MJ, de Moraes FF.2016. Libération contrôlée d'huile essentielle de citronnelle micro encapsulée sur matrices coton et polyester. Cellulose.23.1459–1470.

Bile, J. 2015. Microencapsulation d'agent antimicrobien pour le développement de conditionnements primaires fonctionnalisés. Thèse de doctorat. Université Claude Bernard – Lyon 1, p 17-19.

Boland, Douglas J. (éd.); Brophy, Joseph J.; Pennock, Alan 1991. Huiles de feuilles d'eucalyptus: utilisation, chimie, distillation et commercialisation. Inkata Press.

Boulekbache-Mekhlouf L.2011.Activités biologiques et caractérisation des polyphénols extraits d'une plante médicinale de la région de Bejaia: Eucalyptus globulus. Thèse de doctorat en Sciences Alimentaire. Université de Bejaia. P12.

Bouyer E., Mekhloufi G., Le Potier I., du Fou de Kerdaniel T., Grossiord J L., Rosilio V., Jones O., Decker E.A., McClements J. 2010. Thermal analysis of lactoglobulin complexes with Pectins or carrageenan for production of stable biopolymer particles.Food Hydrocolloids, 24 (2 3). P 239 248.

Brooker, M. Ian H.; Slee, Andrew V. « Eucalyptus polybractea ». Jardins botaniques, Victoria.

Référence Bibliographique

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.

C

Carra, J. B., de Matos, R. L. N., Novelli, A. P., do Couto, R. O., Yamashita, F., dos Santos Ribeiro, M. A., ... & Baracat, M. M. 2022. Spray-drying of casein/pectin bioconjugate microcapsules containing grape (*Vitis labrusca*) by-product extract. *Food Chemistry*, 368, 130817.

Chikhouné .A .2007 . « Huiles essentielles de thym et d'origan de la composition chimique, de l'activité antioxydante et antimicrobienne » Thèse, El harrach alger : institut national agronomique.

Chippendale, George M. « *Eucalyptus polybractea* ». *Australian Biological Resources Study, Département de l'environnement et de l'énergie, Canberra*.

D

Daas P.J.H. et al. "Investigation of the non-esterified galacturonic acid distribution in pectin with endopolygalacturonase". *Carbohydr.Res.*, 1999. 318, 135-145.

De Kruif C.G.,einbreckF.,deVries R. 2004. Complex coacervation of proteins and anionic Polysaccharides. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 9,340349.

Dixit, S., et Goel, A. 2007. Microencapsulation in processing. *Asian Textile Journal-Bombay* ,16(7), 83.

Djerroumi A.et Nacef M., 2004. 100 plantes médicinales d'Algérie. In : caractérisation et comparaison du contenu polyphénolique de deux plantes médicinales (Thym et sauge) et la mise en évidence de leurs activités biologique. Ed palais du livre. P 135-131.

E

Erau, P. l'eucalyptus : botanique, composition chimique,utilisation thérapeutique et conseil a l'officine. faculte de pharmacie, université de marseille, 2019.

F

Field, S.Q .2011. Page consulter le 29/06/2020.([http : // scitoys .com/ ingrédients / pectin. html](http://scitoys.com/ingrédients/pectin.html)).

Forrest M. et Moore T. 2008. *Eucalyptus gunnii*: A possible source of bioenergy?.*Biomass and Bioenergy*, 32, pp: 978 – 980.

Référence Bibliographique

Frakolaki, G., Giannou, V., Kekos, D., & Tzia, C. 2020. Une revue des techniques de microencapsulation pour l'incorporation de bactéries probiotiques dans les aliments fonctionnels. Examens critiques en science alimentaire et nutrition, 1–22.

Fraval.2005. Le Longicorne de l'eucalyptus -1ère partie. Insectes 4 n° 139

G

Ghedira K.; Goetz P. et Le Jeune R. 2008. Eucalyptus globulus Labill. Phytothérapie, pp: 197-200.

Goetz P., Ghedira K. 2012. Phytothérapie infectieuse, Springer Verlag, France, Paris, P 272.

