



IUT Génie Biologique
15 rue François de Vaux de Foletier
17 000 La Rochelle
Tel : 05 46 51 39 00

Référent : M. Marsh



Association Méristème
N° SIRET : 87820120100018

Place du 14 Juillet
17 000 La Rochelle
Tel : 07 86 45 01 88

Référente : Mme. Schoen Valérie
N° d'enregistrement d'association :
W173009281

VALORISATION D'UNE PLANTE LOCALE, LA CRISTE MARINE, EN PARTENARIAT AVEC L'ASSOCIATION MÉRISTÈME (Valérie Schoen)



SOMMAIRE

I-	INTRODUCTION.....	p. 3
II-	MATÉRIELS ET MÉTHODES.....	p. 4 à 10
1.	Description de la Criste Marine.....	p. 4
2.	Cueillette de la Criste Marine.....	p. 4
3.	Méthode d'extraction et principe.....	p. 5
4.	Les macérations.....	p. 7
5.	Méthodes et conditions d'analyses.....	p. 7 à 10
a)	Séparation eau florale/huile essentielle	p. 7
b)	Filtration des macérations.....	p. 8
c)	But d'une chromatographie.....	p. 8
d)	Le chromatographe.....	p. 9
e)	Principe de la chromatographie à phase gazeuse.....	p. 9
f)	Conditions du chromatographe.....	p. 10
III-	RÉSULTATS.....	p. 11 à 18
1.	Caractérisation des consommables.....	p. 11
2.	Comparaison des consommables.....	p. 12
3.	Identification des molécules et profil des consommables.....	p. 14 à 18
IV-	DISCUSSION.....	p. 19 à 24
1.	Identification des molécules.....	p. 19
2.	Analyses et comparaisons des molécules selon leur répartition dans les différents consommables.....	p. 21 à 24
V-	CONCLUSION.....	p. 23 à 25
VI-	ANNEXES.....	p. 26 à 40
VII-	BIBLIOGRAPHIE.....	p. 41 à 42

I- INTRODUCTION :

La Criste Marine, de son vrai nom, *Crithmum maritimum* est une plante de la famille des Ombelifères qui fleurit de juillet à octobre. On la retrouve couramment le long des côtes de l'Atlantique et de la Méditerranée, mais aussi en Asie et en Afrique. Elle est halophile, ce qui lui permet de proliférer fortement dans les falaises et rochers car elle résiste à de fortes concentrations en sel¹.

Comestible et connue depuis l'antiquité où les marins l'utilisaient comme source de vitamine C pour ne pas souffrir du scorbut, c'est entre le XVI^{ème} et XIX^{ème} Siècle qu'elle connaît un fort succès en Grande-Bretagne où elle est utilisée dans de nombreux plats, sauces et salades².

Cependant elle a été délaissée au fil du temps et ne fait plus partie de notre alimentation quotidienne.

Mais nous la redécouvrons aujourd'hui, et on la voit réapparaître pour ses vertus dans les domaines des médecines douces et du bien-être. Elle est maintenant l'ingrédient majeur de certaines huiles et essences aux bienfaits philothérapeuthiques.

Une huile essentielle est un "produit obtenu à partir d'une matière première d'origine végétale, après séparation de la phase aqueuse par des procédés physiques : soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par des procédés mécaniques [...], soit par distillation sèche" selon la norme ISO 9235³.

Ainsi, l'intérêt croissant de la Criste Marine attire de nouvelles entreprises et associations. Sa composition et sa faculté à proliférer rapidement ainsi que l'intérêt nouveau du public dû à sa récente redécouverte sont des atouts qui garantissent une exploitation facile et qui donneront un produit au succès assuré.

Et c'est dans ce contexte qu'une collaboration entre l'association Méristème, anciennement Le Sentier, et notre groupe de Projet tutoré a vu le jour. Le groupe est composé de Mathis Delhoume, Alix Drouart, Tibaut Escoubet, Elia Gouraud, Laurine Huot, Tom Morillon et Antoine Tasserit. La problématique de ce projet est donc : Comment pouvons-nous valoriser la Criste Marine, une plante locale ? Notre objectif sera donc d'étudier la transformation de la Criste

Marine et d'en ressortir une étude de la composition en molécules d'intérêt afin que l'association puisse ensuite s'en servir pour le développement de nouveaux produits à base de Criste Marine.

II- MATÉRIELS ET MÉTHODES :

1. Description de la Criste Marine¹ :

En plus de son vrai nom *Crithmum maritimum*, la Criste Marine en détient bien d'autres. En effet, elle est aussi connue sous le nom de « Perce pierre », « Fenouil marin », « Bâtis marin » ou encore « Salicorne des rochers ». La Criste Marine est une plante à fleur de couleur jaune verdâtre. Les fleurs sont organisées en bouquets ou « ombelles » (Fig. 1) et les tiges de chaque bouquet partent de la même base et génèrent un mini bouquet composé de 10 à 20 fleurs. Les feuilles sont charnues, lisses se terminent en pointe (Fig. 2).



Figure 1 : La fleur de Criste Marine



Figure 2 : Les feuilles de Criste Marine

2. Cueillette de la Criste Marine¹ :

Comme la Criste Marine fleurit de juillet à octobre et qu'elle sèche très vite ensuite, nous avons dû nous organiser rapidement en début d'année pour pouvoir aller en récolter. Au cours d'une réunion avec notre professeur référent, Tom Marsh, nous avons fait connaissance avec notre référente de l'association Méristème, Valérie Schoen, une ancienne élève de l'IUT Génie Biologique. Monsieur Marsh nous a d'abord aidés à trouver un montage adapté pour extraire nos molécules d'intérêt, montage que nous verrons ci-dessous. Nous nous sommes ensuite

mis d'accord sur un jour afin d'aller récolter la Criste Marine. Nous sommes donc allés cueillir cette plante sur le bord de mer, au port de la Palice de La Rochelle accompagnés de Valérie Schoen. Nos cueillettes ont eu lieu les 23 et 25 septembre 2019.

3. Méthodes d'extraction et principe^{4, 5, 6} :

Nous cherchons à extraire principalement l'huile essentielle de la Criste Marine mais également d'autres molécules d'intérêt.

Nous avons donc commencé à rechercher les différentes méthodes d'extraction d'huile essentielle qui existent. Les principales méthodes que nous avons trouvées sont :

- L'extraction mécanique
- L'entraînement à la vapeur d'eau
- L'hydrodistillation (méthode la plus utilisée)
- L'hydrodiffusion (variante de l'entraînement à la vapeur d'eau)

Nous avons donc choisi l'une des trois méthodes en prenant en compte la contrainte imposée par l'association : la plante ne doit pas entrer en contact avec l'eau lors de l'extraction.

En effet, si les plantes touchent l'eau, les molécules d'intérêt volatiles vont se dissoudre dans l'eau et même si l'eau est évaporée et recondensée ensuite, elle contiendra moins de molécules aromatiques car la majorité sera dissoute dans l'eau liquide restée dans le ballon.

Nous avons donc décidé d'utiliser la technique d'extraction par la vapeur appelée aussi "la distillation par entraînement à la vapeur d'eau". Cette méthode permet de ne pas mettre en contact direct l'eau et les plantes à traiter, c'est la principale différence avec l'hydrodistillation donc elle correspond parfaitement au critère de l'association.

Nous avons cherché un montage adapté à la contrainte en fonction du matériel disponible. Nous avons réalisé plusieurs essais avant d'en obtenir un qui soit concluant.

Voici donc (Fig. 3) le montage que nous avons utilisé :

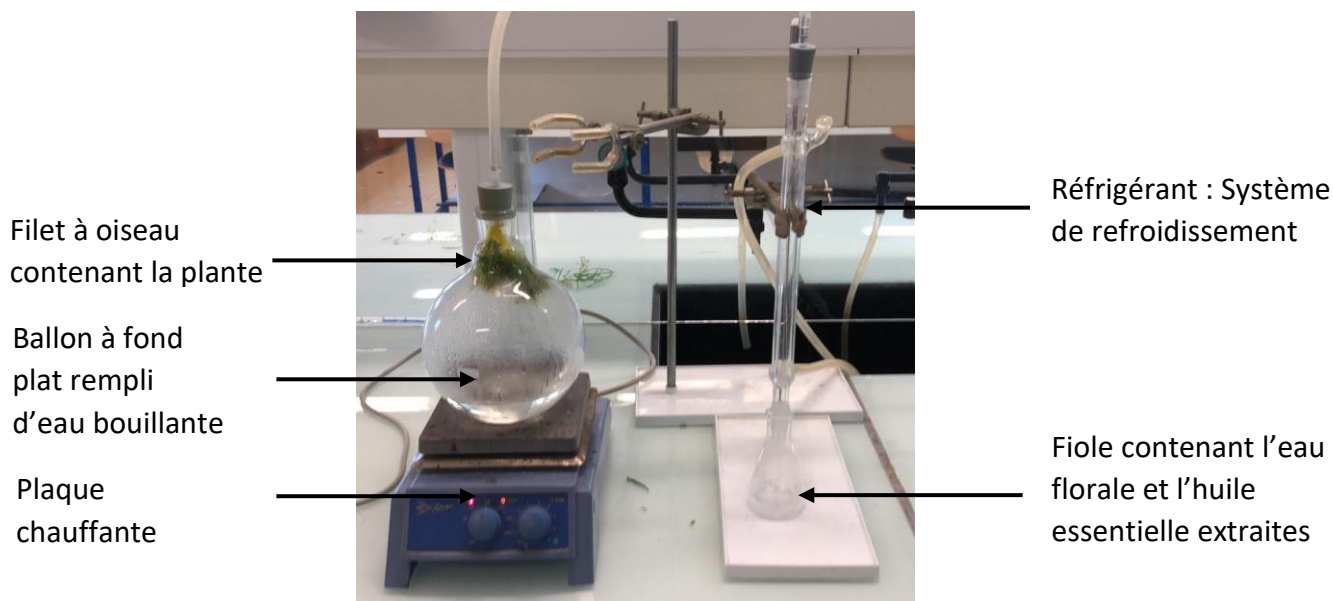


Figure 3 : Montage de l'extraction par la technique de distillation par entraînement à la vapeur d'eau

Nous avons placé les plantes dans des filets à nourriture pour oiseaux suspendus au bouchon du ballon à fond plat pour pouvoir placer les morceaux de Criste Marine à l'intérieur. Le ballon est rempli d'eau bouillante qui est maintenue à température par une plaque chauffante. La vapeur produite traverse la matière végétale, les cellules des végétaux éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée avec la chaleur. L'eau concentrée en huile essentielle se condense dans le réfrigérant pour ensuite retomber dans l'erlenmeyer en sortie de montage. On obtient alors de l'huile essentielle et de l'eau florale (phase aqueuse) qu'on séparera ensuite.

Conditions d'extraction :

Une fois la plante récoltée, l'extraction doit avoir lieu rapidement pour éviter toute perte de molécule d'intérêt. La température doit obligatoirement être supérieure à 100°C pour permettre l'évaporation de l'eau. A chaque extraction, nous plaçons 2 filets de 10g remplis de Criste Marine pré-découpée. L'extraction dure environ une heure et demie. Il ne faut pas chauffer sous trop forte pression sinon ça pourrait oxyder les molécules.

La durée de transformation est importante : plus l'extraction est longue et mieux ce sera même si on récupère la plus grosse quantité les 30 premières minutes. Une fois l'huile

essentielle extraite, il faut éviter le contact avec la lumière, la chaleur et l'air. Nous avons donc placé nos récipients dans des placards.

4. Les macérations :

En plus de l'extraction d'huile essentielle, nous avons réalisé différentes macérations à différentes concentrations dans lesquelles nous avons placé 30g de Criste Marine :

- Huile de colza
- Acide Acétique : 7%
- Glycérol : 50%, 60% et 70%
- Alcool : 50%, 60% et 70%

Les macérations ont été placées au réfrigérateur pour une meilleure conservation car nous avons constaté qu'elles moisissaient rapidement dans l'huile de colza à température ambiante.

5. Méthodes et conditions d'analyses⁶ :

On utilise la chromatographie en phase gazeuse (CPG) (étape essentielle pour l'analyse de l'HE) et la spectrométrie de masse pour analyser la composition d'une huile essentielle. C'est la meilleure méthode qui nous permet de nous assurer si l'huile essentielle est de bonne qualité ou non.

a) Séparation eau florale/huile essentielle :

L'extraction nous a permis de récolter une grande quantité d'eau florale concentrée en huile essentielle. Il faut évidemment séparer l'huile essentielle et l'eau florale avant de les analyser. Nous avons donc procédé à la séparation de ces deux composés en utilisant la technique de décantation. Nous avons d'abord déposé notre mélange dans une grande ampoule à décanter pour pouvoir enlever la plus grande quantité d'eau florale possible puis nous avons ensuite utilisé de très petites ampoules à décanter car le volume d'huile essentielle récolté semblait assez faible. A chaque décantation, nous avons attendu quelques jours pour pouvoir observer et distinguer les deux phases non miscibles avec l'eau florale en phase inférieure et l'huile

essentielle en phase supérieure. Après séparation, l'huile essentielle de criste marine obtenue est fluide et limpide, incolore à jaune pâle.

Cependant, lorsque nous avons séparé les différentes phases du produit de notre extraction, nous avons obtenu une phase exclusivement composée d'huile essentielle ainsi qu'une phase composée d'eau florale. Malheureusement, le matériel présent n'étant pas assez précis, nous n'avons pas pu extraire toute l'huile essentielle. Nous avons donc une « troisième phase » qui est composée d'un mélange d'eau florale et d'huile essentielle. Nous parlerons alors d'eau florale concentrée en huile essentielle.

b) Filtration des macérations :

Avant de procéder à l'analyse des macérations, nous les avons filtrés pour enlever les plantes.

c) But d'une chromatographie⁷ :

La chromatographie va nous permettre de séparer les différentes molécules qui composent notre huile essentielle.

Pour séparer ces molécules, on utilise 2 phases qui vont entrer en contact : une phase fixe appelée phase stationnaire et une phase mobile qui est l'huile essentielle.

Les molécules vont pouvoir migrer selon :

- Leur taille
- Leur polarité
- Leur solubilité
- La présence de certains groupes d'atomes

Les phases (mobiles et stationnaires) seront différentes selon les facteurs de migration de la molécule

Pour analyser l'huile essentielle, il faut que la phase mobile, soit l'huile essentielle, subisse une évaporation mais elle ne doit pas être chauffée à forte température car elle risquerait d'être dénaturée.

d) Le chromatographe^{7, 8, 9} :

Un chromatographe contient 3 parties différentes : (Fig. 4)

- Un injecteur : permet d'introduire l'échantillon dans le dispositif à l'aide d'une micro-seringue
- Une colonne de séparation en forme de tube : contient la phase stationnaire, enceinte où la température est contrôlée
- Un système de détection : permet de mesurer le signal émis par les molécules. Il nous permet donc de les détecter et de les identifier. Dans le cas d'une huile essentielle, il s'agira d'un spectromètre de masse

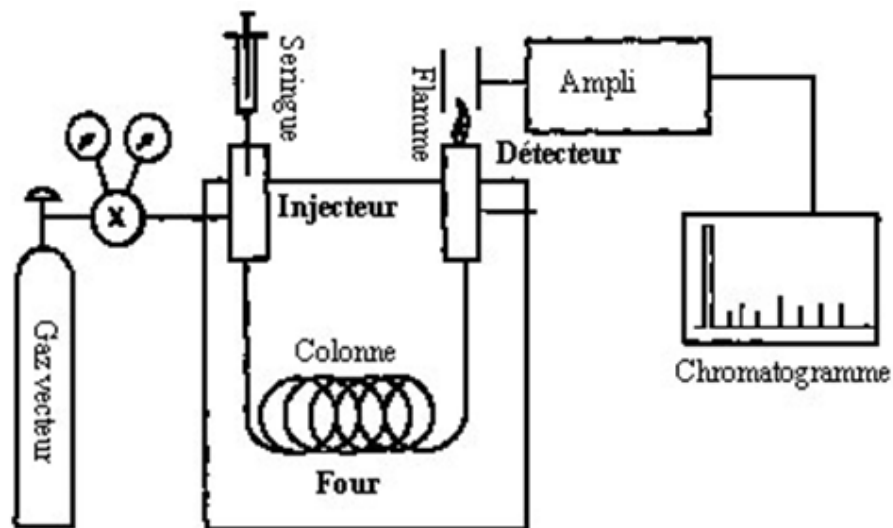


Figure 4 : Schéma simplifié de la machine de chromatographie à phase gazeuse

e) Principe de la chromatographie à phase gazeuse^{7,9} :

La micro-seringue aspire l'échantillon d'huile essentielle qui va donc se retrouver dans la colonne où la température est relativement élevée. Cette température va permettre l'évaporation de l'huile essentielle pour dissocier ses différents composés qui sont ensuite transportés par un gaz appelé « gaz porteur » ou « gaz vecteur ».

