

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Djilali Bounâama
KHEMIS MILIANA



Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de la Technologie

Mémoire Présenté
Pour l'obtention de diplôme

Master

En

«Génie des procédés»

Option :

«Génie pharmaceutique »

Titre :

**Extraction des huiles essentielles riche en
Anti-oxydants à partir des grains de fenouil**

Etudié par :

❖ *Meddahi fatma*

Devant le jury composé de :

Mme hadj khelifa
Mme Saffah.k
Mme Hamad.t
Mme Alliche.z

présidente
promotrice
co promotrice
examinatrice

2018/2019

Remerciements

Avant toute chose, je remercie notre créateur Allah, Grand et Miséricordieux, le tout puissant pour la volonté, la santé et le courage qu'il m'a donnés pour mener ce travail à terme.

Je remercie les membres de jury, chacun a son nom, d'accepter de juger mon travail. Mme **ALLICHE.Z** et Mme **HADJ KHLIFA**.

Je commence par exprimer mes profondes reconnaissances et mes vifs remerciements à mes encadreur Mme **SAFFAH.K** et Mme **HAMAD.T**, qui m'on honoré en acceptant de diriger ce travail, pour leurs encouragements, leurs conseils, leurs disponibilité et surtout pour leurs patience dans la correction de ce mémoire. Je vous exprime mes respects et mes gratitude.

Je remercie encore les membres du Laboratoire génie des procédés de l'université de Djilali Bounaama Khmis Milaina et qui ont mis à ma disposition le matérielles nécessaires pour la réalisation de ce travail tout au long la période de stage. Mes profonds respects et mes vives reconnaissances pour m'avoir fait bénéficié de votre expérience et de vos rigueurs scientifiques et professionnelles.

Enfin à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de modeste travail.

FATMA

Dédicace

Je dédie ce travail

A ma mère,

Tu m'as donné la vie, la tendresse et le courage pour réussir,
tout ce que je peux t'offrir ne pourra exprimer L'amour et la
reconnaissance que je te porte.

En témoignage, je t'offre ce modeste travail pour te remercier
pour tes sacrifices et pour l'affection dont tu m'as toujours entourée.

A mon oncle Hamdane,

A ma tante Meriem,

A tout mes proches,

A tout mes camarades de M2 génie pharmaceutique..

Fatma

ملخص:

يهدف هذا العمل لدراسة الزيوت الطيارة لبذور الشمر ودراسة الخصائص الفيزيوكيميائية للزيت المستخلص ودراسة كذلك الفعالية المضادة للأكسدة حسب النتائج المتحصل عليها نذكر ما يلي

المردود المتحصل عليه من خلال استخلاص زيت بذور الشمر يقدر ب 0.51%

التحاليل الفيزيوكيميائية أعطت النتائج التالية

(Densité relative 0.83, indice de réfraction 1.57, indice d'iode 0.012,

Indice de saponification 10.04, indice d'acide 0.94, indice d'ester 9.1)

هذه التحاليل أعطت نتائج مطابقة للمعايير الدولية كذلك الفعالية ضد الأكسدة .

الكلمات المفتاحية: بذور الشمر، زيت الأساسي، الفعالية ضد الأكسدة

Résumé :

Ce travail rentre dans le cadre de l'étude des huiles essentielles des grains de fenouil ainsi que l'étude des propriétés physicochimique d'huile essentielle extraite et de son activité antioxydant.

D'après les résultats obtenus on constate que le rendement au huile essentielle est de l'ordre de 0,50%

Les analyses physicochimiques de l'huile essentielle donne le résultat suivant :

(densité relative 0.83 ; indice de réfraction 1.57 ; indice d'iode 0.012 ; indice de saponification 10.04 ; indice d'acide 0.94 ; indice d'ester 9.1).

Les résultats des analyses physicochimiques des huiles essentielles sont conformes à la norme (AFNOR) et le pouvoir antioxydant sont très acceptable à la comparaison avec références.

Mots clés : grain de fenouil, huile essentielle, activité antioxydant.

Abstract:

This work come within framework of study essential oils seeds of fennel And study the propriety physicochemical of extract oil and its biologic activity and antioxidant. According to the results obtained we found that the yield of essential oils is 0.50%.