H

Heinzen C, 2002. Microencapsulation solve time dependent problems for foodmakers, Eur. Food and Drink Rev., 3, 27-30.

Hill, Ken. « Eucalyptus polybractea ». Jardin botanique royal de Sydney.

Himed L. 2018. Évaluation des activités biologiques des huiles essentielles du citron (*Citrus limon*) : encapsulation et application comme agent conservateur à la margarine allégée. Thèse, Université Frères Mentouri Constantine 1, Institut de la nutrition, de l'alimentation et des technologies agro-alimentaires (INATAA). 158p.).

Hrebień-Filisińska, A.M.; Bartkowiak, A. Antioxidative Effect of Sage (*Salvia officinalis* L.) Macerate as “Green Extract” in Inhibiting the Oxidation of Fish Oil. Antioxidants 2021, 11, 100. <https://doi.org/10.3390/antiox11010100>.

I

Iupac Compendium of Chemical Technology. 1997.

J

Jean, C., et Dijon, C., 1993. Au fil du lait, ISBN 2-86621-172-3.

K

Kaibara, K., Okazaki, T., Bohidar, H. B., & Dubin, P. L. 2000. PH-induced coacervation in complexes of bovine serum albumin and cationic polyelectrolytes. *Biomacromolecules*, 1(1), 100–107. <https://doi.org/10.1021/bm990006k>.

Kerdudo A., De O., Kerdudo A., Antipolis N.S. & Directeur C., 2015. Optimisation de la conservation des cosmétiques : impact de la formulation, recherche de nouveaux conservateurs naturels, encapsulation. Thèse.

Référence Bibliographique

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

Khadraoui, A., Khelifa, A., Hachama, K., & Mehdaoui, R. 2016. Thymus algeriensis extract as a new eco-friendly corrosion inhibitor for 2024 aluminium alloy in 1 M HCl medium. *Journal of Molecular Liquids*, 214, 293-297.

L

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>.

Lemetter C.Y.G., Meeuse F.M., Zuidam N.J. 2009. Control of the Morphology and the Size of Complex Coacervate Microcapsules uring Scaleup. *ICHe Journal*, 55 (6): 1487-1496.

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.

M

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

Matalanis A., Jones O.G., McClements J. 2011. Structured biopolymer based delivery systems for encapsulation, protection, and release of lipophilic compounds. *Food Hydrocolloids*, 25 (8), 1865-1880.

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.

Mishra N, Rai VK, Yadav KS, Sinha P, Kanaujia A, Chanda D, Jakhmola A, Saikia D, Yadav NP. 2015. Encapsulation of mentha oil in chitosan polymer matrix alleviates skin irritation. *AAPS Pharm Sci Tech* 17:482–492.

Référence Bibliographique

Mohammedi Z. 2006. Etude du pouvoir antimicrobien et antioxydant des huiles essentielles et flavonoïdes de quelques plantes de la région de Tlemcen. Université Abou Bakr Belkaid. Mémoire de magistères. P 15-58.

Morales R. 2002. The history, botany and taxonomy of the genus *Thymus*. In : *Thyme : the Thymus*. Ed. Taylor & Francis, London. pp. 1-43. Évolutive des composés secondaires Thèse de doctorat-Ecole nationale supérieure d'Agronomie de Montpellier.

Mosilhey, S. H. 2003. Influence of different capsule materials on the physiological properties of microencapsulated *Lactobacillus acidophilus*. Institute Of Food Technology, Faculty of Agriculture, University of Bonn. 153 pages.

N

Nelson G., 2002. Application of microencapsulation in textiles, *Int. J. Pharm.*, 242, 55-62.

P

Padrini F., Lucheroni M.T. 1996. *Le grand livre des huiles essentielles*. Ed. de Vecchi.

Padrini F., M.T. Lucheroni M.T. 1998. « La nature des huiles essentielles ». Ed. Dexecchi. (1997) 343 – 345.

Paulo F., et Santos L. 2017. Design of Experiments for Microencapsulation Applications: A Review. *Materials Science and Engineering*. 77. 1327-1340.

