



Étude comparative de la composition chimique de l'huile volatile de l'oléorésine de Pinus par hydrodistillation assistée par micro-ondes avec broyage cryogénique à l'azote (-196°C)

CHABANE CHAOUCH Azziza¹, BENKACI-ALI Farid¹,

¹Laboratory of functional organics analysis/ Faculty of Chemistry - University of Sciences and Technologies Houari Boumediene (USTHB), El Alia, BP32, Bab Ezzouar, 16111, Algiers, Algeria

Email : aziza602009@hotmail.com

Résumé

L'oléorésine de Pinus constitue des produits bio-insecticides protégeant la plante des insectes et des agents pathogènes. Elle est également utilisée en médecine traditionnelle pour le traitement de plusieurs maladies comme les rhumatismes, les infections respiratoires et les voies urinaires en raison des activités biologiques et antioxydantes des principaux composés de l'huile volatile.

Dans ce but, cette étude vise à extraire l'huile volatile de l'oléorésine par hydrodistillation assistée par micro-ondes (HDAM) qui est considérée comme une méthode d'extraction verte, en utilisant le broyage simple (BS) et le broyage cryogénique par l'azote à -196°C (BC) pour caractériser l'huile volatile obtenue par les deux méthodes de broyage utilisées.

Introduction :

La résine des pins est un mélange complexe de terpènes constitué d'une partie volatile appelée térébenthine et d'une partie non volatile appelée colophane [1]. Par distillation, la résine donne une huile essentielle communément appelée térébenthine. Elle est principalement utilisée comme solvant dans les préparations pharmaceutiques, l'industrie des parfums, la fabrication d'huile de pin synthétique, de désinfectants, d'insecticides et de dénaturants. [2]. En notant qu'elle a un potentiel antioxydant en contenant des composés qui ont des activités biologiques.

C'est pour ce là, l'objectif de ce travail est de caractériser la composition chimique de la fraction volatile de la résine de pin par la chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS) en réalisant une hydrodistillation assistée par micro-onde et de comparer l'effet du type de broyage utilisé (classique ou simple et cryogénique) sur le rendement d'extraction et la composition chimique de l'huile essentielle.

Matériel et méthodes

1. Préparation de la matière végétale :

D'abord la résine a été bien nettoyée manuellement et puis concassée à l'aide d'un mortier après broyé par 2 méthodes :

-Broyage simple (BS) : en utilisant directement une moulinette pour avoir une poudre fine,

-Broyage cryogénique (BC) : un volume d'azote liquide à -196°C est versé sur la résine concassée après broyé avec une moulinette .

2. Hydrodistillation assistée par micro-onde (MAHD) :

200g de chaque poudre de résine broyée a été hydrodistillé par le micro-onde à une puissance de 600 w pendant 1h.

Les huiles essentielles ont été récupérées dans des flacons vials et conservées à 4°C .

3. L'analyse par GC/MS:

L'analyse des HE par la chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS) est effectuée dans les conditions suivantes : L'injecteur est à la température de 280°C . L'injection est effectuée en mode splitless avec un volume d'injection de $0,2\ \mu\text{l}$. La programmation de température est de 60°C durant 8 minutes, puis la température de la colonne monte à 250 à $4^{\circ}\text{C}/\text{minute}$ pour rester constante durant 30 minutes.

Résultat :

L'étude de l'influence de types de broyage (simple BS et cryogénique BC), a été réalisée par la technique de l'hydrodistillation assistée par micro-ondes (MAHD). Les résultats des deux extractions sont représentés dans la figure 1

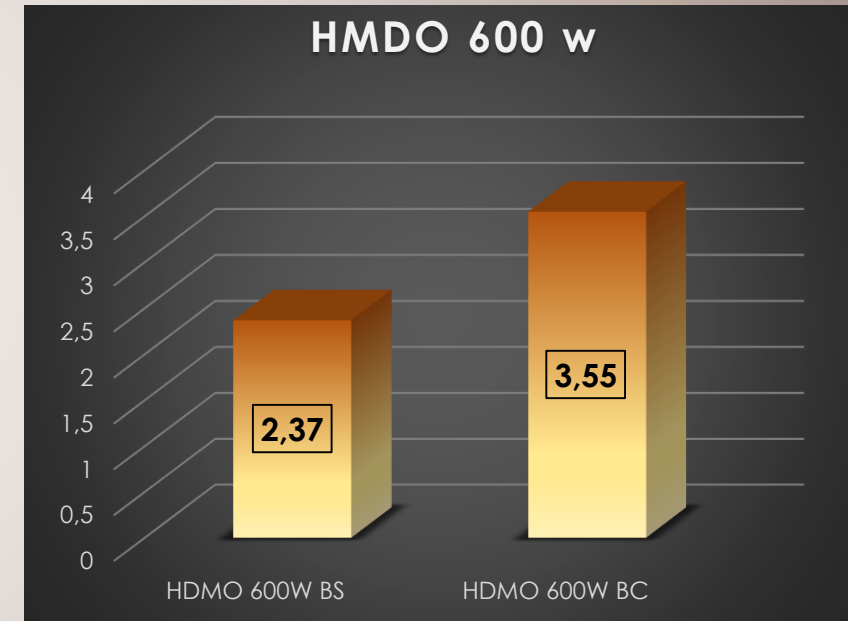


Figure 1: rendement d'extraction par les deux types de broyage

Nous constatons que le meilleur rendement est obtenu par la technique HDMO-BC 600W (3,52 %) comparé à la technique HDMO-BS (2,36%).