Les différents composés de l'huile essentielle sont séparés dans la colonne grâce à la phase stationnaire qui va créer un phénomène de rétention plus ou moins fort selon les molécules. Chaque molécule a un temps de rétention différent, ce temps dépend de l'affinité de la

molécule avec la phase stationnaire. Un détecteur envoie ensuite un signal électronique plus ou moins fort selon la quantité de molécules détectées. Tous ces signaux sont envoyés à un enregistreur qui trace le chromatogramme.

Un chromatogramme est un graphique de la quantité de molécule en fonction du temps de rétention. On peut observer plusieurs pics sur un chromatogramme. Les plus petits représentent des molécules en petite quantité qui ont été retenues le moins longtemps par la phase et les grands pics, des molécules retenues longtemps et en grande quantité.

Pour le domaine des huiles essentielles, la chromatographie en phase gazeuse peut être couplée à la spectrométrie de masse pour analyser et « peser » les molécules.

La chromatographie sur couche mince peut être utilisée pour étudier un composé de manière isolée.

De nos jours, les techniques les plus utilisées pour la séparation, la quantification et l'identification des composés d'une huile essentielle sont :

- Chromatographie en phase gazeuse couplée à une spectrométrie de masse
- Chromatographie en phase liquide à haute performance
- Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier

f) Conditions du chromatogaz :

- Colonnes : 30m x 0,25mm (diamètre interne)
- Phase stationnaire : polyéthylène glycol
- Gaz vecteur : N₂
- Débit : 0,6 mL/min
- Détection : FID
- Température : 50°C pendant 5 minutes puis 5°C/min pendant 30 minutes

Nous utilisons le pentane comme solvant. Il nous a permis de diluer les échantillons à tester.

III- RÉSULTATS :

1. Caractérisation des consommables :

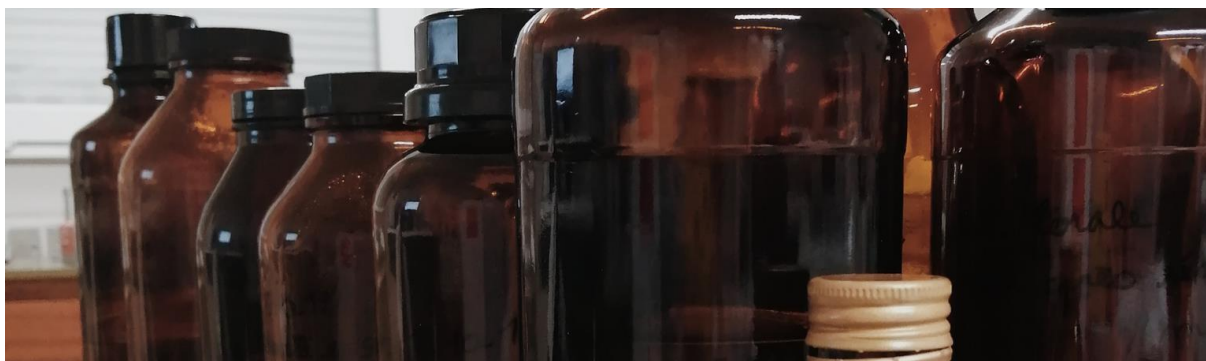


Figure 5 : Les consommables en bouteilles

Tableau 1 : Caractérisation des liquides

	Texture	Couleur	Odeur ^{10 ; 11}		
			Note de tête	Note de cœur	Note de fond
Huile essentielle de Criste Marine	Liquide fluide et limpide	Incolore à jaune pâle	Caractéristique	Marine, iodée, fraîche ¹²	Agrume, citronnée
Eau florale, dite concentrée, de Criste Marine	Liquide fluide et limpide		Caractéristique	Marine, iodée, fraîche	Agrume, citronnée
Eau florale de Criste Marine	Liquide fluide et limpide	Incolore	Caractéristique	Marine, iodée, fraîche	Agrume, citronnée
Macération de Criste Marine à l'huile 24 heures après la récolte	Liquide fluide et limpide	Jaune	Huileuse		Caractéristique
Macération, moisie, de Criste Marine à l'huile 24 heures après la récolte	Liquide visqueux et trouble	Jaune, nuages blanchâtres	Huileuse		Caractéristique
Macération, moisie, de Criste Marine à l'huile 48 heures après la récolte	Liquide visqueux et trouble	Jaune, nuages blanchâtres	Huileuse		Caractéristique
Macération de Criste Marine à l'éthanol 50°	Liquide fluide et limpide	Incolore	Éthanol	Caractéristique	Marine, iodée
Macération de Criste Marine à l'éthanol 60°	Liquide fluide et limpide	Incolore à jaune pâle	Éthanol		Caractéristique
Macération de Criste Marine à l'éthanol 70°	Liquide fluide et limpide	Incolore	Éthanol	Saturé par l'éthanol	
Macération de Criste Marine au glycérol 70°	Liquide fluide à visqueux et limpide	Incolore	Gourmande, sucrée	Caractéristique	Agrume, citronnée

2. Comparaison des consommables :

D'après les résultats d'analyse et chromatogrammes des différentes huiles, macérations etc (les consommables), en annexe (*annexe 1 à 10*).

Tableau 2 : Récapitulatif des résultats d'analyses des liquides (consommables)

	Nombre de molécules détectées	Somme totale des aires sous les pics (pA x min)	Somme totale des hauteurs de pics (pA)
Huile essentielle	10	0,850	27,909
Eau florale normale	9	190,516	11 303,477
Eau florale dite concentrée	9	269,011	15 593,098
Macération à l'huile 24 heures après la récolte	13	1 207,950	4 366,085
Macération moisie à l'huile 24 heures après la récolte	16	1 066,280	36 440,901
Macération moisie à l'huile 48 heures après la récolte	16	870,242	24 432,061
Macération à l'éthanol 50°	2	2,264	142,543
Macération à l'éthanol 60°	15	3,457	169,131
Macération à l'éthanol 70°	5	2,307	141,001
Macération au glycérol 70	16	4,597	146,613

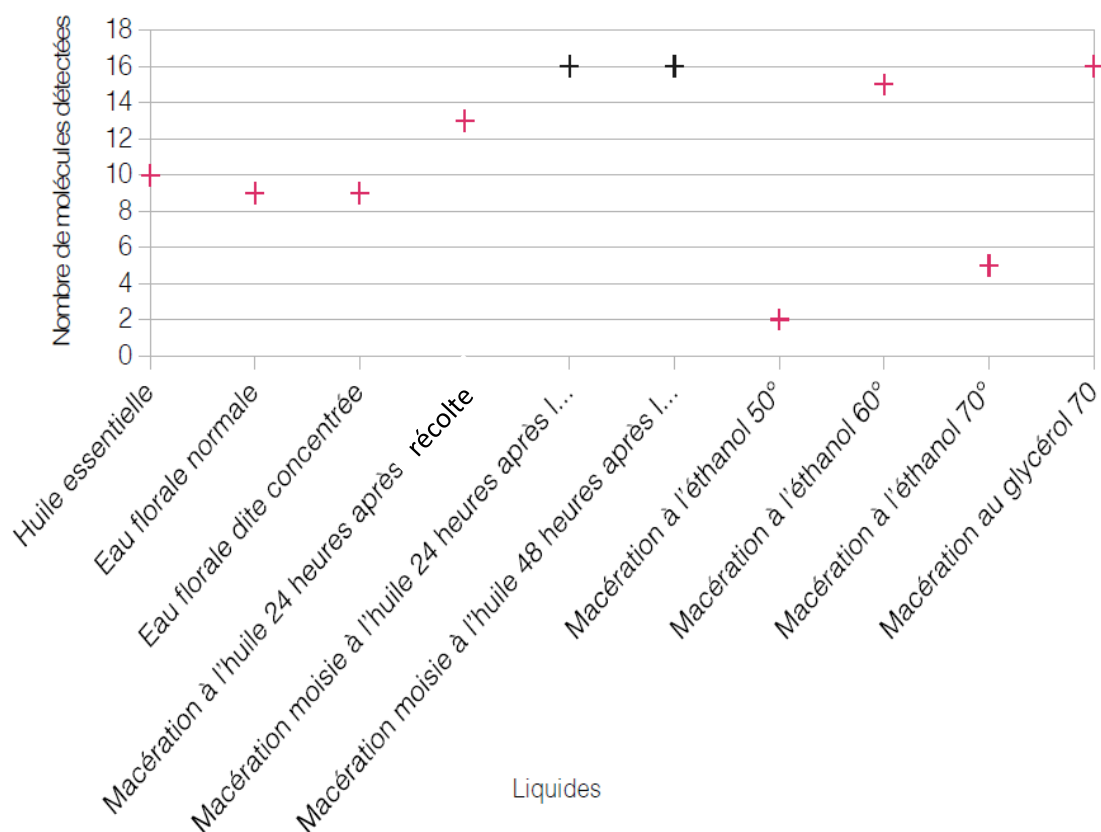


Figure 6 : Nombre de molécules détectées, par l'analyse de chromatographie gaz, en fonction du liquide

Attention pour tous les consommables moisés, il faut noter qu'un contrôle microbiologique/bactériologique aurait dû être réalisé sur tous ses échantillons afin de considérer, si oui ou non, les échantillons sont contaminés et si oui ou non la moisissure a apporté une contamination. On part donc du principe, pour éviter tout problème, qu'ils ne sont pas exploitables. Nous n'étudierons donc pas les résultats de ces deux liquides.

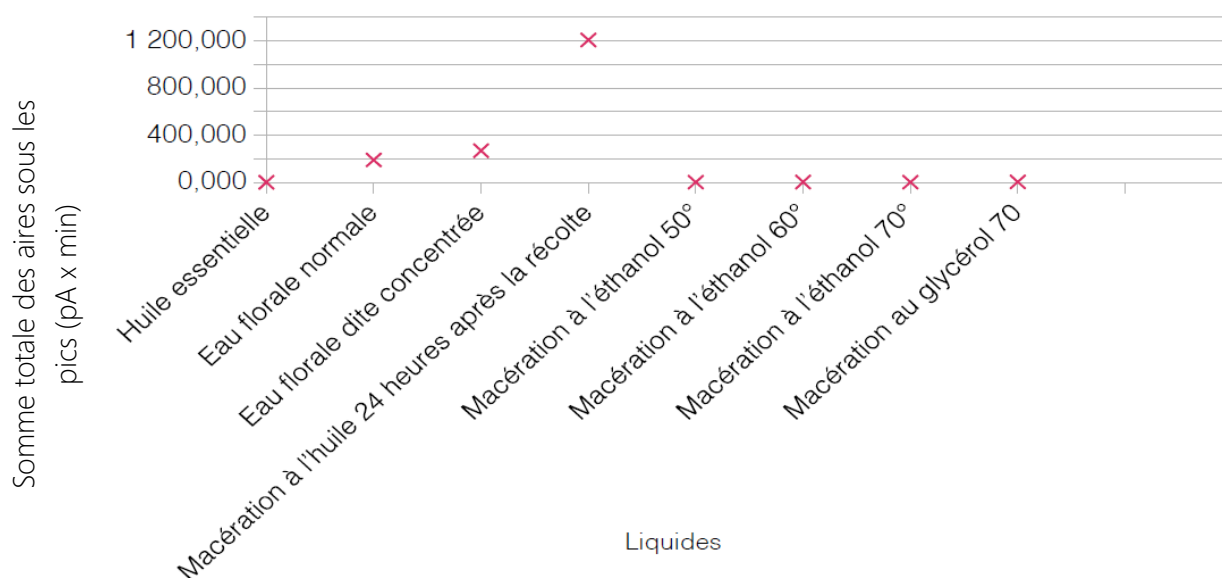


Figure 7 : Total des aires sous les pics en fonction du liquide

A noter, l'air d'un pic est proportionnel à la quantité de molécules injectées, ainsi la somme de l'air des pics est proportionnelle à la quantité de toutes les molécules.

Enfin, un ultime graphe a été réalisé afin de déterminer, si oui ou non, une corrélation existe entre le nombre de molécules et le total des aires sous les pics. Pour considérer la présence d'une corrélation, on exigera un R^2 d'un minimum de 0,9900.

$$f(x) = 0,2390 x^6 - 13,8183 x^5 + 315,0372 x^4 - 3\,578,6053 x^3 + 20\,951,9398 x^2 - 58\,043,5546 x + 56\,296,7519$$

$$R^2 = 0,9975$$

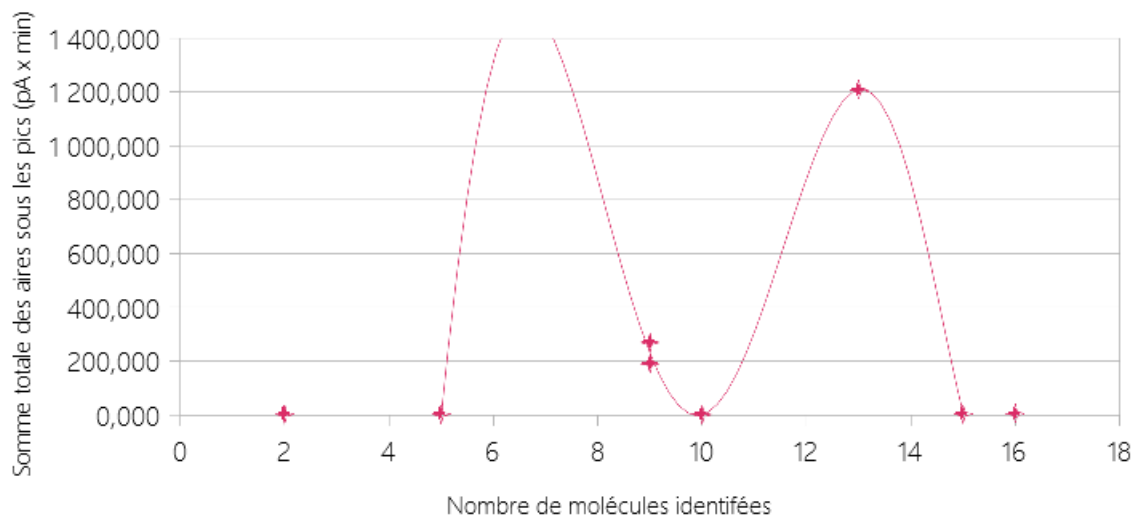


Figure 8 : Représentation du total des aires sous les pics en fonction du nombre de molécules identifiées

Ici, c'est le tracé d'une courbe polynomiale de degré 6 qui permet d'atteindre un R^2 d'un minimum de 0,9900.

3. Identification des molécules et profil des consommables :

Pour permettre la suite des analyses, un tableau retraçant le profil théorique et la composition théorique de l'huile essentielle de Criste Marine a été dressé.