The physicochemical analyses of essential oils give the next résultats :

(relating density 0.83 ; réfraction subscript 1.57 ;'iode subscript 0.012 ; saponification subscript 10.04 ;acide subscript 0.94 ;ester subscript 9.1)

The results of physicochemical analyses of essential oils adapt to norm (AFNOR), the antioxidant acticity are very acceptable when we compare it with authentic samples.

Key Word :fennel, essential oil, , antioxidant activity.

Liste des figures :

Figure 1.1 : montage de l'extraction par hydrodistillation

Figure 1.2 : montage de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau.

Figure 1.3 : montage de l'extraction par hydrodiffusion.

Figure 1.4 : presse hydraulique pour la méthode d'expression à froid.

Figure 1.5 : les différents types d'extraction par solvants volatils.

Figure 1.6 : Extraction assisté par micro-ondes.

Figure 1.7 : Structure chimique de quelques mono terpènes extraits des H.E.

Figure 1.8: Structure chimique de quelques composés aromatiques extraits des H.E.

Figure 2.1: Fenouil (*Foeniculum vulgare*)

Figure 2.2 : grains de fenouil.

Figure 2.3 : Aspects morphologiques du fenouil.

Figure 2.4 : Pourcentage du transe-anéthol dans les huiles essentielles extraites de différentes parties du fenouil

Figure 3.1: Montage de l'hydrodistillation manipulé (*Clevenger*)

Figure 3.2 : Réfractomètre d'ABBE.

Figure 3.3 : pH-mètre

Figure 3.3 : Dispositif de mesure d'indice d'acide

Figure 3.4: solution de DPPH pendant l'agitation

Figure 3.5 : mesure de la masse de DPPH

Figure 3.6 : différentes solutions de DPPH

Figure 4.1 : absorbance en fonction la concentration

Figure 4.2 : Pourcentage d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des différentes concentrations.

Liste des tableaux

Tableau 2.1...Caractéristiques physico-chimiques de l'huile essentielle de *Foeniculum vulgare* Mill.

Tableau 4.1. Exemple de rendements obtenus en huile essentielle extraite des graines du fenouil dans différents pays.

Tableau 4.2: Caractéristiques organoleptiques.

Tableau 4.3 : représenté les résultats des déterminations de la propriété physique.

Tableau 4.4 : Caractéristiques physiques de H.E puisées dans la littérature

Tableau 4.5 : Propriétés chimiques de l'essence étudiée.

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale 1

Chapitre 01 : synthèse bibliographique sur les huiles essentielle

1. Introduction 3

2. Généralités sur les huiles essentielles 3

2.1. Définitions 3

2.2.1. Huile essentielle 3

2.2.2. Les plantes aromatiques 4

2.2.3. Essence 4

2.2.4. Hydrolat aromatique 4

2.3. Répartition et localisation..... 5

2.3.1. Répartition 5

2.3.2. Localisation 5

2.4. Classification des huiles essentielles 6

2.5. Activité biologique des huiles essentielles..... 6

2.6. Activité antioxydant des huiles essentielles 6

3. Les principales méthodes d'extraction 7

3.1. Extraction par hydrodistillation 7

3.2. Extraction par entraînement à la vapeur d'eau 8

3.3. Hydro-diffusion 8

3.4. Pression à froid 9

3.5. Extraction par solvants	10
3.6. Extraction par solvants non volatils (par corps gras ou Macération)	11
3.7. Extraction par micro-ondes	11
4. Composition Chimique des huiles essentielles	12
4.1. Les terpénoïdes	13
4.2. Les composés aromatiques	13
4.3. Les composés d'origines diverses	14
4.4. Les chémotypes	14
5. Propriétés physico-chimiques	14
6. Domaine d'application des huiles essentielles	15
6.1. Utilisation pour leurs propriétés odorantes	16
6.2. Utilisation pour leurs propriétés médicinales	16
6.3. En alimentation	17

Chapitre 02 : matériel végétal

1. introduction	19
2. Généralités sur le fenouil	20
2.1 Description morphologique	20
2.2 Origine et répartition géographique	20
2.3. Classification botanique :	20
2.4-Composition nutritionnelle du fenouil	21
2.5 Les bienfaits du Fenouil	22
2.6. Usage traditionnel	22
3. Utilisation des graines de fenouil	23