L'analyse par GC-MS de l'huile essentielle de résine de pin par GC/MS obtenue par HDMO (BS) et HDMO (BC) a permis d'identifier 45 composés pour le BS qui représentent environ 87% de la composition chimique globale et 48 composés pour le BC qui représentent environ 92% de la composition chimique totale.

Pour une meilleure exploitation des résultats nous avons regroupé les différents composés identifiés en familles chimiques sous forme d'histogramme (figure2)

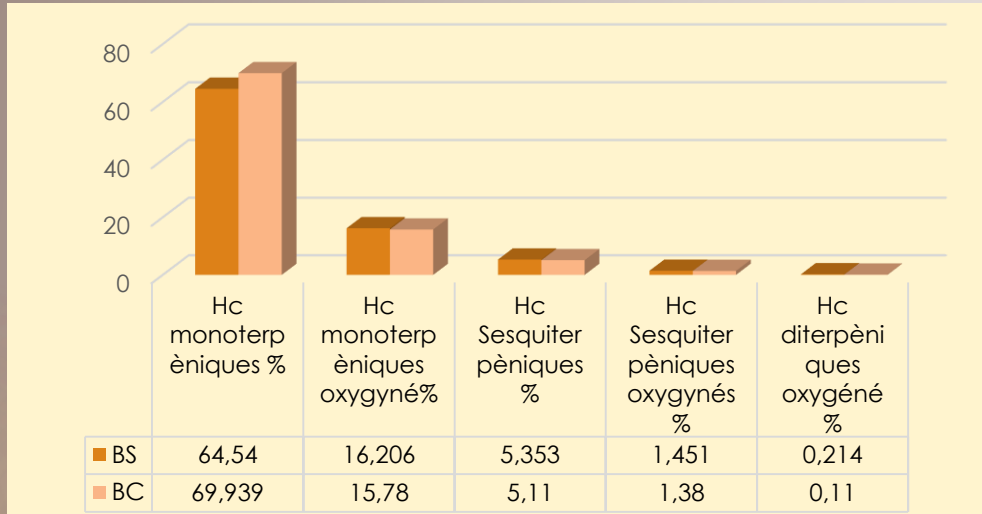


Figure 2: classification des terpènes

Le BC extrait une quantité légèrement supérieure des hydrocarbures monoterpéniques par rapport au BS. Alors que pour les autres classes chimiques telles que les hydrocarbures monoterpéniques oxygénés et les hydrocarbures sesquiterpéniques et les hydrocarbures sesquiterpéniques oxygénés, leurs pourcentages sont relativement proches.

On note que la présence à la fois de sesquiterpènes et monoterpènes et à la synergie entre ses composants a démontré l'activité antifongique [3]. Ainsi que les sesquiterpènes possèdent des activités antioxydantes.

La comparaison des KI avec les KI proposés par la banque Adams ainsi que les spectres de fragmentation nous permet d'identifier les composés contenus dans l'HE dont les composés majoritaires de l'HE sont représentés dans la figure 3.