Q

Quézel P. et Santa S. 1963. Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. Ed du centre national de la recherche scientifique. Paris. Tome II. P : 806, 784.

Quezel, P. 1963. Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales (No. 581.965 Q8).

R

Reverter, M., Tapissier-Bontemps, N., Sasal, P., & Saulnier, D. 2017. Use of medicinal plants in aquaculture. *Diagnosis and control of diseases of fish and shellfish*, 9, 223-261.

Richard, J., et Benoit, J.-P. 2000. « Micro encapsulation : Procédés chimiques Techniques de l'ingénieur ».

Richard, J., et Benoit, J.-P. 2000. Microencapsulation. *Techniques de l'ingénieur. Génie Des Procédés*, 2(J2210), J2210--1.

Richard, J., et Benoit, J.P. 2000. Microencapsulation. Techniques de l'Ingénieur, J 2210, p 1-20.

Righi N., Boumerfeg S., Fernandes P. A. R., Deghima A., Baali F., Coelho E., Cardoso S. M., Coimbra M. A., Baghiani A. 2020. *Thymus algeriensis* Bioss and Reut : Relationship of

Référence Bibliographique

phenolic compound composition with in vitro/in vivo antioxidant and antibacterial activity. *Food Research International*, 136, 19500

S

Sarika, P. R., Pavithran, A., et James, N. R. 2015. Cationized gelatin/gum arabic polyelectrolyte complex: Study of electrostatic interactions. *Food Hydrocolloids*, 49, 176–182. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.02.039>.

Schauenbeg P. et Paris F. 1977. Guide des plantes médicinales Analyse, description et utilisation de 400 plantes. ISBN: 2-603-00001-2, pp: 330(mémoire12).

Schmitt, C., Sanchez, C., Thomas, F., & Hardy, J. (1999). Complex coacervation between β -lactoglobulin and acacia gum in aqueous medium. *Food Hydrocolloids*, 13(6), 483–496. [https://doi.org/10.1016/S0268-005X\(99\)00032-6](https://doi.org/10.1016/S0268-005X(99)00032-6).

Schmitt, Ch, Sanchez, C., Desobry-Banon, S., & Hardy, J. 1998. Structure and technofunctional properties of protein-polysaccharide complexes: à review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 38(8), 689–753.

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

Soledad, V. 2009. Fractionnement de protéines du lait par filtration dynamique. Thèse présentée pour l'obtention du grade de doctorat. L'université de technologie Compiègne.

Stahl-Biskup E. 2002. Essential oil chemistry of the genus *Thymus* D a global view. In: *Thyme D The Genus Thymus* (Stahl-Biskup E. and Saez F., eds.). Francis & Taylor, London, pp. 75D124.

T

Tilly G. 2010. « Pectines ». *Techniques de l'ingénieur* 1-11.

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.

Référence Bibliographique

Toledo Hijo AAC, da Costa JMG, Silva EK, Azevedo VM, Yoshida MI, Borges SV. 2014. Physical and thermal properties of Oregano (*Origanum vulgare* L.) essential oil microparticles. *J Food Proc Eng* 38:1–10

TouhamI, A. 2017. "étude chimique et microbiologique des composants des huiles essentielles de différents genres thymus récoltées dans les régions de l'est algérien pendant les deux périodes de développement." université de badji mokhtar annaba.

Traore N., Sidibe L., Bouare S., Harama D., Somboro A., Fofana B., Diallo D., Figueredo G., et Chalchat J.C. Activités antimicrobiennes des huiles essentielles de *Eucalyptus citriodora* Hook et *Eucalyptus houseana* W.Fitzg. Ex Maiden. *Int. J. Biol. Chem. Sci.* 7(2): 800-804, ISSN 1991-8631.

U

Ursula et Fotsch C. et Wacker S. 2008. Connaissance des herbes (Thym). Janvier Newsletter. EGK Caisse de Santé, série de Brigitte Speck. P : 50.

Ursula et Fotsch C. et Wacker S. 2008. Connaissance des herbes (thym). Janvier Newsletter. EGK Caisse de santé série de Brigitte Speck.p :5.