4. Taxonomie	23
5. Huile essentielle de fenouil	24
6. Localisation	25
7- Propriétés pharmacologiques et mécanisme d'action	25
7.1- Activités biologiques du fenouil	25-26
7.2-Données toxicologiques et effets indésirables	27
7.3. Extraction et rendement	27
8.Caractéristiques physico-chimiques	27
9.Composition chimique	28

Chapitre 03 : matériels et méthodes

3.1. Introduction	30
3.2. Matière végétale	30
3.3. Dispositif expérimentale et mode opératoire	30
3.3.1. Extraction par dispositif d'hydrodistillation	30
• Dispositif expérimental	31
• Protocole opératoire	31
3.3.2. Etude de la cinétique d'extraction	32
.3.3.4. Rendement en huile essentielle	32
3.4. Caractérisation de l'huile extraite	32
3.4.1 Caractéristiques organoleptiques	32
3.4.2 .Détermination des propriétés physico-chimiques	32
3.4.2.1 La densité relative	32
Protocole expérimental	33

3.4.2.2 Indice de réfraction	33
3.4.2.3 Potentiel d'hydrogène	34
3.4.2.4 Indice d'acide	35
.Protocole expérimentale	35
3.4.2.5. Indice d'ester (Ie.....	36
.Protocole expérimental :	36
3.4.2.6. Indice d'iode (Ii.....	37
.Protocole expérimental.....	37
3.4.3. Mécanisme d'action de DPPH	38
-préparation de la dilution éthanoïque de DPPH	39
.-Préparation des dilutions de l'huile essentielle	40

Chapitre 04 : résultats et discussions

4.1. Détermination des indices physico-chimiques de l'huile essentielle extraite	42
4.2. Caractéristiques organoleptiques	43
4.3. Détermination du pH	43
4.4. Propriétés physiques.....	44
4.5. Propriétés chimiques	44
4.6. Etude de l'activité antioxydants	45
CONCLUSION GENERALE	47
Références bibliographiques	48

Introduction générale

INTRODUCTION GENERAL

Actuellement les plantes aromatiques possèdent un atout considérable grâce à la découverte progressive des applications de leurs huiles essentielles dans les soins de santé ainsi que leur utilisation dans d'autres domaines d'intérêts économique. Leurs nombreux usages font qu'elles connaissent une demande de plus en plus forte sur les marchés mondiaux.

Il existe un grand nombre d'huiles essentielles connues dans le monde et plusieurs milliers d'entre elles ont été caractérisées. Cependant, de ce nombre, une faible proportion seulement présente un intérêt commercial. Cela s'explique par la composition chimique des huiles, les différentes utilisations possibles et leur coût de production. [1]

L'Algérie est riche en plantes aromatiques et médicinales susceptibles d'être utilisées dans différents domaines (pharmacie, parfumerie, cosmétique, agroalimentaire) pour leurs propriétés thérapeutiques et odorantes. Ces plantes aromatiques sont, donc, la source des huiles essentielles [2].

L'extraction des plantes médicinales est une pratique basée sur les avancées et les preuves scientifiques qui recherchent des extraits actifs des plantes. Les extraits actifs identifiés sont standardisés. Cette pratique conduit aux phytomédicaments et selon la réglementation en vigueur dans le pays, leur circulation est soumise à l'autorisation de mise sur le marché pour les produits finis, et à la réglementation sur les matières premières à usage pharmaceutique pour les préparations magistrales de plantes médicinales, celles-ci étant délivrées exclusivement en officine. On parle alors de pharmacognosie ou de biologie pharmaceutique.

Parmi les plantes aromatiques, figure le fenouil, dont les graines ont plusieurs utilisations (culinaire, pharmaceutique, etc.). Une recherche dans la littérature scientifique indique qu'il y a peu de rapports d'études sur les propriétés antioxydant de l'huile essentielle extraite des graines du fenouil. Dans ce contexte, cette étude a été menée pour évaluer les activités antioxydant, de l'huile essentielle extraites des graines du fenouil en vue de la proposer comme conservateur dans l'industrie agroalimentaire.[3]

Notre objectif dans ce travail est de faire l'extraction des huiles essentielles *des grains de fenouil* et en suite faire les analyses physicochimiques et le pouvoir antioxydant

Introduction général

Le travail présenté est composé de quatre chapitres :

CHAPITRE I : Généralités sur les huiles essentielles

CHAPITRE II : espèce étudié

CHAPITRE III : Matérielles et méthodes

CHAPITRE IV : résultat et discussion

En fin une Conclusion générale.