Tableau 3 : Paramètres et composition **théorique** de l'huile essentielle de Criste Marine

Classification (groupe)	Molécule supposée	Temps de rétention sur le spectre référence ¹³ (min)	Proportion Vitalba ¹⁴ (%)	Proportion Abc de la nature ¹⁵ (%)	Proportion Aromazone ¹⁶ , lot 1 (%)	Proportion Aromazone ¹⁶ , lot 2 (%)	Proportion RevellEssence ¹³	Proportion dans l'échantillon (%)	Borne minimum (%)	Borne maximum (%)
Monoterpène	Alpha-pinène	7,780	1,27 %	1,65 %			2,37 %	1,76 %	1,26 %	2,26 %
Monoterpène	Alpha-thuyène	7,780		1,65 %			0,51 %	1,08 %	0,58 %	1,58 %
Monoterpène	Bêta-pinène	9,729		0,25 %			0,23 %	0,24 %	-0,26 %	0,74 %
Monoterpène	Sabinène	10,059	4,35 %	3,41 %			4,24 %	4,00 %	3,50 %	4,50 %
Monoterpène	Alpha-phellandrène	11,293		0,78 %			0,71 %	0,74 %	0,24 %	1,24 %
Monoterpène	Alpha-terpinène	11,736		0,74 %			0,74 %	0,74 %	0,24 %	1,24 %
Monoterpène	Limonène	12,344		0,60 %			0,55 %	0,58 %	0,08 %	1,08 %
Monoterpène	Bêta-phellandrène	12,845	21,40 %	16,51 %	16,96 %	16,44 %	18,84 %	18,03 %	17,53 %	18,53 %
Monoterpène	Gamma-terpinène	14,222	49,61 %	47,11 %	47,03 %	47,49 %	47,61 %	47,77 %	47,27 %	48,27 %
Monoterpène	Para-cymène	14,865	4,84 %	6,14 %	6,66 %	7,26 %	5,74 %	6,13 %	5,63 %	6,63 %
Monoterpénol	Linalol	25,234	0,16 %	0,09 %			0,21 %	0,15 %	-0,35 %	0,65 %
Ether	Méthyl Thymol Ether	27,173	7,12 %	7,03 %	6,88 %	6,59 %	7,95 %	7,11 %	6,61 %	7,61 %
Monoterpénol	Terpinène-4-ol	27,402	0,90 %	0,93 %			0,72 %	0,85 %	0,35 %	1,35 %
Autres	Myristicine	49,512		0,24 %			0,23 %	0,24 %	-0,27 %	0,74 %
Monoterpène	Cis-bêta-ocimène	?		0,81 %				0,81 %	0,31 %	1,31 %
Ether	Dillapiol	?		8,94 %				8,94 %	8,44 %	9,44 %
Autres	Autres	Reste	10,35 %	3,12 %	22,47 %	22,22 %	9,37 %	0,83 %		

Tous les profils sont placés en annexes (*annexes 11 à 19*).

Pour l'identification des molécules, on considèrera que les molécules apparaissent dans le même ordre que sur le chromatogramme de référence¹³ et le temps de rétention à peu près le même. Certaines molécules sont identifiées par des numéros, il s'agit de molécules que l'on retrouve dans plusieurs consommables mais qui ne paraissent pas sur le spectre de référence¹³. D'autres ne sont « pas identifiées », elles sont uniques à certains consommables.

Les proportions sont automatiquement calculées par le logiciel d'analyses, (*annexes 1 à 10*). Il

s'agit de :
$$\frac{\text{l'aire sous le pic } X}{\text{la somme de tous les pics}} \times 100$$

Tableau 4 : Paramètres et composition de l'huile essentielle de Criste Marine

Numéro	Molécule supposée	Temps de rétention (min)	Air sous le pic (pA x min)	Proportion de la molécule dans l'échantillon (%)
1	Pentane (solvant)	3,145	0,300	35,28 %
2	Alpha-pinène + Alpha-thuyène	5,888	0,010	1,20 %
3	Linalol	22,530	0,016	1,86 %
4	Terpinène-4-ol	28,040	0,033	3,84 %
5	6	30,520	0,013	1,48 %
6	7	31,355	0,025	3,00 %
7	9	31,610	0,010	1,14 %
8	10	31,763	0,125	14,72 %
9	11	33,033	0,304	35,80 %
10	Myristicine	46,892	0,104	1,68 %

Tableau 5 : Paramètres et composition de l'eau florale, dite concentrée, de Criste Marine

Numéro	Molécule supposée	Temps de rétention (min)	Air sous le pic (pA x min)	Proportion dans l'échantillon (%)
1	Pentane (solvant)	3,157	266,485	99,06 %
2	1	3,233	0,461	0,17 %
3	2	3,288	0,452	0,17 %
4	4	3,358	0,301	0,11 %
5	5	4,310	0,007	0,00 %
6	Alpha-pinène + Alpha-thuyène	5,947	1,063	0,40 %
7		6,058	0,099	0,04 %
8	Terpinène-4-ol	27,315	0,058	0,02 %
9	Myristicine	46,922	0,084	0,03 %

Tableau 6 : Paramètres et composition de l'eau florale de Criste Marine

Numéro	Molécule supposée	Temps de rétention (min)	Air sous le pic (pA x min)	Proportion dans l'échantillon (%)
1	Pentane (solvant)	3,165	189,259	99,34 %
2	1	3,238	0,604	0,32 %
3	2	3,315	0,123	0,07 %
4	4	3,365	0,261	0,14 %
5	5	4,315	0,008	0,00 %
6	Limonène ou alpha-terpinène	10,052	0,005	0,00 %
7	Terpinène-4-ol	27,303	0,086	0,05 %
8		30,012	0,007	0,00 %
9	Myristicine	46,913	0,161	0,08 %

Tableau 7 : Paramètres et composition de la macération à l'huile de Criste Marine

Numéro	Molécule supposée	Temps de rétention (min)	Air sous le pic (pA x min)	Proportion dans l'échantillon (%)
1	Pentane (solvant)	3,123	1 206,718	99,90 %
2	Bêta-phellandrène	11,338	0,075	0,01 %
3		15,793	0,149	0,01 %
4		16,678	0,036	0,00 %
5		18,572	0,034	0,00 %
6	Méthyl Thymol Ether	27,115	0,068	0,01 %
7	Terpinène-4-ol	27,900	0,021	0,01 %
8	7	31,288	0,021	0,00 %
9	9	31,697	0,058	0,00 %
10		31,983	0,123	0,01 %
11	11	32,980	0,178	0,01 %
12	12	33,217	0,206	0,02 %
13	Myristicine	46,877	0,262	0,02 %

Tableau 8 : Paramètres et composition de la macération à l'éthanol 50° de Criste Marine

Numéro	Molécule supposée	Temps de rétention (min)	Air sous le pic (pA x min)	Proportion dans l'échantillon (%)
1	Pentane (solvant)	3,147	2,201	97,18 %
2	Alpha-pinène + Alpha-thuyène	5,913	0,064	2,82 %

Tableau 9 : Paramètres et composition de la macération à l'éthanol 60° de Criste Marine

Numéro	Molécule supposée	Temps de rétention (min)	Air sous le pic (pA x min)	Proportion dans l'échantillon (%)
1	Pentane (solvant)	3,147	2,372	68,63 %
2	3	3,335	0,002	0,06 %
3	Alpha-pinène + Alpha-thuyène	5,880	0,069	2,00 %
4	Linalol	22,790	0,027	0,78 %
5		22,965	0,052	1,50 %
6	Terpinène-4-ol	28,188	0,077	2,23 %
7	6	30,580	0,097	2,80 %
8	8	31,430	0,077	2,23 %
9	9	31,660	0,078	2,26 %
10		31,825	0,114	3,30 %
11		33,085	0,442	12,79 %
12	12	33,240	0,013	0,38 %
13	13	37,683	0,006	0,17 %
14	14	38,100	0,020	0,58 %
15	Myristicine	44,152	0,010	0,29 %

Tableau 10 : Paramètres et composition de la macération à l'éthanol 70° de Criste Marine

Numéro	Molécule supposée	Temps de rétention (min)	Air sous le pic (pA x min)	Proportion dans l'échantillon (%)
1	Pentane (solvant)	3,145	2,201	95,36 %
2	3	3,337	0,002	0,09 %
3	Alpha-pinène + Alpha-thuyène	5,875	0,079	3,42 %
4	10	31,703	0,008	0,35 %
5	11	32,987	0,018	0,78 %

Tableau 11 : Paramètres et composition de la macération au glycérol 70% de Criste Marine

Numéro	Molécule supposée	Temps de rétention (min)	Air sous le pic (pA x min)	Proportion dans l'échantillon (%)
1	Pentane (solvant)	3,145	1,613	35,09 %
2	3	3,338	0,001	0,02 %
3		19,693	0,046	1,00 %
4	Méthyl Thymol Ether	27,252	0,268	5,83 %
5		29,188	0,028	0,61 %
6		30,262	0,156	3,39 %
7		30,997	0,271	5,90 %
8	7	31,320	0,001	0,02 %
9	8	31,447	0,534	11,62 %
10		32,785	1,453	31,60 %
11	11	33,038	0,015	0,33 %
12		33,955	0,020	0,44 %
13		36,982	0,019	0,41 %
14	13	37,592	0,024	0,52 %
15	14	38,020	0,082	1,78 %
16	Myristicine	44,145	0,066	1,44 %

IV- DISCUSSION :

1. Identification des molécules :

Les résultats de la chromatographie phase gazeuse présentent plusieurs types de molécules avec chacune des propriétés différentes, 8 molécules ont pu être identifiées :

α - thuyène : une molécule classée chez les monoterpènes présente dans certaines huiles essentielles qui apporte une saveur piquante.

α - pinène : molécule classée comme un monoterpène bicyclique, elle possède des propriétés anticancéreuses, anti inflammatoire et antiseptique¹⁷. **Linalol** : alcool terpénique et tertiaire possédant une activité anti-microbienne, amenant également une odeur fraîche à l'huile essentielle, son action passe par une absorption cutanée¹⁸.

Myristicine : molécule appartenant à la famille des phénylpropènes, elle possède des effets psychotropes lorsque celle-ci est ingérée et passe dans le sang, puisqu'elle agit en tant qu'antagoniste des récepteurs à la sérotonine¹⁹.

Terpinène-4-ol : Molécule qui appartient à la famille des terpinéols, possédant plusieurs propriétés antimicrobiennes, potentiellement anticancéreuses en freinant la prolifération ainsi qu'un pouvoir anti inflammatoire en supprimant les médiateurs inflammatoires et en activant les monocytes²⁰.

Limonène : cette molécule est un hydrocarbure terpénique possédant plusieurs activités anti inflammatoires, antioxydantes, anticancéreuses avec un effet cytotoxique sur les cellules cancéreuses^{21, 17}.

α - terpinène : molécule appartenant à la famille des monoterpènes possédant une activité antioxydante²².

Méthyl thymol éther : molécule apportant une odeur, utilisée comme agent de saveur dans certains produits commerciaux.

Chacune de ces molécules ont un intérêt spécifique, on a pu remarquer que suivant l'extraction utilisée chacune des molécules citées sont extraites en différentes quantités.

D'après les résultats et la représentation graphique du total des aires sous les pics en fonction du nombre de molécules identifiées (*Fig. 8*), on observe la présence d'une corrélation de type polynomiale de degré 6, permettant l'obtention d'un R^2 supérieur au seuil que nous avons fixé, s'élevant à 0,9900. Cependant, il ne s'agit pas d'une relation de proportionnalité, en d'autres termes ce n'est pas parce l'on a une grande diversité du côté des molécules que la quantité totale de molécule sera fortement élevée.

A noter, l'aire sous le pic est proportionnelle à la quantité de molécules injectées.

Un liquide moins étoffé en nombre de molécules peut donc tout de même contenir une quantité plus importante, de ces dernières, qu'un liquide complexe.

Par exemple, si l'on se réfère au *tableau 2*, l'eau florale dite concentrée contient 9 molécules pour un total d'aires sous les pics de 269,011 pA x min, contre la macération au glycérol 70% qui elle, contient 16 molécules, pour une somme d'aires sous les pics de 4,597 pA x min, une quantité nettement inférieure pour un nombre de molécules bien supérieur.

2. Analyses et comparaisons des molécules selon leur répartition dans les différents consommables :

Tableau 12 : Tableau de comparaison des différentes extractions réalisées en fonctions des molécules extraites

Type d'extraction	Molécules extraites	Concentration des molécules extraites
Huile essentielle	- α -pinène + α -thuyène -Linalol -Terpinène-4-ol -Myristicine	-1.20% -1.18% -3.84% -1.68%
Eau florale concentrée	- α -pinène + α -thuyène -Terpinène-4-ol -Myristicine	-0.40% -0.02% -0.03%
Eau florale	-Terpinène-4-ol -Myristicine	-0.05% -0.08%
Macération huile	-Méthyl thymol éther - Terpinène-4-ol	-0.01% -0.01%
Macération éthanol 50°	- α -pinène + α -thuyène	-2.82%
Macération éthanol 60°	- α -pinène + α -thuyène -Linalol -Terpinène-4-ol -Myristicine	-2.00% -1.50% -2.23% -0.29%
Macération éthanol 70°	- α -pinène + α -thuyène	-3.42%
Macération glycerol 70%	-Méthyl thymol éther - Myristicine	-5.83% -1.44%

Ainsi à partir de ce tableau et de la description brève de chaque molécule on peut définir une utilité à chaque liquide obtenu suite à l'extraction.

L'huile essentielle possède donc une activité antiseptique, antimicrobienne et anti-inflammatoire grâce à la présence d' α -pinène et d' α -thuyène, de linalol et de terpinène-4-ol, la myristicine est aussi présente à hauteur de 1,68% or cette molécule n'est d'aucune utilité

pour le corps et peut même s'avérer dangereuse à forte dose. L'huile essentielle est ici la meilleure façon d'extraire le terpinène-4-ol avec une présence de 3,84% dans le liquide extrait.

L'eau florale concentrée contient moins de molécules et dans de moins grandes quantités. Il n'en ressort que l' α -pinène + α -thuyène et le terpinène-4-ol qui ne représentent à elles-trois que 0.6% du liquide extrait, cette eau florale sera donc plutôt utilisée pour l'odeur que pour les effets thérapeutiques. Pour l'eau florale non concentrée on ne retrouve que le terpinène-4-ol encore en petite dose qui sera donc également utilisé uniquement pour l'odeur et non pour les effets.

Au niveau des macérations on remarque que la macération à l'huile n'extrait que très peu de molécules avec 0.02% de molécules d'intérêt extraites donc très peu intéressante comme méthode d'extraction dans notre cas.

Les macérations à l'alcool sont ici plus intéressantes, pour l'alcool à 50°, deux molécules sont extraites l' α -pinène + l' α -thuyène qui, à elles-deux, combinent des effets anti-inflammatoires et antiseptiques. Elles sont présentes à hauteur de 2,82% dans le liquide final, ce qui représente un bon rendement en comparaison des techniques vues précédemment. Pour l'extraction de ces molécules l'alcool à 70° reste cependant le meilleur avec une concentration de 3,42% dans le liquide extrait ce qui représente donc le meilleur rendement pour ces molécules.

L'alcool à 60° montre lui des résultats plus complets avec exactement les mêmes molécules extraites que l'huile essentielle mais avec une concentration plus grande en α -pinène et α -thuyène avec 2,00% et des concentrations plus basses en linalol (1.50%) et en terpinène-4-ol (2.23%). Le point le plus important à soulever est la faible concentration en myristicine (0.29%) contrairement à l'huile essentielle qui était de 1.68%, la myristicine étant une molécule dangereuse, il est préférable qu'elle soit présente en moindre quantité dans le liquide final.

La macération au glycérol montre la plus grosse extraction de méthyl thymol éther avec 5.85%, cette molécule n'ayant pour utilité que son pouvoir odorant, elle peut être ensuite utilisée comme agent de saveur pour l'industrie agroalimentaire.

On peut maintenant comparer les deux profils chromatographiques d'huiles essentielles entre le théorique et celui de notre échantillon, expérimental donc.