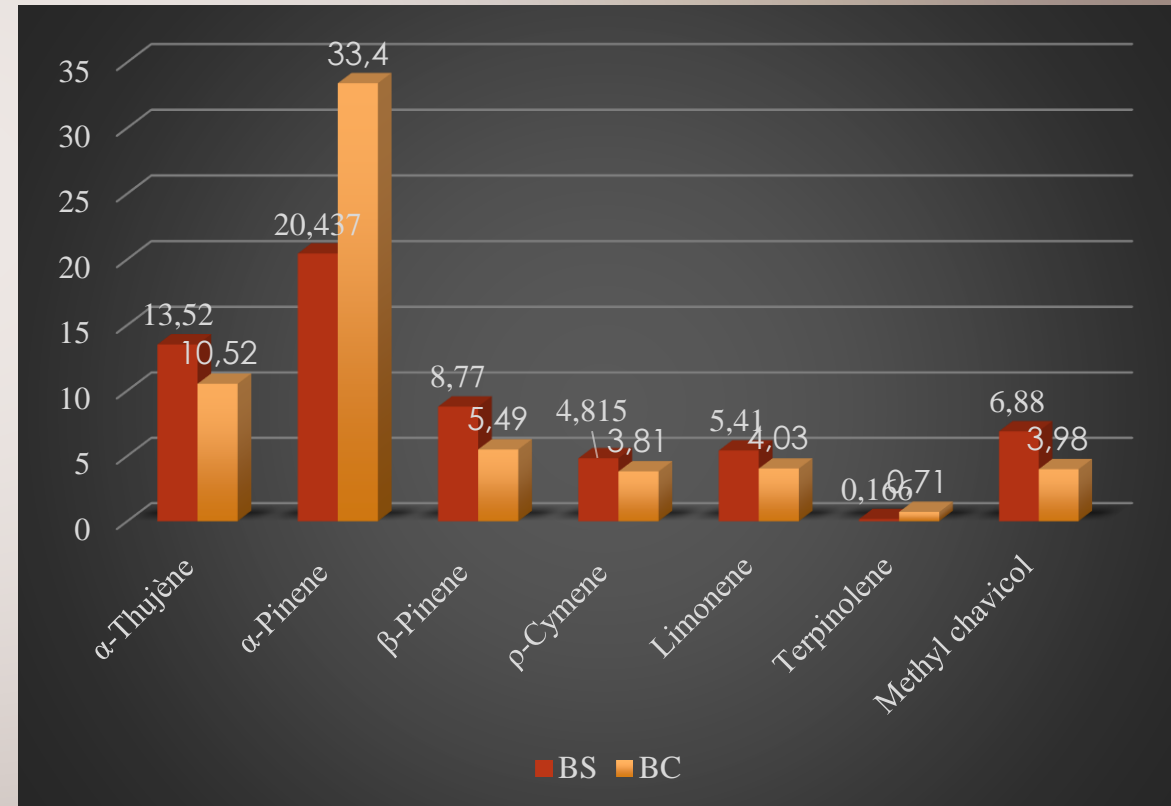


Figure 3: Pourcentage des composés majoritaires de l'huile essentielle de résine de pin

D'après les résultats d'identification obtenus, les principaux composés communs pour les deux cas de broyage présentent une fluctuation relativement significative dans leurs pourcentages, en particulier le α -pinène (BS :20.44% - BC : 33.4%), α -thujène (BS : 10,24% - BC :13,37%), β -pinène (BS: 8.55% - BC :5.49%) et le méthyle chavicol (BS :6.88% - BC :3.98%), limonene (BS :5.41% - BC : 4.03%). On peut noter que l'huile essentielle obtenue par le broyage cryogénique BC est caractérisée par le **α -Cubebene (0.41%), Myrtenol (0.26%) et pinocarvone (0.28%)**

M Sarah et Juwairiah S on fait une étude sur l'huile essentielle de l'*H.helix* extraite par hydrodistillation assistée par micro-ondes (HDAM),provenant de l'Indonésie ils ont obtenu un rendement de 27.31% , pour la composition chimique de l'huile essentielle et riche en α -pinène (68.53%) ainsi le 3-carène (14.31%) et le β -Pinene (5.23%) donc on constate que cette huile est riche en monotèrenes par rapport à notre huile essentielle [4] .

Conclusion

Ce travail à été réalisé pour déterminer l'aspect semi-quantitatif et qualitatif des huiles essentielles de la résine de pin. Les résultats d'échantillons étudiés a mis en évidence une différence remarquable dans la composition chimique et les rendements d'extraction selon le type de broyage utilisé (simple ou cryogénique). Avec le BC on a obtenu le meilleur rendement d'extraction est obtenu avec le BC (3,52 %) avec 48 composés alors que pour le BS le rendement est de 2,37% avec 45 composés identifiés . Les composés majoritaires et communs sont : α -Pinene qui est un agent antifongique , β -Pinene est un antibactérien , Limonene est un bioinsecticide ainsi le Methyl chavicol dans des proportions différentes. Le broyage cryogénique est mieux conseillé pour les techniques vertes accélérées comme l'hydrodistillation assistée par micro-ondes.

Références bibliographiques :

- [1] ZINKEL, D. F.; RUSSEL, J.; 1989, Naval Stores: Production, Chemistry, Utilization. Pulp Chemicals Association, NewYork, a) p. 227-229; b) p. 262-270.
- [2]Kunwar, RM., Uprety, Y., Burla, K., Chowdhary, CL., Bussmann, RW., 2009. Indigenous use and ethanopharmacology of medicinal plants in west Nepal. Ethnobotany research and applications.7, 5-28
- [3]Ismail, A., Jamoussi, B., & Gargouri, S. (2014). Activités biologiques des huiles essentielles de pins. *Journal of New Sciences*, 4(3), 18–32. <http://www.jnsciences.org>
- [4] M Sarah and S Juwairiah 2021 IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.1122 012105