V

Van de Velde, F., Knutsen, S. H., Usov, A. I., Rollema, H. S., et Cerezo, A. S. 2002. ¹H and ¹³C high resolution NMR spectroscopy of carrageenans: Application in research and industry. *Trends in Food Science & Technology*, 13(3), 73-92.

Vandamme, T. F., Poncelet, D., et Subra-Paternault, P. 2007. *Microencapsulation: des Sciences aux technologies*. Editions Tec & Doc.

W

Warot S. 2006. Les Eucalyptus utilisés en Aromathérapie .Préparatrice en pharmacie. Mémoire de fin de formation en Phyto-aromathérapie.p3.

Wee, M. S. M., Nurhazwani, S., Tan, K. W. J., Goh, K. K. T., Sims, I. M., et Matia-Merino, L. 2014. Complex coacervation of an arabinogalactan-protein extracted from the *Meryta sinclarii* tree (puka gum) and whey protein isolate. *Food Hydrocolloids*, 42, 130–138. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.03.005>.

Références électroniques :

1 : <https://www.herbal-organic.com/ar/herb/19056>.

2 : <https://leszarpentsverts.fr/eucalyptus-globulus/>.

3 : <https://vicflora.rbg.vic.gov.au/flora/taxon/eb244940-5337-4058-82ad-afe3fb82a3a6>.

4 : https://biochim-agro.univ-lille.fr/proteines/co/ch4_II_e.html.

5 : https://biochim-agro.univ-lille.fr/polysaccharides/co/Contenu_1_1_3.html.

ANNEXES

Les courbes d'étalonnage :

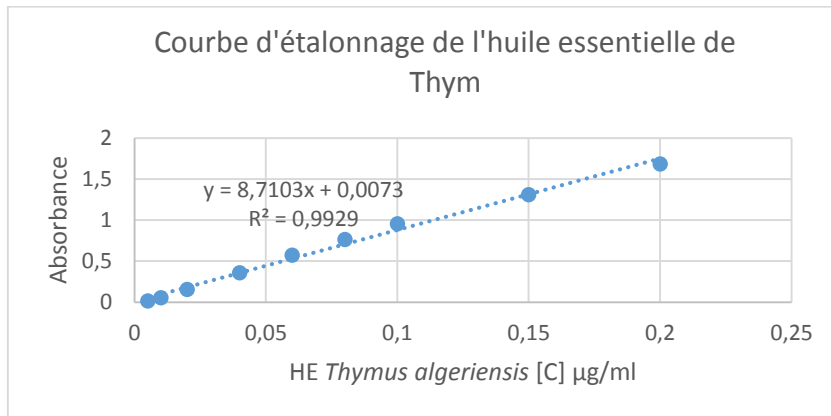


Figure 1 : Courbe d'étalonnage de l'huile essentielle de *Thymus algeriensis* dans l'hexane.

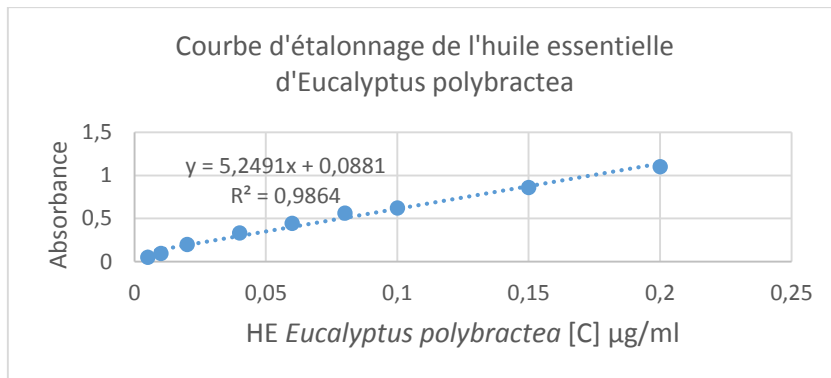


Figure2 : Courbe d'étalonnage de l'huile essentielle de *Eucalyptus polybractea* dans l'hexane.