Les molécules suivantes sont communes et donc comparables entre les deux profils : l' **α -pinène**, l' **α -thuyène**, le **linalol**, le **terpinène-4-ol** et la **myristicine**. On les compare selon leur temps de rétention et leur proportion respectifs.

D'abord, l' **α -pinène** et l' **α -thuyène** sont associées dans le profil expérimental. Leur temps de rétention est d'environ 5,89 minutes tandis que leur proportion dans l'échantillon est aux alentours de 1,20 % (*Tableaux 4 et 12*). Selon le profil théorique, leur temps de rétention est autour de 5,78 minutes et sont présentes dans l'échantillon à environ 2,84 % (1,76 % pour l' α -pinène et 1,08 % pour l' α -thuyène) (*Tableau 3*). On peut donc voir que le temps de rétention est assez similaire chez les deux profils contrairement à leurs proportions, où elles sont légèrement plus présentes dans l'échantillon théorique que chez le nôtre.

Ensuite, le **linalol** a un temps de rétention d'environ 22,53 minutes et est présent aux alentours des 1,86 % dans notre échantillon (*Tableaux 4 et 12*) tandis que dans le profil théorique, son temps de rétention est d'à peu près 23,23 minutes et sa proportion est d'environ 0,15 % (*Tableau 3*). Comme pour les molécules précédentes, le temps de rétention est plutôt similaire mais la proportion est différente : le linalol est beaucoup moins présent chez le profil théorique que dans notre échantillon.

Concernant le **terpinène-4-ol**, il a un temps de rétention de 28,04 minutes et sa proportion est de 3,84 % dans le profil expérimental (*Tableau 4 et 12*). Dans le profil théorique, son temps de rétention est d'environ 25,40 minutes et il est présent à 0,85 % dans l'échantillon (*Tableau 3*). Le terpinène-4-ol a donc un temps de rétention un peu plus long dans notre échantillon (environ 2,60 minutes de plus que chez le profil théorique) et bien plus présent (+ 3 % environ) dans celui-ci que chez l'échantillon théorique.

Enfin, la **myristicine** a un temps de rétention de 46,89 min et est présente à 1,68 % dans notre échantillon (*Tableau 4 et 12*) tandis que dans le profil théorique, son temps de rétention est d'environ 47,51 min et que sa proportion dans l'échantillon est aux alentours de 0,24 %

(Tableau 3). Le temps de rétention de cette molécule est similaire dans les deux profils, seulement une minute de différence, contrairement à sa proportion, où elle est plus présente dans notre échantillon que dans le théorique.

Globalement, les molécules issues de notre échantillon ont quasiment le même temps de rétention que celles du profil théorique. En revanche, elles sont souvent plus concentrées dans notre profil expérimental, il faut donc prendre des précautions, souvent communes aux huiles essentielles, car ces molécules peuvent parfois avoir des effets néfastes dans des conditions particulières.

Le **linalol**, sous sa forme oxydée, peut-être à l'origine de réactions allergènes comme l'eczéma chez certaines personnes²³. La **myristicine**, à forte dose, peut être toxique pour des cellules du système nerveux²⁴. L'**α-pinène** et l'**α-thuyène**, faisant parti du groupe des monoterpènes, peuvent être aussi à l'origine de rougeurs ou démangeaisons s'ils sont oxydés ou dégradés²⁵.

Plus généralement, la capacité d'une huile essentielle à causer des allergies suite à une oxydation de ces composants est proportionnelle à sa concentration en monoterpènes. Pour éviter ces désagréments, il faut respecter les préventions communes aux huiles essentielles à base de plante, qui contiennent souvent ces mêmes molécules, comme ne pas ingérer ou trop inspirer ces huiles. De même, il faut éviter de l'utiliser au-delà de la date de péremption indiquée pour ainsi éviter le phénomène d'oxydation cité précédemment, qui peut-être aussi accéléré si les contenants sont mal fermés ou laissés ouverts.

V- CONCLUSION :

La Criste Marine est une plante abondante et cultivable qui pousse facilement sur la côte maritime et est très peu utilisée pour ses vertus thérapeutiques connues pourtant depuis des siècles. Représentant un parfait intérêt dans l'industrie cosmétique et alimentaire, une place dans le commerce parmi les produits dérivés de plantes thérapeutiques est envisageable et réalisable.

À partir de l'équipement mis à notre disposition à l'IUT, nous avons réussi à valoriser cette plante peu connue par le biais de deux types de transformations :

- Les huiles essentielles, produites grâce à une extraction par vapeur
- Les macérats, obtenus par macération de la Criste dans différents liquides (huile, éthanol, glycérol)

L'analyse de ces diverses transformations par chromatographie gazeuse nous a permis de mettre en avant des molécules ayant un bon potentiel thérapeutique et aussi de sélectionner les types de transformation permettant un meilleur rendement concernant ces molécules.

Parmi les composants des profils chromatographiques provenant de nos récoltes les plus intéressants, nous avons le linalol, ayant un pouvoir anti-microbien ; le terpinène-4-ol et le limonène, possédant des activités anti-inflammatoires et antioxydantes ainsi que le méthyl thymol éther, pouvant être utilisé comme agent de saveur.

Les molécules à effets thérapeutiques sont valorisées par l'huile essentielle et les macérations à base d'éthanol, surtout celle contenant de l'éthanol 60° qui montre les résultats les plus complets et équilibrés.

Les autres transformations paraissent plus performantes pour mettre en valeur les composants intéressants dans le domaine gustatif ou odorant. Par exemple, la macération dans du glycérol à 70 % est la transformation la plus concentrée en méthyl thymol éther.

Mais certains éléments observés dans les profils n'ont pas tous des bienfaits. La myristicine ne doit pas être présente à haute dose dans les produits car elle peut être responsable de dégâts neurotoxiques. De même que pour les monoterpènes, regroupant l' α -thuyène et l' α -pinène, responsables chez certaines personnes de réactions allergènes.

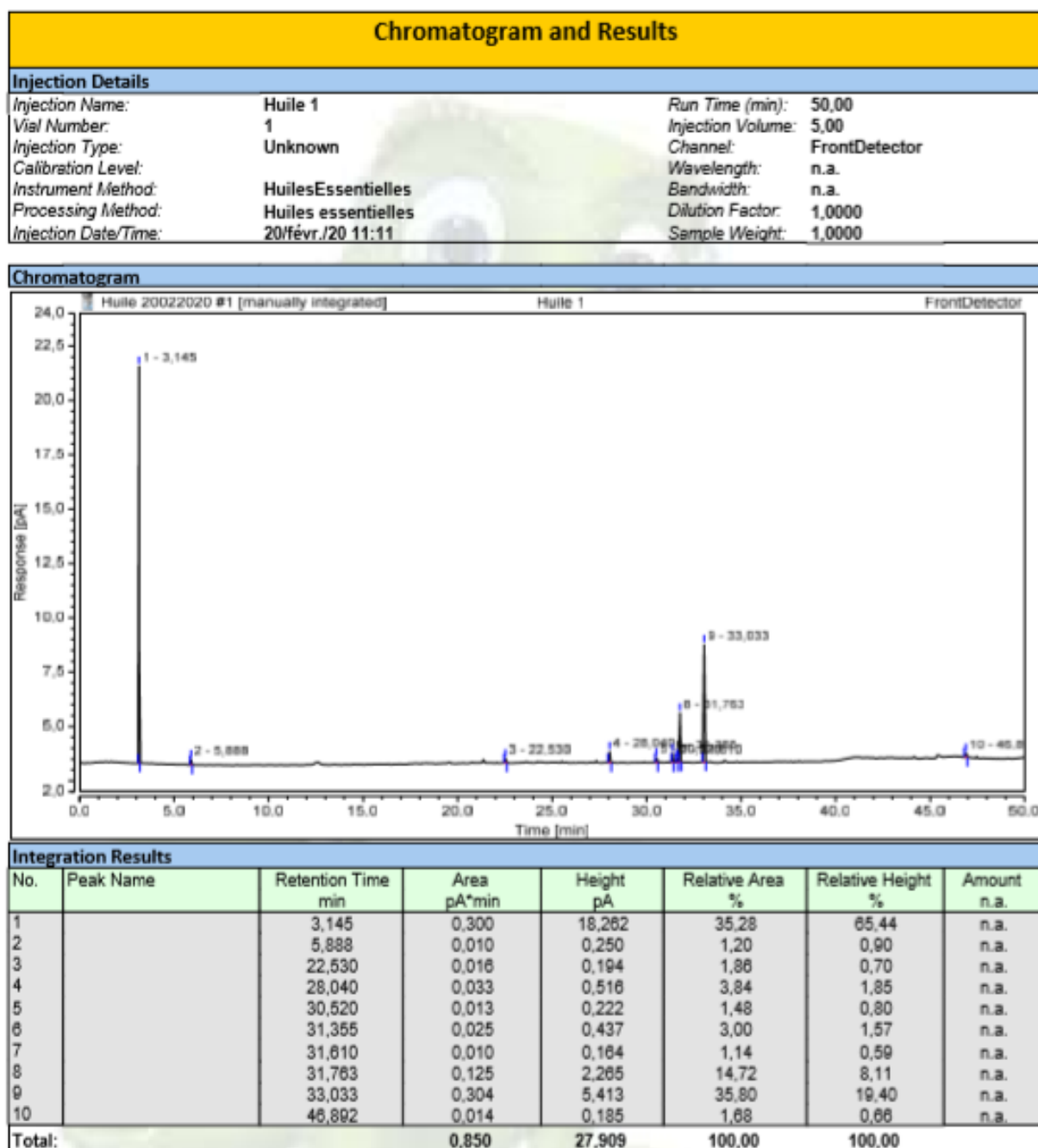
La sélection des transformations les plus équilibrées, c'est à dire ayant le meilleur rendement de molécules bienfaisantes tout en évitant d'avoir une trop haute proportion d'éléments néfastes, est donc aussi primordiale pour pouvoir être commercialisé.

Il faut aussi que le consommateur respecte les précautions mises en place pour éviter de diminuer ces effets bénéfiques de départ, comme ne pas laisser s'oxyder les produits ou ne pas l'utiliser autrement que ce que pour quoi il a été produit.

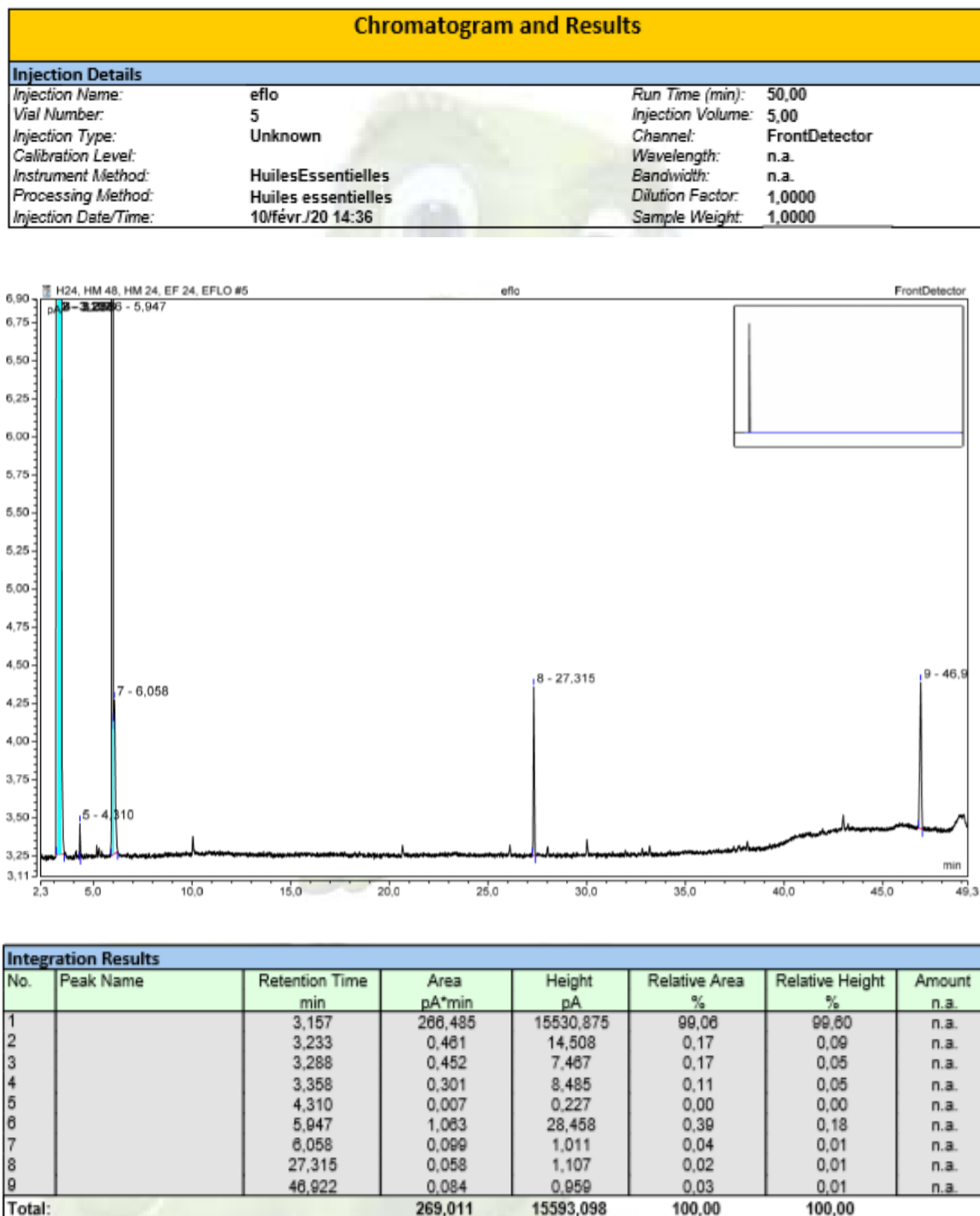
Pour une analyse plus poussée et plus fine, nous aurions pu par exemple effectuer différents sites de récoltes pour ainsi comparer leurs profils chromatographiques et découvrir soit de « nouvelles » molécules ou pour observer des proportions différentes de tel ou tel composant. Nous aurions pu également tester les fleurs et les feuilles séparément afin de comparer les molécules présentes et ainsi remarquer peut-être des molécules qui diffèrent. Enfin, nous aurions pu aussi peut-être retrouver l'empreinte de la pollution via des molécules reconnues comme polluantes car la Ciste Marine pousse abondamment le long des côtes et est donc forcément touchée d'une manière ou d'une autre par la pollution maritime.