Chapitre 1 :
synthèse bibliographique
sur les huiles essentielle

1.Introduction:

Dès la plus haute antiquité (5000 ans au mois), les huiles essentielles sont reconnues pour leurs puissantes propriétés thérapeutiques et utilisées en Chine, en Inde, au Moyen Orient, Egypte, en Grèce, en Amérique latine (aztèques, Mayas, Incas) et en Afrique [4]

Contrairement à ce que pourrait laisser croire leur appellation, les huiles essentielles ne contiennent aucun corps gras, donc pas d'huile à proprement parler [5]

Parmi les espèces végétales (800 000 à 1 500 000 selon les botanistes) 10 % seulement sont dites « aromatiques », c'est-à-dire qu'elles synthétisent et sécrètent d'infimes quantités d'essence aromatique par l'intermédiaire de poils, poches ou canaux sécréteurs. Les genres capables d'élaborer les constituants des huiles essentielles sont répartis dans un nombre de familles limité ; Myrtacée, Lauracée, Rutacée, Lamiacée, Astéracée, Cupressacée, Placée, Zingiberacée etPiperacée[6]

2. Généralités sur les huiles essentielles :

2.1. Définitions :

2.2.1. Huile essentielle :

Plusieurs définitions d'une huile essentielle sont disponibles.Les huiles essentielles sont des extraits végétaux volatiles et odorants appeléségalement substances organiques aromatiques liquides, qu'on trouve naturellement dansdiverses parties des arbres, des plantes et des épices, elles sont volatiles et sensibles à l'effet de la chaleur. [7]

Selon la 8emeéditions de la pharmacopée française (1965), les huiles essentielles (essences= huiles volatiles) sont des produits de composition généralement assez complexe renfermant les principes volatils contenus dans les végétaux et plus ou moins modifiés au cours de lapréparation. [8]

La norme AFNOR T75-006 (février 1998) définit l'huile essentielle comme un produit Obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par desprocédés mécaniques à partir de l'épicarpe des citrus, soit par distillation sèche. [8]

Ces huiles sont connues sous différents noms :Essences végétales, essences aromatiques, huiles volatiles ou parfums. [9]

Donc le terme «huile» provient du fait que les volatiles contenus dans le végétal sont

visqueux et hydrophobes, elles ont la propriété de se solubiliser dans les huiles végétales et minérales, les graisses, les alcools et l'éther.

La dénomination «Essentielles» reflète le caractère principal des plantes qui dégagent des odeurs agréables. [10]

Les huiles essentielles sont des substances huileuses, volatiles et odorantes qui sont sécrétées par les plantes aromatiques.

2.2.2. Les plantes aromatiques :

Les plantes aromatiques sont, par définition, des plantes dont les tissus sécrètent suffisamment d'essence pour que celle-ci puisse être extraite.

Elles contiennent les molécules aromatiques ou odorantes dans un ou plusieurs de ses organes producteur : feuille, fleurs, fruits, graines, écorces, racines ... Toute plante à odeur n'est pas toujours une plante aromatique : le tilleul est un arbre odorant mais il n'existe pas d'huile essentielle de tilleul. [11]

2.2.3. Essence :

L'huile essentielle est donc l'essence distillée .C'est le résultat de la distillation à la vapeur d'eau des plantes ou arbres aromatiques pour en extraire l'essence.

Une essence et une huile essentielle sont deux substance différentes tant en nature qu'en composition, notamment en raison des modifications biochimiques que subit l'essence au cours de sa distillation.

Toutefois dans l'usage courant le terme «essence» est souvent utilisé pour parler d'une huile essentielle.

L'essence c'est la substance aromatique naturelle que sécrète la plante dans ses organes producteurs. Pour être exacte, on parle d'essence de citron et non d'huile essentielle de citron, car elle n'a pas été distillée. [11]

2.2.4. Hydrolat aromatique :

L'hydrolat est l'eau distillée que l'on sépare de l'huile essentielle à la sortie de l'alambic.

Elle est plus ou moins aromatisée selon les plantes distillées car elle se charge de molécules aromatiques au cours de la distillation. Les hydrolats contiennent sous forme naturellement dissoute certains composés aromatiques des huiles essentielles (moins de 5%).