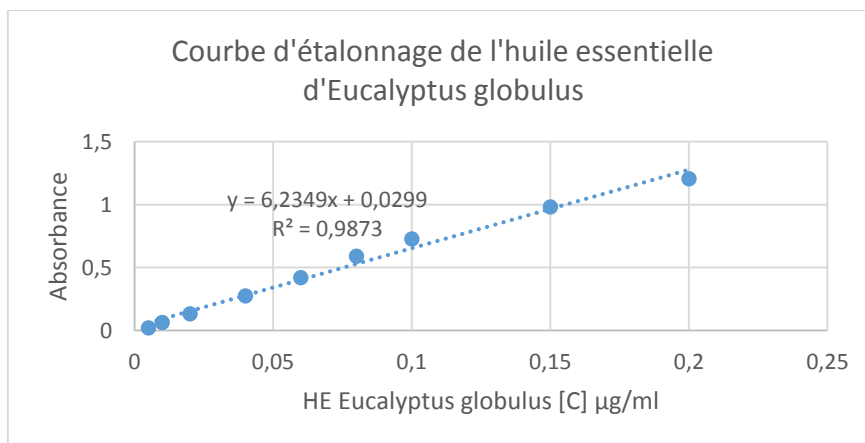


Figure3 : Courbe d'étalonnage de l'huile essentielle de *Eucalyptus globulus* dans l'hexane

Résumé

L'encapsulation des huiles essentielles dans divers domaines tels que la cosmétique, la parfumerie, l'industrie alimentaire et la médecine est très répandue. Par exemple, Dans l'industrie alimentaire, les huiles essentielles encapsulées peuvent être ajoutées à des produits alimentaires pour leur apporter des arômes spécifiques. Dans ce contexte l'objectif de notre étude consiste à appliquer la méthode de coacervation complexe associée à la lyophilisation pour encapsuler les composés volatils de l'huile essentielle seule ou en association, afin de protéger ces composés, de faciliter leur manipulation. Les plantes aromatiques utilisées sont *thymus algeriensis*, *Eucalyptus globulus* et *Eucalyptus polybractea*. La caséine et la pectine ont été choisies comme composants de la paroi des microcapsules qui permettent d'envelopper les huiles essentielles. Le rendement en huiles essentielles des trois plantes, qu'elles soient utilisées seules ou en association, a été compris entre 80 et 96%. L'efficacité d'encapsulation, c'est-à-dire la capacité des microcapsules à retenir les composés volatils, varie quant à elle entre 80 et 92%. Le produit final obtenu était une poudre blanche aromatisée constituée d'huiles essentielles micro encapsulées ; Elle peut être ajoutée comme ingrédient aromatisant dans les aliments et les boissons pour leur donner un goût particulier. Par exemple, elle peut être utilisée dans les produits de boulangerie, les confiseries, les produits laitiers, les sauces, etc.

Mots clés : Huiles essentielles, micro encapsulation, coacervation complexe.

Abstract:

The encapsulation of essential oils in various fields such as cosmetics, perfumery, the food industry and medicine is widespread. In the food industry, for example, encapsulated essential oils can be added to food products to impart specific aromas. In this context, the aim of our study is to apply the complex coacervation method associated with freeze-drying to encapsulate the volatile compounds of essential oils, alone or in combination, in order to protect these compounds and facilitate their handling. The aromatic plants used are *Thymus algeriensis*, *Eucalyptus globulus* and *Eucalyptus polybractea*. Casein and pectin were chosen as wall components for the microcapsules enveloping the essential oils. The yield of essential oils from the three plants, whether used alone or in combination, ranged from 80 to 96%. Encapsulation efficiency, i.e. the ability of the microcapsules to retain volatile compounds, ranged from 80 to 92%. The final product obtained was a flavored white powder made up of microencapsulated essential oils; it can be added as a flavoring ingredient to foods and beverages to give them a particular taste. For example, it can be used in baked goods, confectionery, dairy products, sauces, etc.

Key words: Essential oils, microencapsulation, *Eucalyptus polybractea*, complex coacervation.