VI- ANNEXES

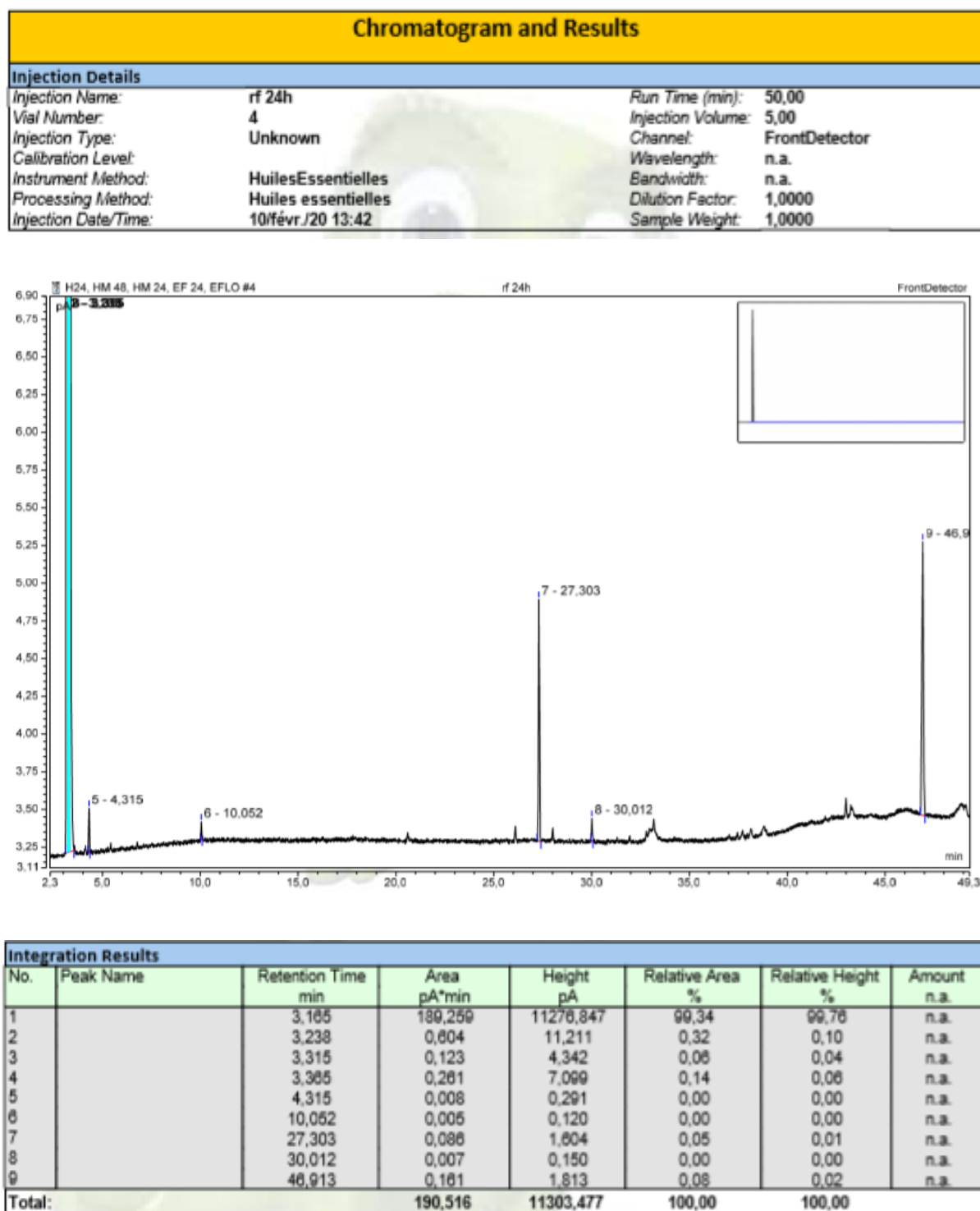
Annexe 1 | Chromatogramme et résultats de l'analyse d'huile essentielle de Criste Marine, obtenus par CPG (Chromatographie en phase gazeuse)



Annexe 2 | Chromatogramme et résultats de l'analyse de l'eau florale de Criste Marine, dite concentrée, obtenus par CPG (Chromatographie en phase gazeuse)

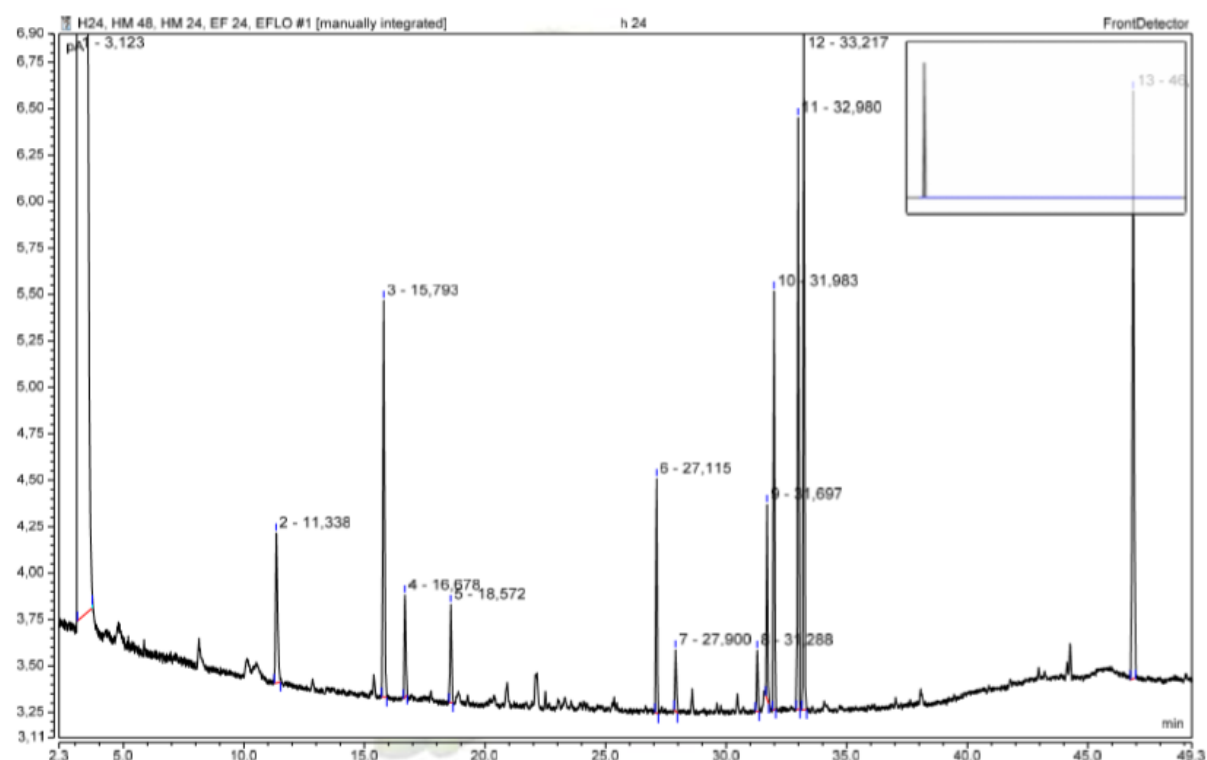


Annexe 3 | Chromatogramme et résultats de l'analyse de l'eau florale de Criste Marine, obtenus par CPG (Chromatographie en phase gazeuse)



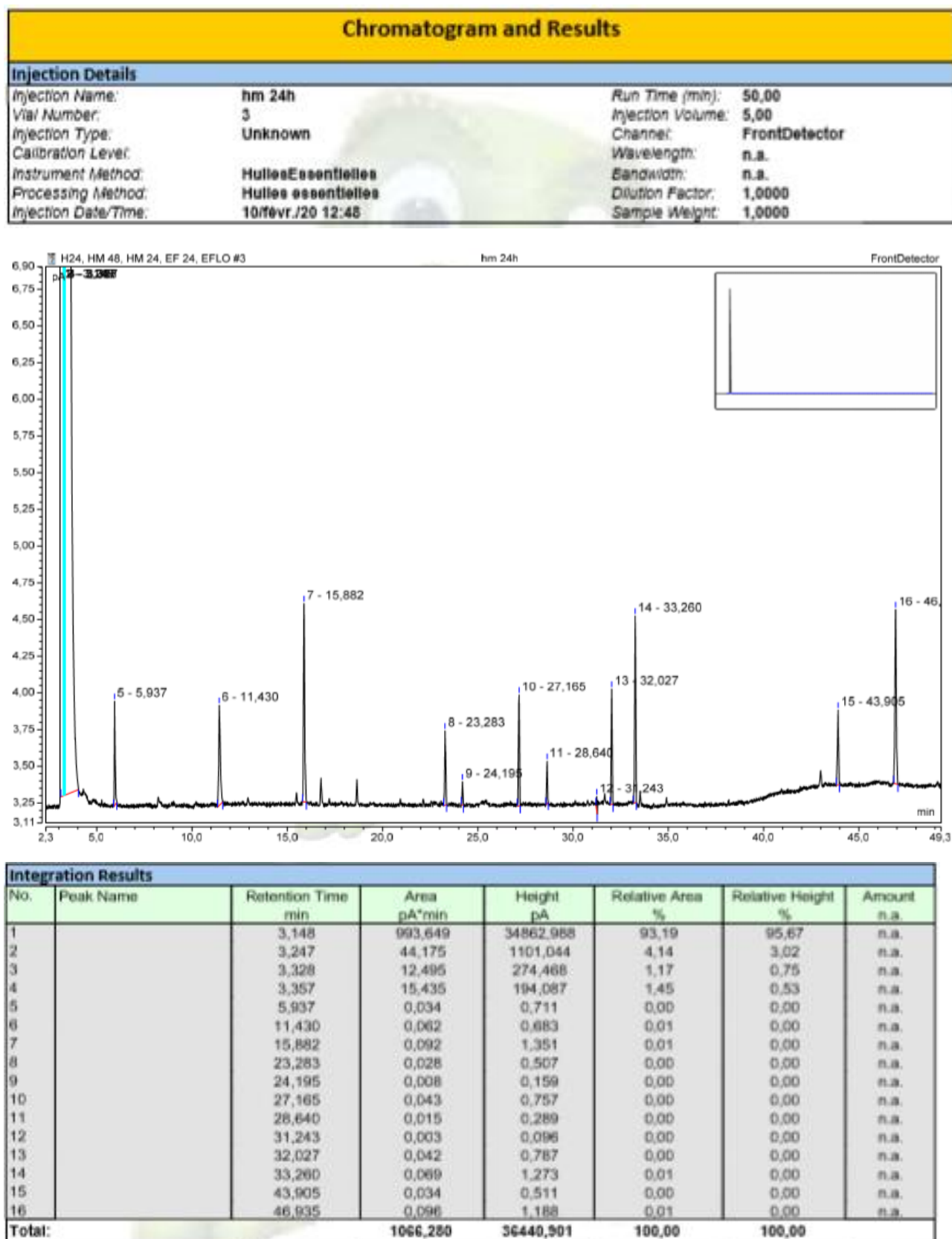
Annexe 4 | Chromatogramme et résultats de l'analyse de la macération à l'huile de Criste Marine, obtenus par CPG (Chromatographie en phase gazeuse)

Chromatogram and Results			
Injection Details			
Injection Name:	h 24	Run Time (min):	50,00
Vial Number:	1	Injection Volume:	5,00
Injection Type:	Unknown	Channel:	FrontDetector
Calibration Level:		Wavelength:	n.a.
Instrument Method:	HuilesEssentielles	Bandwidth:	n.a.
Processing Method:	Huiles essentielles	Dilution Factor:	1,0000
Injection Date/Time:	10/fevr./20 11:00	Sample Weight:	1,0000



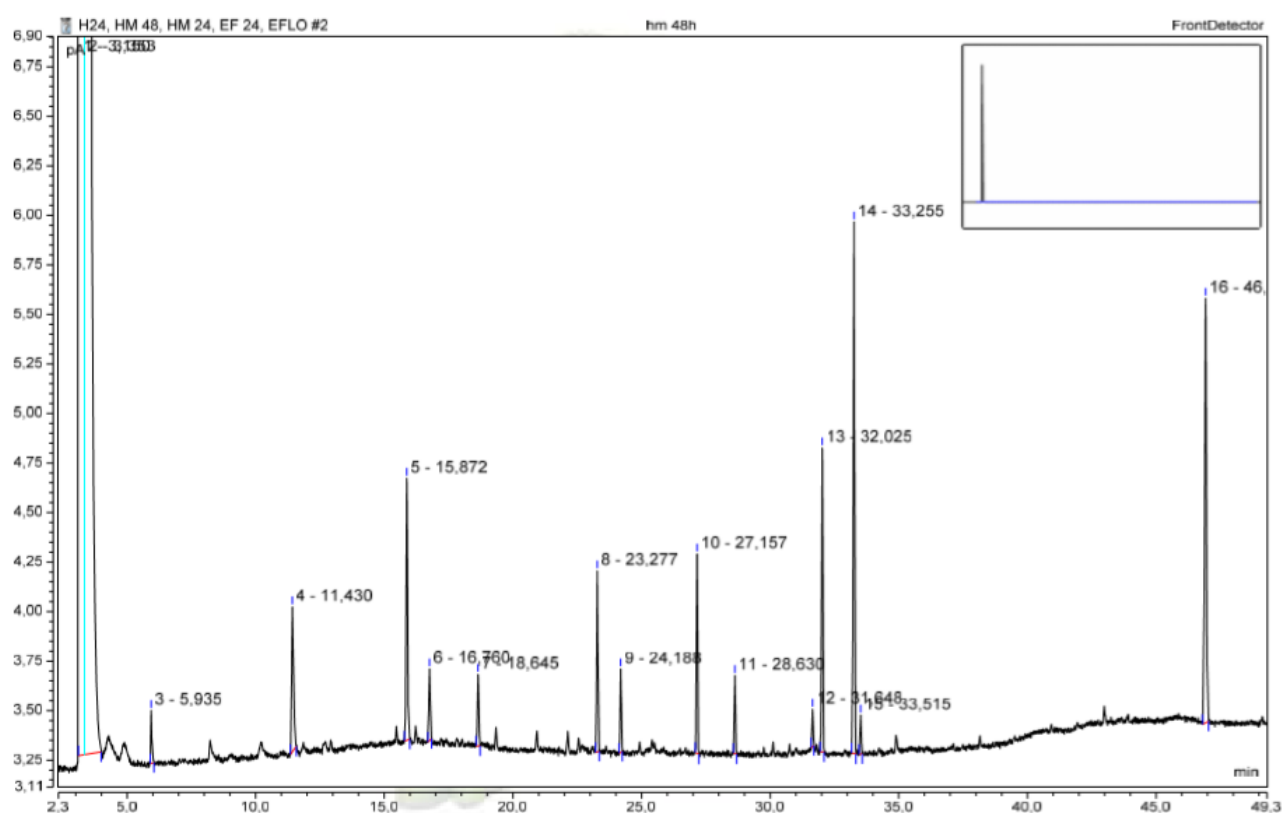
Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount n.a.
1		3,123	1206,718	43346,734	99,90	99,96	n.a.
2		11,338	0,075	0,808	0,01	0,00	n.a.
3		15,793	0,149	2,136	0,01	0,00	n.a.
4		16,678	0,036	0,550	0,00	0,00	n.a.
5		18,572	0,034	0,528	0,00	0,00	n.a.
6		27,115	0,068	1,263	0,01	0,00	n.a.
7		27,900	0,021	0,330	0,00	0,00	n.a.
8		31,288	0,021	0,329	0,00	0,00	n.a.
9		31,697	0,058	1,051	0,00	0,00	n.a.
10		31,983	0,123	2,253	0,01	0,01	n.a.
11		32,980	0,178	3,186	0,01	0,01	n.a.
12		33,217	0,206	3,753	0,02	0,01	n.a.
13		46,877	0,262	3,164	0,02	0,01	n.a.
Total:			1207,950	43366,085	100,00	100,00	

Annexe 5 | Chromatogramme et résultats de l'analyse de la macération à l'huile 24 heures après la récolte, et ayant moisie, de Criste Marine, obtenus par CPG (Chromatographie en phase gazeuse)



Annexe 6 | Chromatogramme et résultats de l'analyse de la macération à l'huile 48 heures après la récolte, et ayant moisie, de Criste Marine, obtenus par CPG (Chromatographie en phase gazeuse)