Chapitre1 : synthèse bibliographique sur les huiles essentielle

On trouve beaucoup les acides dans les hydrolats car ils sont hydrosolubles. Ce sont des composés très actifs et efficaces même à l'état de traces (anti-inflammatoire).

[11]

2.3. Répartition et localisation

Les huiles essentielles peuvent être stockées dans tous les organes végétaux : les fleurs, les feuilles, les écorces, les fruits, les bois, les racines, et les rhizomes.

Dans le cas le plus simple, les huiles essentielles se forment dans le cytosol des cellules ou, soit elles se rassemblent en gouttelettes comme la plupart des substances lipophiles, soit elles s'accumulent dans les vacuoles des cellules épidermiques ou des cellules du mésophyle de nombreux pétales. D'autres structures histologiques spécialisées souvent localisées sur ou à proximité de la surface de la plante sont impliquées dans l'accumulation des huiles volatiles. Ces structures regroupent les poils et canaux sécrétrices et les poches sécrétrices [12]

2.3.1. Répartition :

Les huiles essentielles sont largement répandues dans le règne végétal et surtout chez les végétaux supérieurs, il y aurait 17500 espèces aromatiques.

Les familles botaniques capables d'élaborer les constituants qui composent les huiles essentielles sont réparties dans un nombre limité de familles, ex: Myrtacée (Girofle), Lauracée (laurier), Rutacée (citron), Lamiacée (Menthe), Apiacée (Coriandre), Zingibéracée (Gingembre). etc. [13]

Les huiles essentielles peuvent être stockées dans tous les organes de la plante, par exemple : dans les sommités fleuries (menthe, lavande) les feuilles (eucalyptus, laurier) les rhizomes (gingembre) les fruits (agrumes, badiane, anis), les racines (vétiver), les graines (muscades), bien que cela soit moins habituel dans des écorces (cannelier) [7]

2.3.2. Localisation :

Elles sont élaborées par des glandes sécrétrices qui se trouvent sur presque toutes les parties de la plante.

Elles sont sécrétées au sein du cytoplasme de certaines cellules ou elles se rassemblent sous formes de petites gouttelettes comme la plupart des substances lipophiles. [10]

Chapitre1 : synthèse bibliographique sur les huiles essentielles

La synthèse et l'accumulation des huiles essentielles sont généralement associées à la présence des structures histologiques spécialisés, souvent localisés sur ou à proximité de la surface de la plante qui sont : cellules à huiles essentielles de Lauracées, les poils sécréteurs des Lamiacées, poches sécrétrices des Myrtacées, des Rutacées, et les Lamiacées, et les canaux sécréteurs qui existent dans de nombreuses familles.

Il est intéressant de remarquer que les organes d'une même espèce peuvent renfermer des huiles essentielles de composition différente selon la localisation dans la plante. [9]

2.4. Classification des huiles essentielles :

Selon le pouvoir spécifique sur les germes microbiens, et grâce à l'indice aromatique obtenu par des chromatogrammes, les huiles essentielles sont classées en groupe :

- Les huiles majeures.
- Les huiles médiums.
- Les huiles terrains. [14]

2.5. Activité biologique des huiles essentielles

Les plantes aromatiques possèdent plusieurs activités biologiques, parmi lesquelles on peut citer les activités fongicide, insecticide, herbicide, bactéricide, ...etc.

Les huiles essentielles sont connues pour être douées de propriétés antiseptiques et antimicrobiennes. Beaucoup d'entre elles, ont des propriétés antitoxiques, antivenimeuses, antivirales, anti-oxydantes, et antiparasitaires. Plus récemment, on leur reconnaît également des propriétés anticancéreuses [15]

L'activité biologique d'une huile essentielle est à mettre en relation avec sa composition chimique et les possibles effets synergiques entre ses composants. Sa valeur tient à l'intégralité de ses constituants et non seulement à ses composés majoritaires.

2.6. Activité antioxydant des huiles essentielles

Les cellules et tissus humains peuvent être soumis à une grande variété d'agressions physiques (traumatisme, irradiation, hyper ou hypothermique), chimiques (acidose, toxines) et métaboliques (Exposition à des xénobiotiques, privation d'un

facteur hormonal ou facteur de croissance). La plupart de ces agressions débouchent sur une expression commune appelée stress oxydant, due à l'exagération d'un phénomène physiologique, normalement très contrôlé, la production de radicaux dérivés de l'oxygène [16]

3. Les principales méthodes d'extraction:

Différentes méthodes sont mises en œuvre pour l'extraction des essences végétales, cette diversité est due à la variété des matières et à la sensibilité considérable de leurs certains constituants. Le choix de méthode la mieux adaptée se fait en fonction de la nature de la matière végétale à traiter, des caractéristiques physico-chimiques de l'essence à extraire et de l'usage de l'extrait.