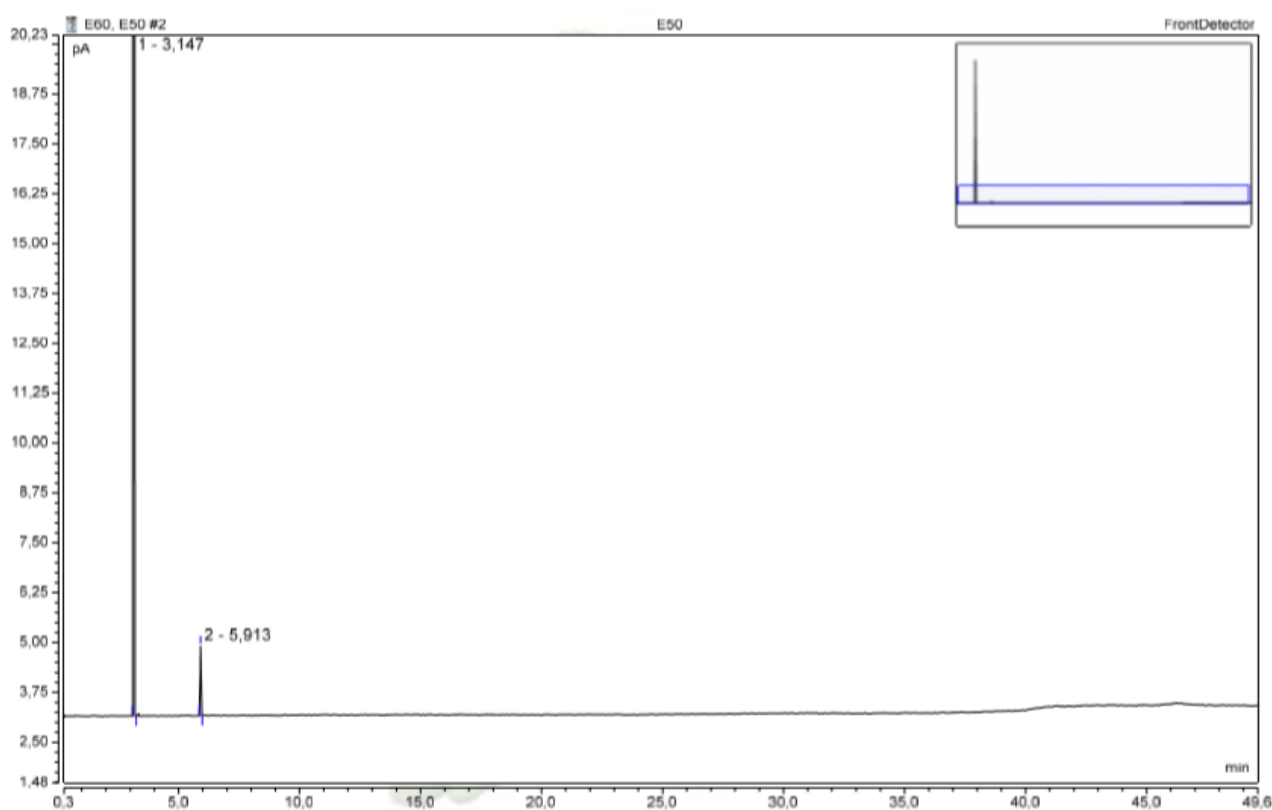
Chromatogram and Results			
Injection Details			
Injection Name:	hm 48h	Run Time (min):	50,00
Vial Number:	2	Injection Volume:	5,00
Injection Type:	Unknown	Channel:	FrontDetector
Calibration Level:		Wavelength:	n.a.
Instrument Method:	HuilesEssentielles	Bandwidth:	n.a.
Processing Method:	Huiles essentielles	Dilution Factor:	1,0000
Injection Date/Time:	10/fevr./20 11:54	Sample Weight:	1,0000



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount n.a.
1		3,150	857,470	26253,852	98,53	99,33	n.a.
2		3,353	11,985	165,679	1,38	0,63	n.a.
3		5,935	0,013	0,268	0,00	0,00	n.a.
4		11,430	0,062	0,731	0,01	0,00	n.a.
5		15,872	0,089	1,322	0,01	0,01	n.a.
6		16,760	0,023	0,362	0,00	0,00	n.a.
7		18,645	0,025	0,362	0,00	0,00	n.a.
8		23,277	0,050	0,914	0,01	0,00	n.a.
9		24,188	0,022	0,422	0,00	0,00	n.a.
10		27,157	0,053	1,006	0,01	0,00	n.a.
11		28,630	0,021	0,395	0,00	0,00	n.a.
12		31,648	0,010	0,189	0,00	0,00	n.a.
13		32,025	0,082	1,535	0,01	0,01	n.a.
14		33,255	0,149	2,683	0,02	0,01	n.a.
15		33,515	0,011	0,197	0,00	0,00	n.a.
16		46,923	0,176	2,143	0,02	0,01	n.a.
Total:			870,242	26432,061	100,00	100,00	

Annexe 7 | Chromatogramme et résultats de l'analyse de la macération à l'éthanol 50° de Criste Marine, obtenus par CPG (Chromatographie en phase gazeuse)

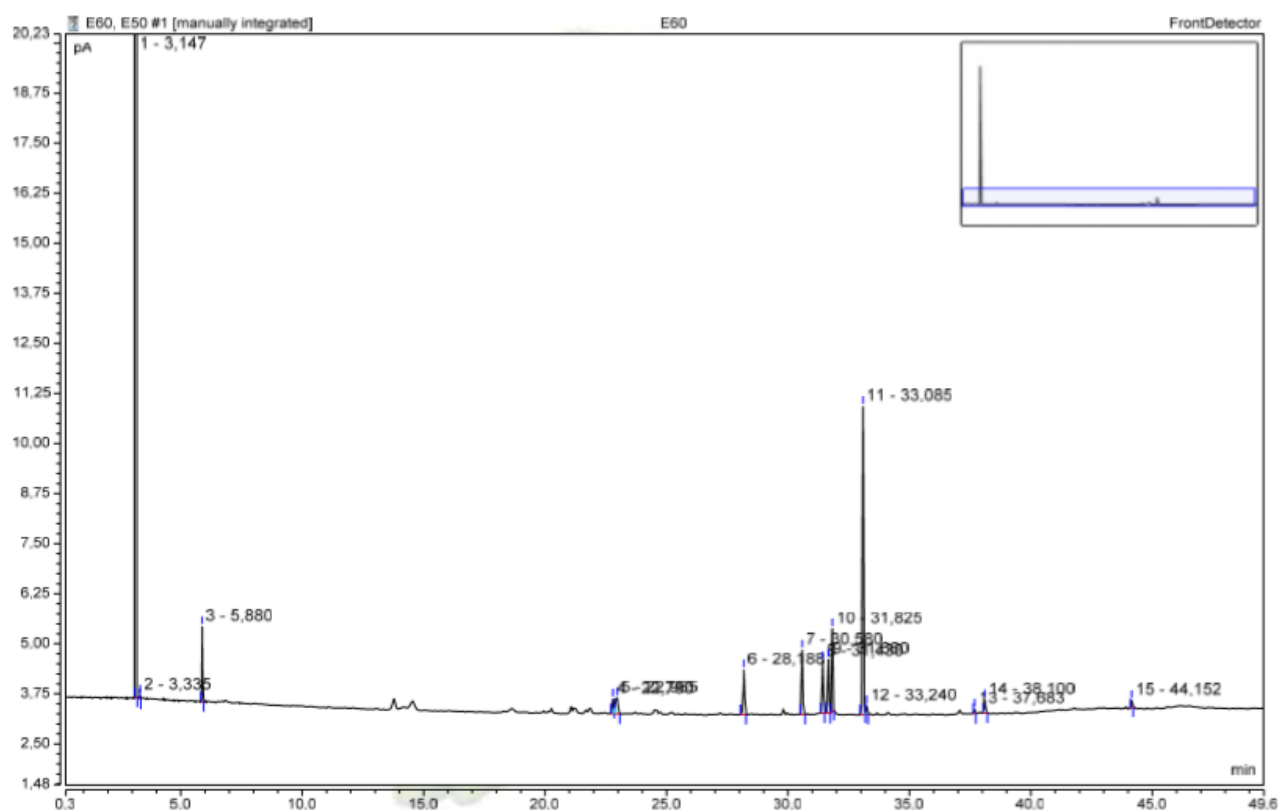
Chromatogram and Results			
Injection Details			
Injection Name:	E50	Run Time (min):	50,00
Vial Number:	2	Injection Volume:	0,00
Injection Type:	Unknown	Channel:	FrontDetector
Calibration Level:		Wavelength:	n.a.
Instrument Method:	HuilesEssentielles	Bandwidth:	n.a.
Processing Method:	Huiles essentielles	Dilution Factor:	1,0000
Injection Date/Time:	11/févr./20 11:05	Sample Weight:	1,0000



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount n.a.
1		3,147	2,201	140,804	97,18	98,78	n.a.
2		5,913	0,084	1,739	2,82	1,22	n.a.
Total:			2,264	142,543	100,00	100,00	

Annexe 8 | Chromatogramme et résultats de l'analyse de la macération à l'éthanol 60° de Criste Marine, obtenus par CPG (Chromatographie en phase gazeuse)

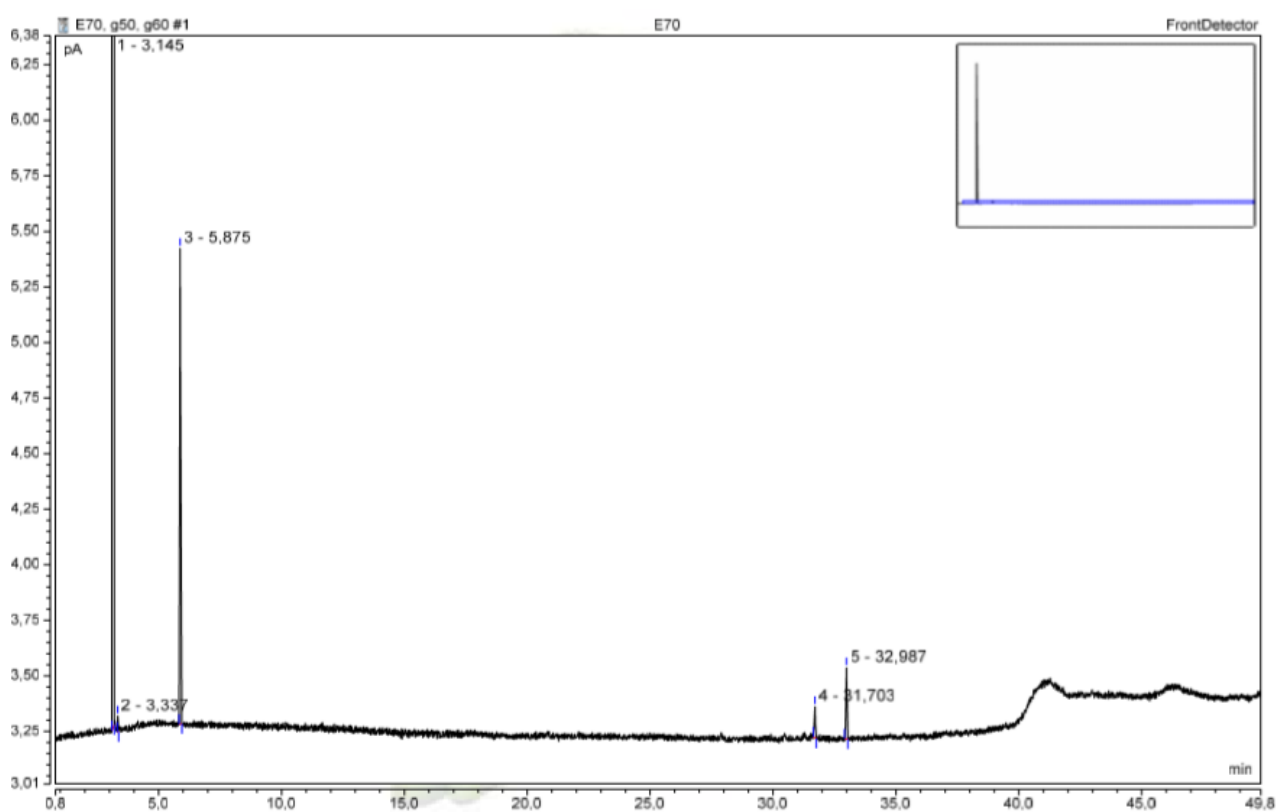
Chromatogram and Results			
Injection Details			
Injection Name:	E60	Run Time (min):	50,00
Vial Number:	1	Injection Volume:	0,00
Injection Type:	Unknown	Channel:	FrontDetector
Calibration Level:		Wavelength:	n.a.
Instrument Method:	HuilesEssentielles	Bandwidth:	n.a.
Processing Method:	Huiles essentielles	Dilution Factor:	1,0000
Injection Date/Time:	11/fevr./20 10:11	Sample Weight:	1,0000



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount n.a.
1		3,147	2,372	150,432	68,61	88,94	n.a.
2		3,335	0,002	0,093	0,05	0,05	n.a.
3		5,880	0,069	1,870	1,99	1,11	n.a.
4		22,790	0,027	0,367	0,79	0,22	n.a.
5		22,965	0,052	0,396	1,52	0,23	n.a.
6		28,188	0,077	1,118	2,21	0,66	n.a.
7		30,580	0,097	1,607	2,81	0,95	n.a.
8		31,430	0,077	1,285	2,22	0,76	n.a.
9		31,660	0,078	1,341	2,27	0,79	n.a.
10		31,825	0,114	2,071	3,30	1,22	n.a.
11		33,085	0,442	7,698	12,79	4,55	n.a.
12		33,240	0,013	0,217	0,38	0,13	n.a.
13		37,683	0,006	0,120	0,17	0,07	n.a.
14		38,100	0,020	0,331	0,59	0,20	n.a.
15		44,152	0,010	0,185	0,29	0,11	n.a.
Total:			3,457	169,131	100,00	100,00	

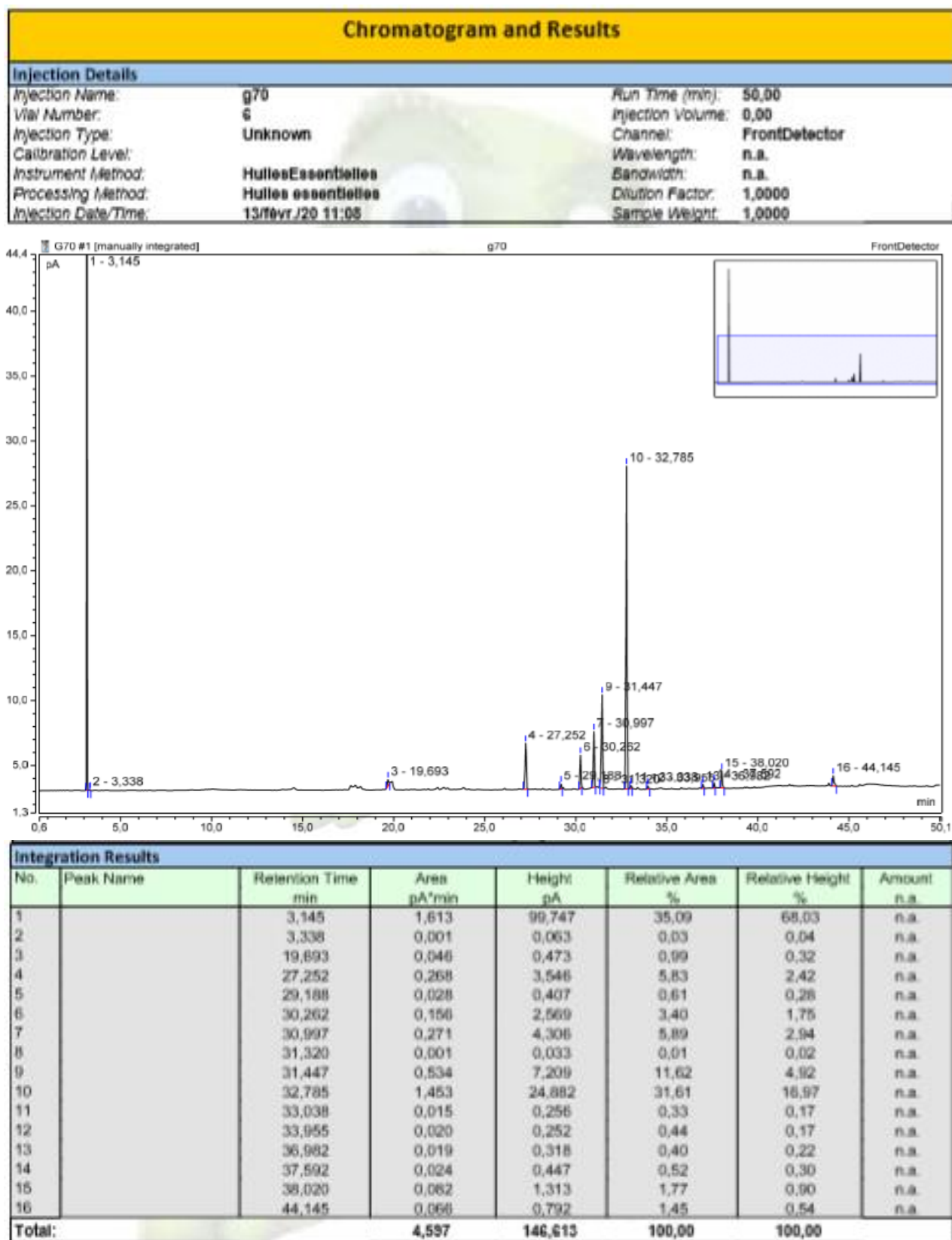
Annexe 9 | Chromatogramme et résultats de l'analyse de la macération à l'éthanol 70° de Criste Marine, obtenus par CPG (Chromatographie en phase gazeuse)

Chromatogram and Results			
Injection Details			
Injection Name:	E70	Run Time (min):	50,00
Vial Number:	3	Injection Volume:	0,00
Injection Type:	Unknown	Channel:	FrontDetector
Calibration Level:		Wavelength:	n.a.
Instrument Method:	HuilesEssentielles	Bandwidth:	n.a.
Processing Method:	Huiles essentielles	Dilution Factor:	1,0000
Injection Date/Time:	12/fevr./20 09:48	Sample Weight:	1,0000

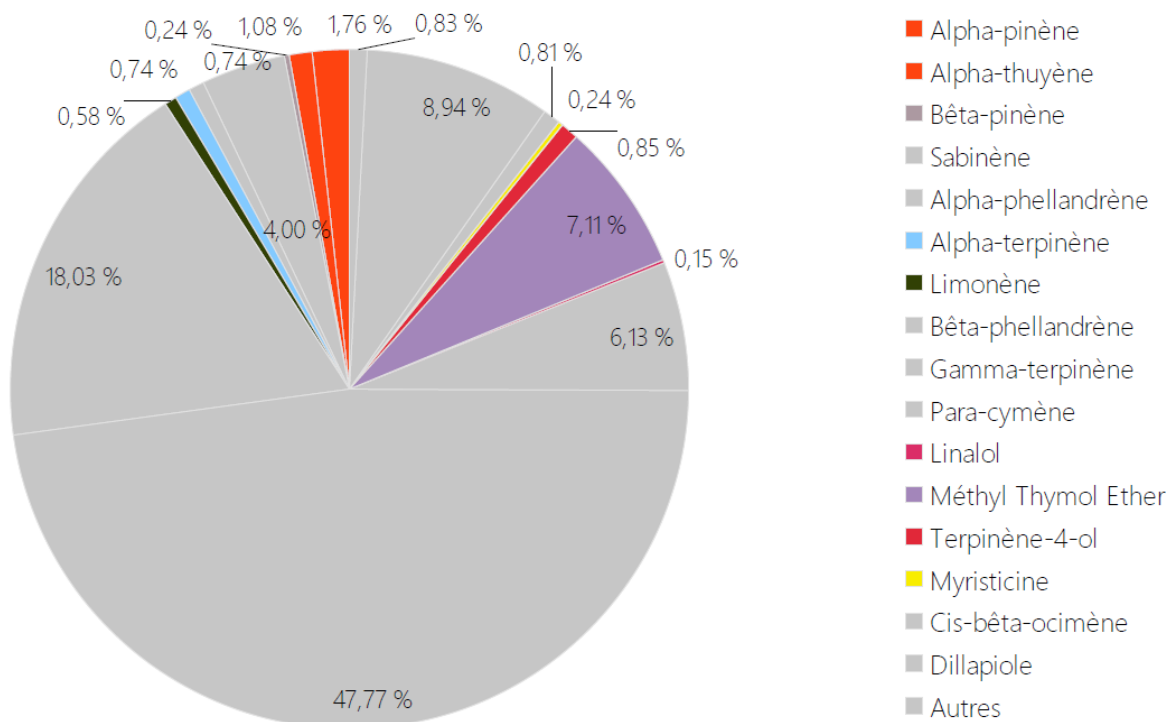


Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount n.a.
1		3,145	2,201	138,327	95,41	98,10	n.a.
2		3,337	0,002	0,072	0,08	0,05	n.a.
3		5,875	0,079	2,141	3,41	1,52	n.a.
4		31,703	0,008	0,140	0,33	0,10	n.a.
5		32,987	0,018	0,321	0,77	0,23	n.a.
Total:			2,307	141,001	100,00	100,00	

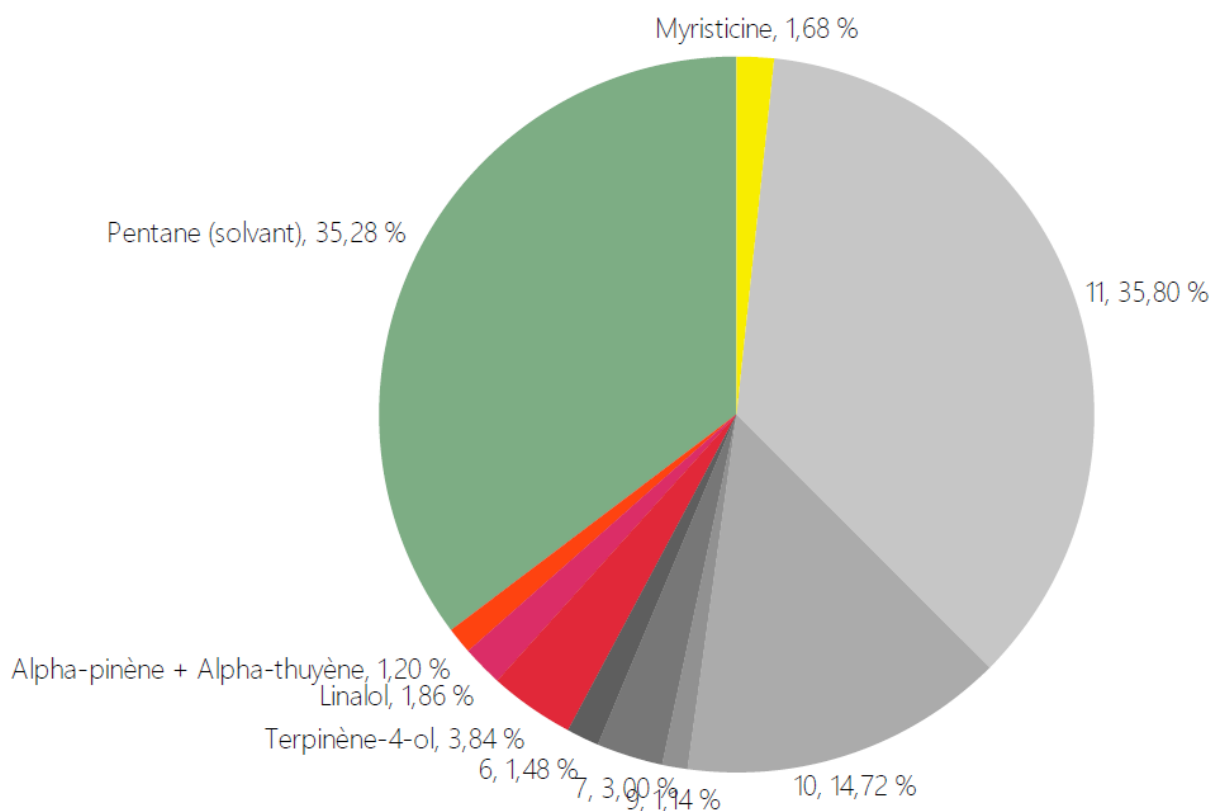
Annexe 10 | Chromatogramme et résultats de l'analyse de la macération au glycérol 70% de Criste Marine, obtenus par CPG (Chromatographie en phase gazeuse)



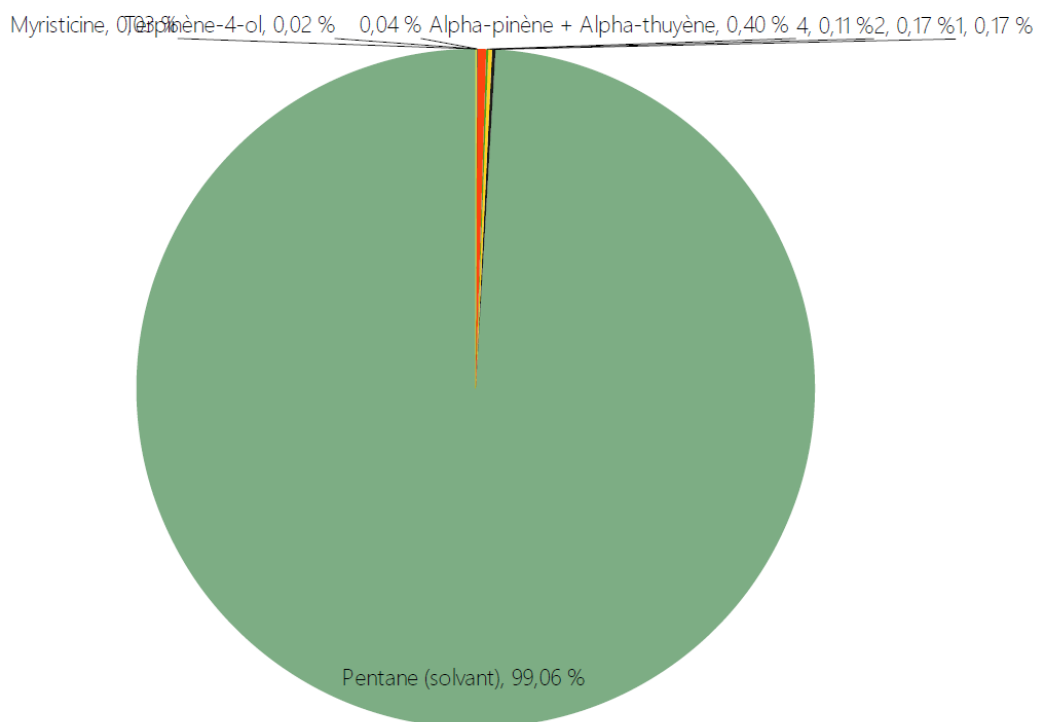
Annexe 11 | Profil théorique de l'huile essentielle de Criste Marine



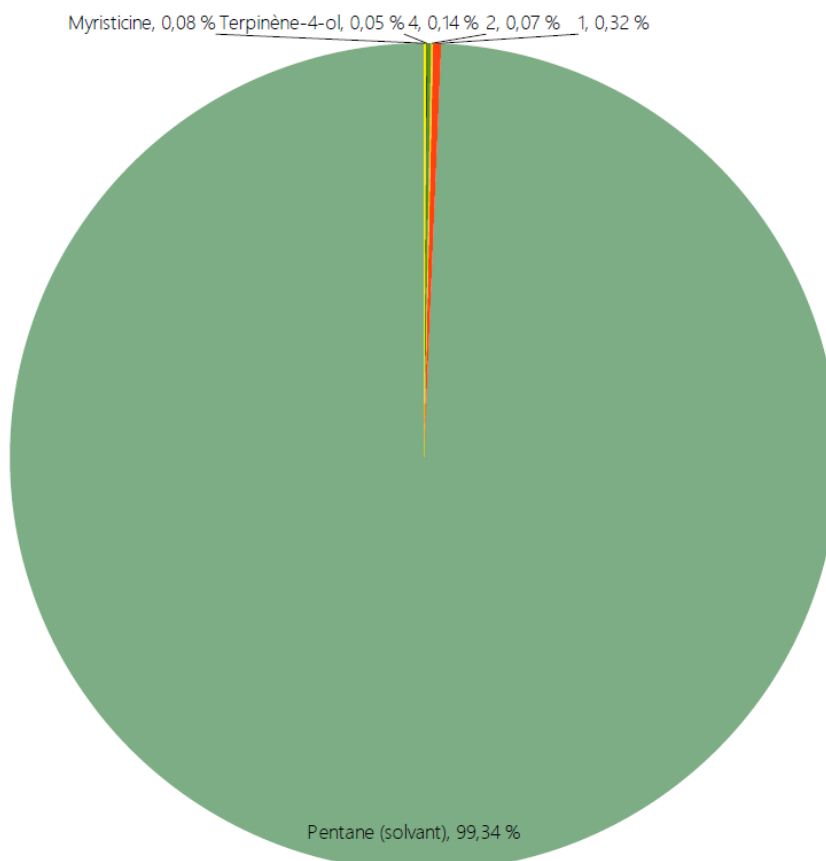
Annexe 12 | Profil de l'huile essentielle de Criste Marine



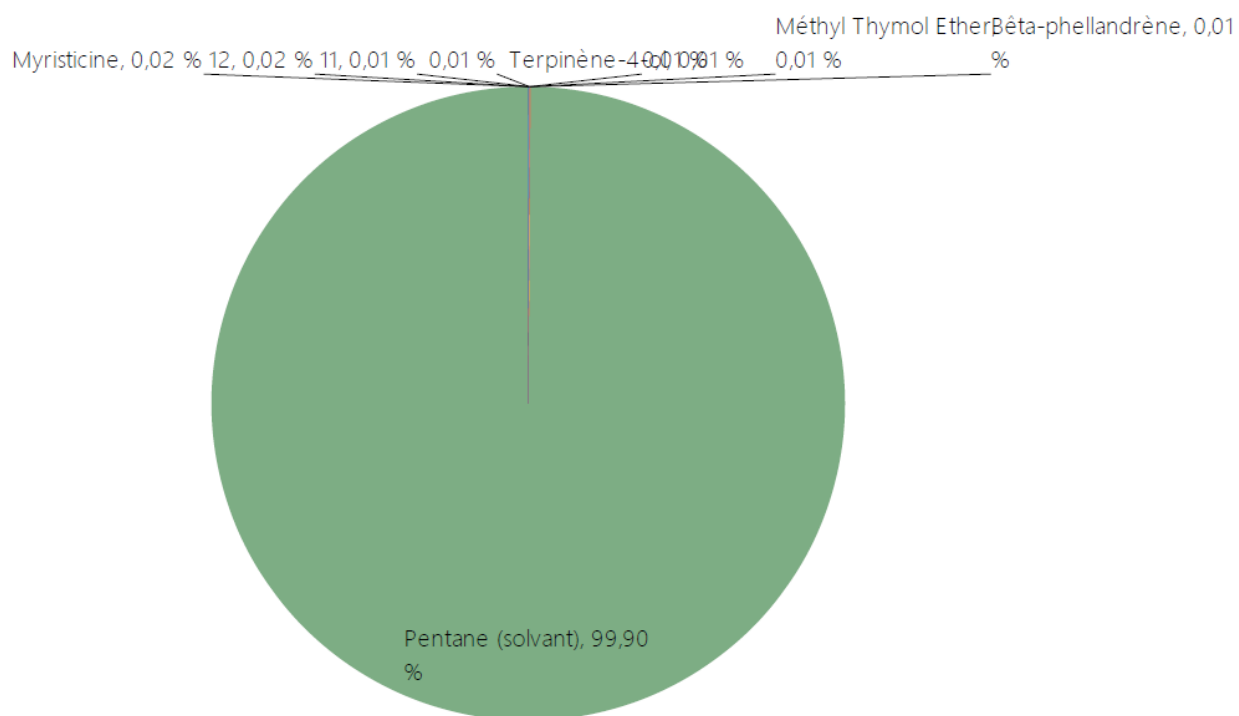
Annexe 13 | Profil de l'eau florale, dite concentrée, de Criste Marine