3.1. Extraction par hydrodistillation :

Il s'agit de la méthode la plus simple et de ce faite-là plus anciennement utilisée. Le matériel végétal est immergé directement dans un alambic rempli d'eau placé sur une source de chaleur. Le tout est ensuite porté à ébullition. Les vapeurs hétérogènes sont condensées dans un réfrigérant et l'huile essentielle se sépare de l'hydrolat par simple différence de densité. L'huile essentielle étant plus légère que l'eau (sauf quelques rares exceptions), elle surnage au-dessus de l'hydrolat. [17]

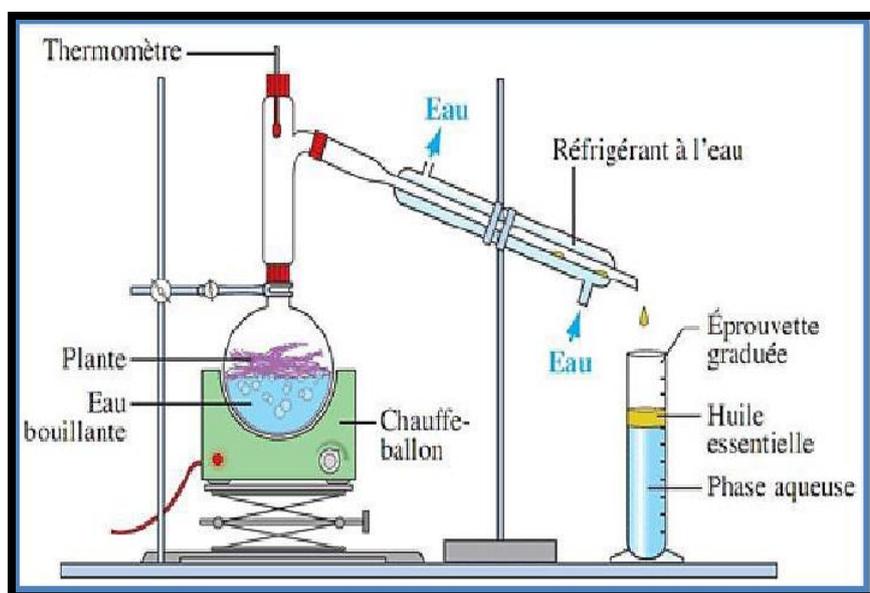


Figure 1.1 : montage d'extraction par Hydrodistillation.

3.2. Extraction par entraînement à la vapeur d'eau :

A la différence de l'hydrodistillation, cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter. De la vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au-dessus d'une grille.

La vapeur endommage la structure des cellules végétales et libère ainsi les molécules volatiles pour former un mélange « eau + huile essentielle ».

Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique " l'huile essentielle". L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile [18]