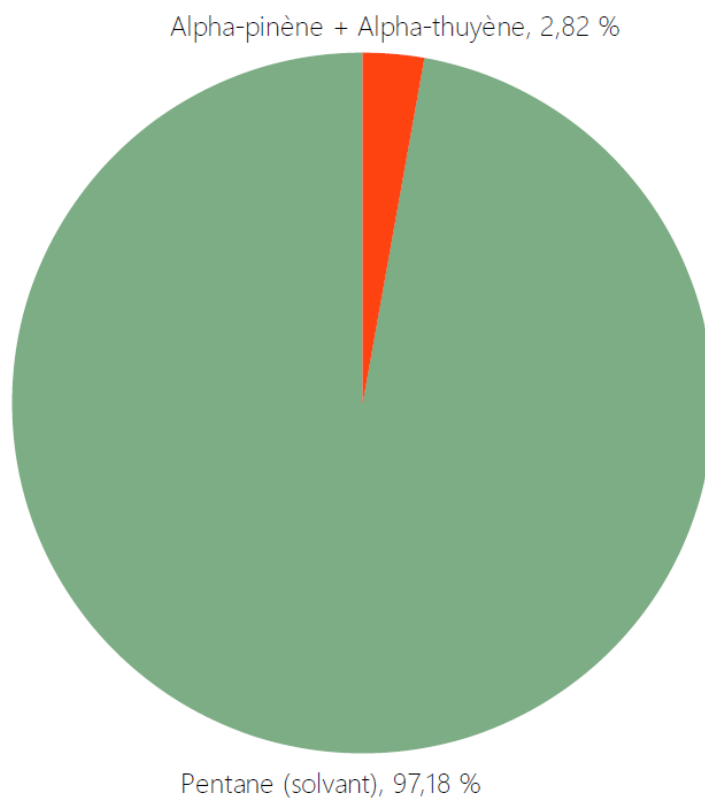
Annexe 14 | Profil de l'eau florale de Criste Marine



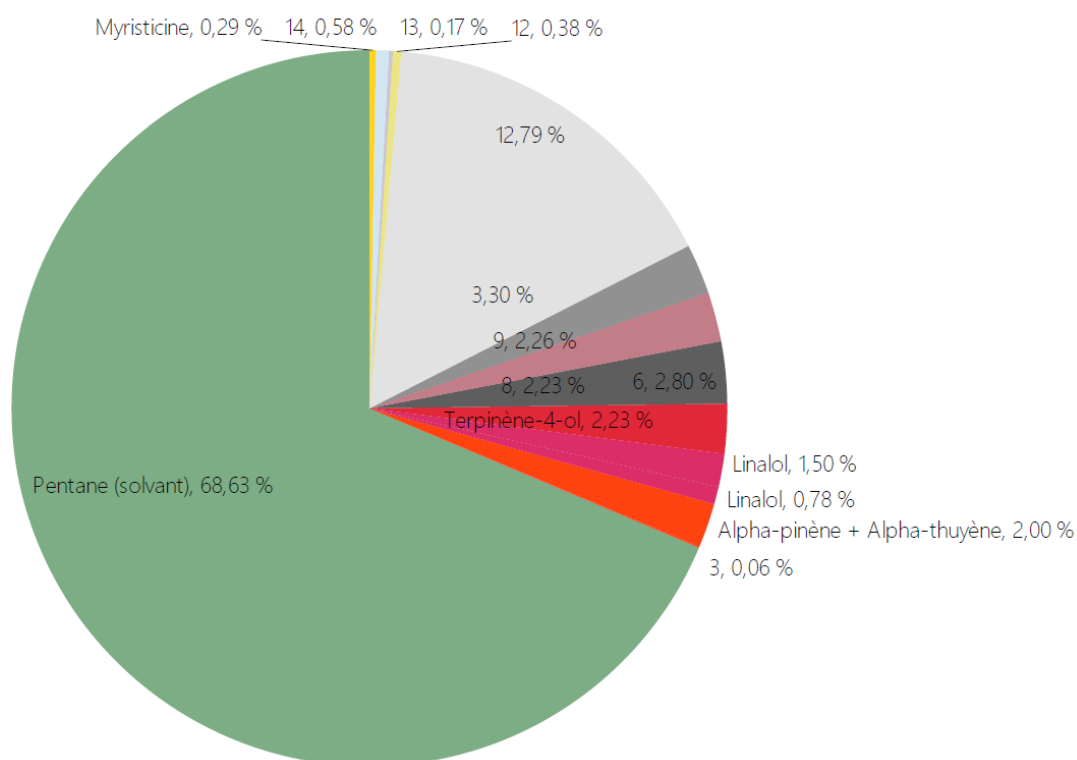
Annexe 15 | Profil de la macération de Criste Marine à l'huile, 24 heures après la récolte



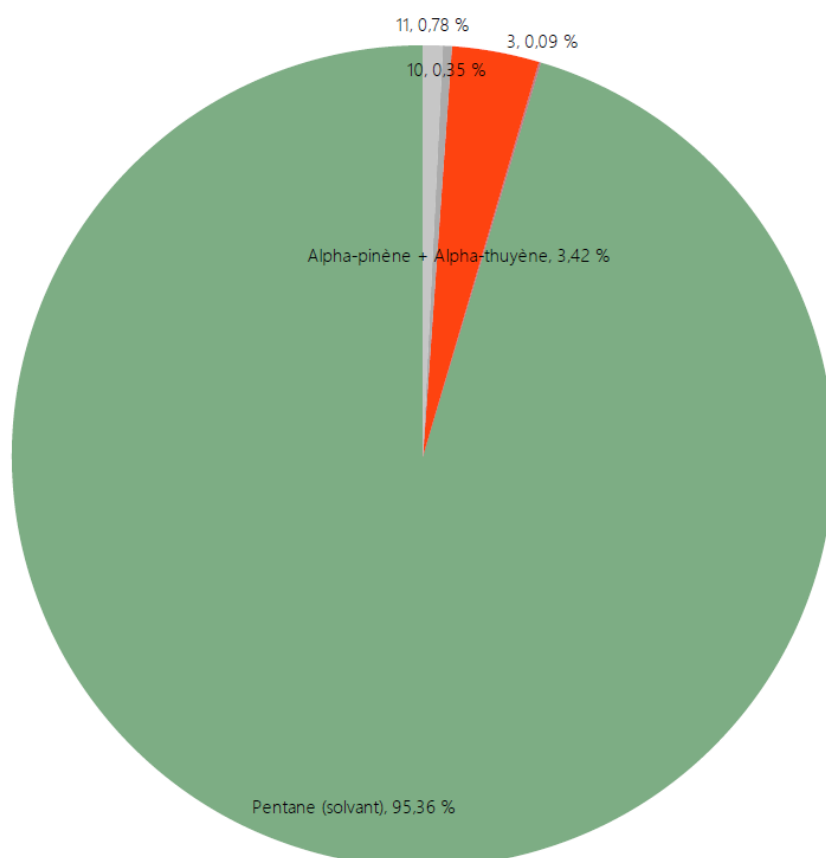
Annexe 16 | Profil de la macération de Criste Marine à l'éthanol 50°



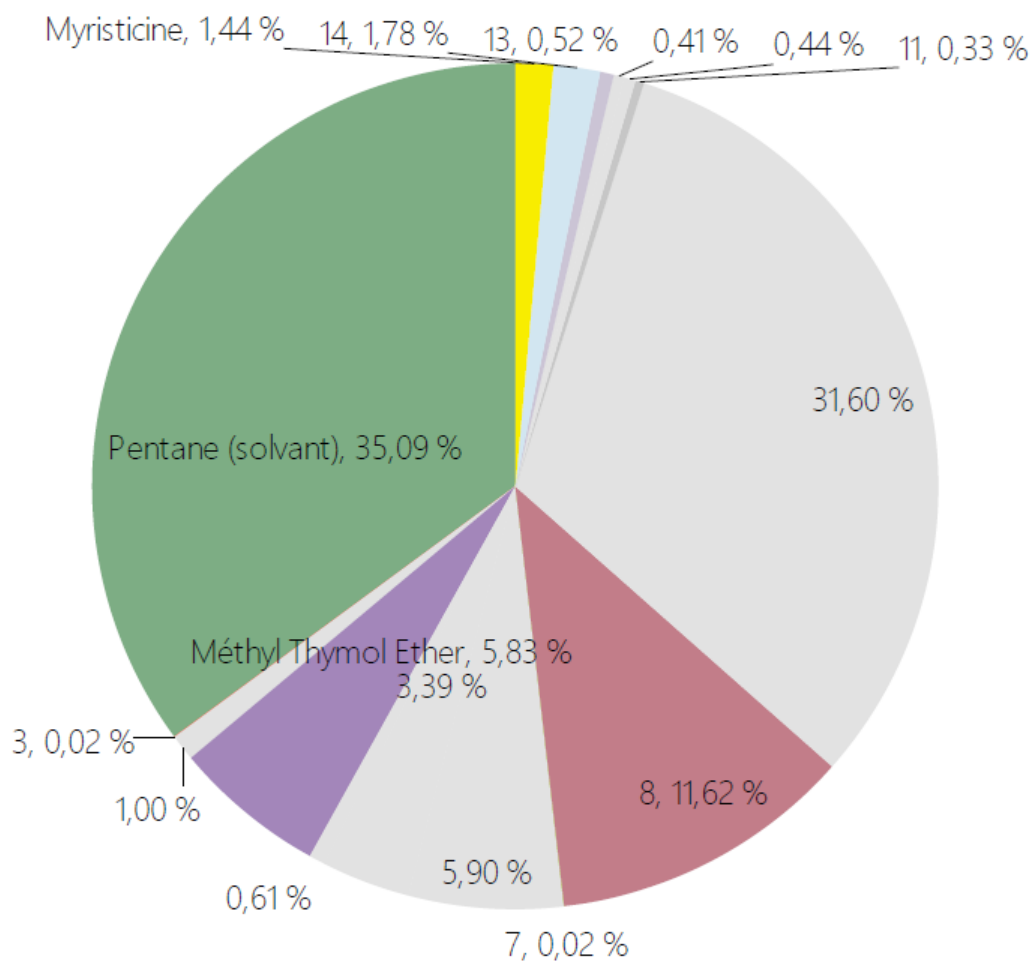
Annexe 17 | Profil de la macération de Criste Marine à l'éthanol 60°



Annexe 18 | Profil de la macération de Criste Marine à l'éthanol 70°



Annexe 19 | Profil de la macération de Criste Marine au glycérol 70%



VII- BIBLIOGRAPHIE :

- [1] : BioLit. Criste marine - Crithmum maritimum ou fenouil marin (2014)
- [2] : Elsevier's Dictionary of plant lore. D. C.Watts. Academic Press. (2007) (p. 343)
- [3] : Norme ISO9235:2013(fr) : Matières premières aromatiques naturelles – Vocabulaire (2.11)
- [4] Benouali Djillali ; Extraction et identification des huiles essentielles pdf ; (2015-2016) ; Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique ; Université des sciences et de la technologie d'Oran « Mohamed Boudiaf »
- [5] Jacqueline Smadja ; Les Huiles essentielles ; pdf ; (2009) ; Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles et des Sciences des Aliments (LSCNSA) ; Université de la Réunion
- [6] Alpha Keita Djibo ; Analyse des huiles essentielles de quelques plantes de la flore du Burkina Faso appartenant à la famille des Lamiaceae ; Thèse ; pdf ; (2000) ; Université de Ouagadougou
- [7] Théophile de la Charie et l'équipe de la compagnie des sens (pharmaciens, ingénieurs, biochimistes, agronomes) ; Tout sur la chromatographie ; Compagnie des sens ; <https://www.compagnie-des-sens.fr/chromatographie-huiles-essentielles/>
- [8] Bio en ligne.com ; Analyse chimique de l'huile essentielle à l'aide de la chromatographie ; (2017) ; <https://www.bio-enligne.com/aromatherapie-huile-essentielle/446-analyse.html>
- [9] Guillaume George ; Professeur agrégé de Sciences Physiques ; La Chromatographie en phase gazeuse, principe et exemples d'application ; 2017 ; ENS Eduscol ; <http://culturesciences.chimie.ens.fr/la-chromatographie-en-phase-gazeuse-principe-et-exemples-dapplications-12?fbclid=IwAR1CDtEQhKZM4m6bab-qhJRN4SJS1XPeY1BCPBCJ3ICb1weNytJtcyW53N4>
- [10] Vasiliauskaite, V., & Evans, T. S. (2019), Social success of perfumes. PLoS ONE, 14(7), doi : 10.1371/journal.pone.0218664
- [11] Fisher, B. E. (1998), Scents and sensitivity. Environmental Health Perspectives, 106(12), A594-A599, Retrieved from www.scopus.com
- [12] Zarzo, M. (2013), What is a fresh scent in perfumery? perceptual freshness is correlated with substantivity. Sensors (Switzerland), 13(1), 463-483, doi : 10.3390/s130100463
- [13] Document RevelEssence, revendeur d'huile essentielle de Criste Marine, (2015), Bulletin d'analyse de l'huile essentielle de Criste Marine, lot 500907
- [14] Site internet Vitalba, revendeur d'huile essentielle de Criste Marine, (Août 2019), Chromatographie du lot n°10-190 <https://www.vitalba.fr/18-huile-essentielle-de-criste-marine-bio.html>

[15] Site internet ABC de la nature, revendeur d'huile essentielle de Criste Marine, <https://www.abcdelanature.com/p-395-huile-essentielle-christe-marine-bio.html>

[16] Site internet Aroma-Zone, revendeur d'huile essentielle de Criste Marine, (Septembre 2017), Chromatographie phase gaz du lot n°18HE0035 ; (Septembre 2018), Chromatographie phase gaz du lot n°19HE0050, <https://www.aromazone.com/info/fiche-technique/huile-essentielle-christe-marine-bio-aroma-zone>

[17] Screening of chemical composition, anti-arthritis, antitumor and antioxidant capacities of essential oils from four Zingiberaceae herbs Zhang, L.a, Liang, X.b, Ou, Z.b, Ye, M.b, Shi, Y.a, Chen, Y.b, Zhao, J.a, Zheng, D.c, Xiang, H. DOI: 10.1016/j.indcrop.2020.112342

[18] An Overview of the Biological Effects of Some Mediterranean Essential Oils on Human Health, Hazem S. Elshafie and Ippolito Camele , DOI: 10.1155/2017/9268468 <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC5694587/>

[19] Simple and rapid determination of myristicin in human serum ,Andrzej L. Dawidowicz and Michal P. Dybowski, DOI: 10.1007/s11419-012-0151-8 <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC3573713/>

[20] Terpinen-4-ol, the main component of the essential oil of *Melaleuca alternifolia* (tea tree oil), suppresses inflammatory mediator production by activated human monocytes. Hart PH1, Brand C, Carson CF, Riley TV, Prager RH, Finlay-Jones JJ. DOI: 10.1007/s000110050639 <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/11131302>

[21] Limonene: Aroma of innovation in health and disease. A.J.VieiraF.P.BeserraM.C.SouzaB.M.TottiA.L.Rozza, DOI :10.1016/j.cbi.2018.02.007 <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0009279717310487>

[22] α -Terpinene, an antioxidant in tea tree oil, autoxidizes rapidly to skin allergens on air exposure. Rudback J, Bergstrom MA, Borje A, Nilsson U, Karlberg AT, DOI: 10.1021/tx200486f <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22250748>

[23] Bennike, N.H., Zachariae, C., Johansen, J.D. Non-mix fragrances are top sensitizers in consecutive dermatitis patients – a cross-sectional study of the 26 EU-labelled fragrance allergens (2017) Contact Dermatitis, 77 (5), pp. 270-279. DOI: 10.1111/cod.12822

[24] Lee, B.K., Kim, J.H., Jung, J.W., Choi, J.W., Han, E.S., Lee, S.H., Ko, K.H., Ryu, J.H. Myristicin-induced neurotoxicity in human neuroblastoma SK-N-SH cells(2005) Toxicology Letters, 157 (1), pp. 49-56. DOI: 10.1016/j.toxlet.2005.01.012

[25] Hausen, B.M., Reichling, J., Harkenthal, M. Degradation products of monoterpenes are the sensitizing agents in tea tree oil (1999) American Journal of Contact Dermatitis, 10 (2), pp. 68-77. DOI: 10.1016/S1046-199X(99)90002-7