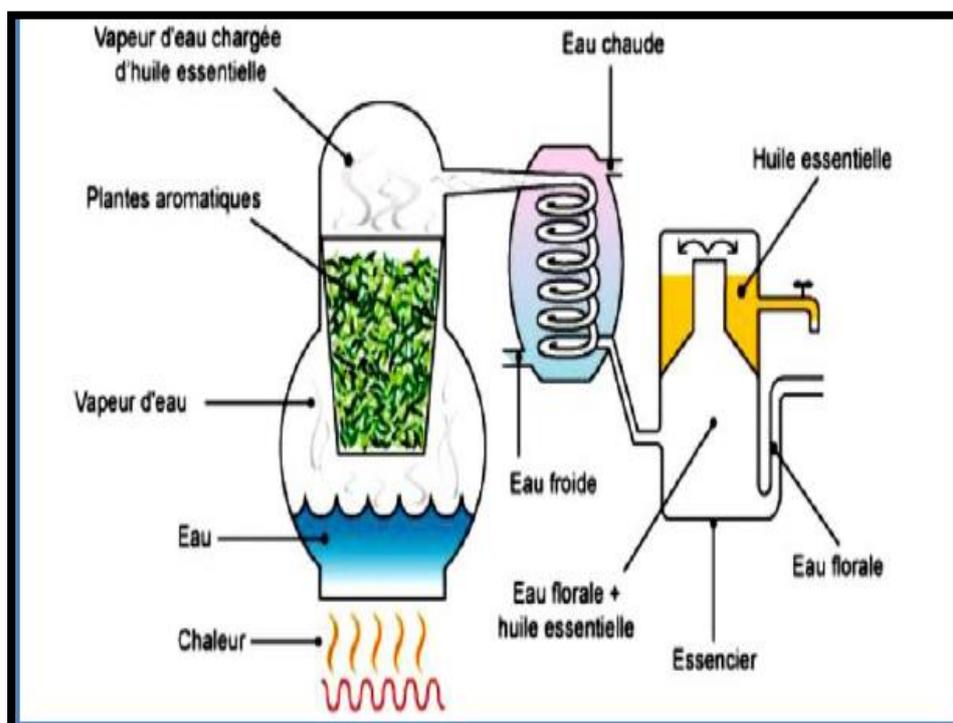


Figure 1.2 : montage d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau.

3.3. Hydro-diffusion :

Elle consiste à pulvériser de la vapeur d'eau à travers la masse végétale, du haut vers le bas. Ainsi le flux de vapeur traversant la biomasse végétale est descendant contrairement aux techniques classiques de distillation dont le flux de vapeur est ascendant. L'avantage de cette technique est traduit par l'amélioration qualitative et quantitative de l'huile récoltée, l'économie de temps, de vapeur et d'énergie. [19]

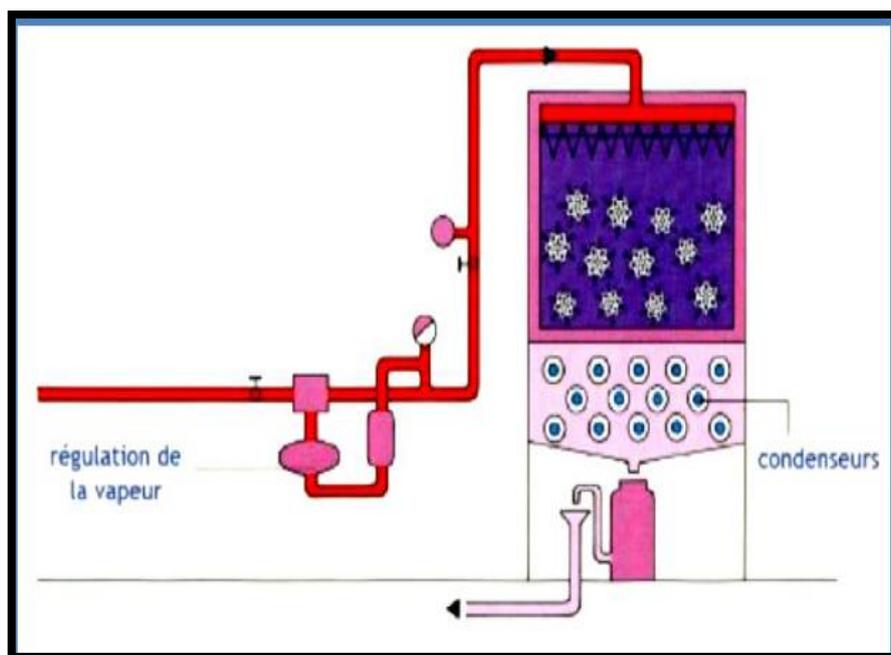


Figure 1.3 : montage d'extraction par hydrodiffusion

3.4. Pression à froid :

Cette technique sans chauffage est réservée à l'extraction des zestes des agrumes. Le principe est mécanique. Il est fondé sur la rupture des péricarpes, réservoirs d'essences olfactives, en passant les agrumes sur des récipients dont les parois sont recouvertes de pics en métal. L'essence est libérée par un courant d'eau, puis décantée. La présence de l'eau peut entraîner des phénomènes d'hydrolyse, de contamination par des pesticides résiduels ou des micro-organismes. Une nouvelle technique physique basée sur l'ouverture des sacs oléifères par éclatement sous l'effet soit d'une dépression, soit par abrasion de l'écorce fraîche, éliminerait l'eau et diminuerait les effets d'oxydation des composés de ces essences. [20]



Figure 1.4 : presse hydraulique pour la méthode d'expression à froid

3.5. Extraction par solvants :

La technique d'extraction par solvant, consiste à placer dans un extracteur un solvant volatil et la matière végétale à traiter. Grâce à des lavages successifs, le solvant va se charger en molécules aromatiques, avant d'être envoyé au concentrateur pour y être distillé à pression atmosphérique. Le produit ainsi obtenu est appelé « concrète ». Cette concrète pourra être par la suite brassée avec de l'alcool absolu, filtrée et glacée pour en extraire les cires végétales. Après une dernière concentration, on obtient une« Absolue ». Cette technique d'extraction a été récemment combinée aux micro-ondes et aux ultra-sons.[21]

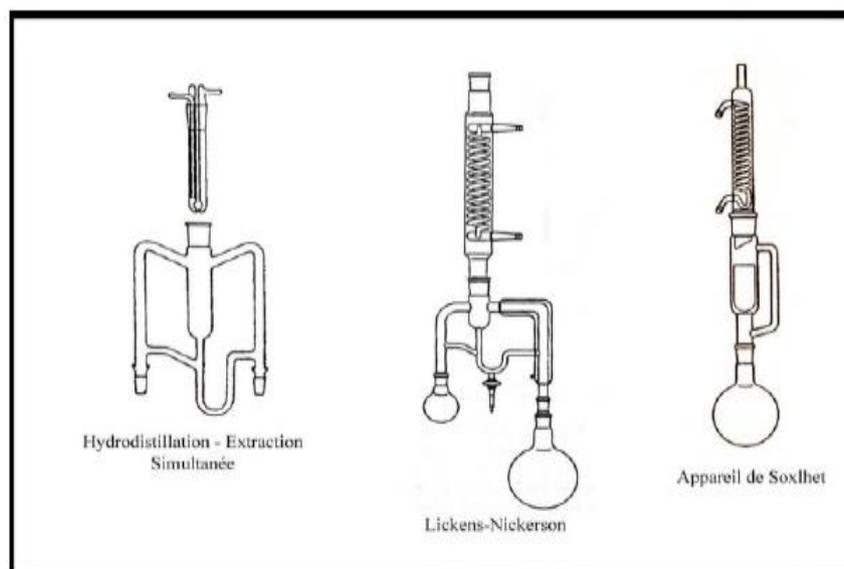


Figure 1.5 : les différents types d'extraction par solvants volatils.

3.6. Extraction par solvants non volatils (par corps gras ou Macération) :

La macération est un procédé d'extraction des huiles essentielles à partir des organes végétaux particulièrement fragiles dont les fleurs, ne supportant pas un chauffage trop élevé, comme par exemple le jasmin, la violette et la rose.

Le principe de ce procédé est l'épuisement de la matière végétale par les corps gras et se base sur l'affinité des essences vis-à-vis de ce corps gras (ils ont la possibilité d'absorber et de retenir les essences).

Deux méthodes sont employées :

- macération à froid ou enfleurage ;
- macération à chaud ou digestion [22]

3.7. Extraction par micro-ondes :

Le procédé d'extraction par micro-ondes appelée Solvant Free Microwaves Extraction consiste à extraire l'huile essentielle à l'aide d'un rayonnement micro-ondes d'énergie constante et d'une séquence de mise sous vide.

L'extraction sans solvant assistée par micro-ondes a été conçue pour des applications en laboratoire pour l'extraction d'huiles essentielles de plantes aromatiques.

Cette technologie est une combinaison de chauffage micro-ondes et d'une distillation à la pression atmosphérique. Basée sur un principe relativement simple, cette méthode consiste à placer le matériel végétal dans un réacteur micro-ondes, sans ajout de solvant organique ou d'eau.

Le chauffage de l'eau contenue dans la plante, permet la rupture des glandes renfermant l'huile essentielle. Cette étape libère l'huile essentielle qui est ensuite entraînée par la vapeur d'eau produite par le végétal.

Un système de refroidissement à l'extérieur du four micro-ondes permet la condensation du distillat, composé d'eau et d'huile essentielle, par la suite facilement séparable par simple décantation. D'un point de vue qualitatif et quantitatif, ce procédé semble être plus compétitif et économique que les méthodes classiques telles que l'hydrodistillation ou l'entraînement à la vapeur. [23]

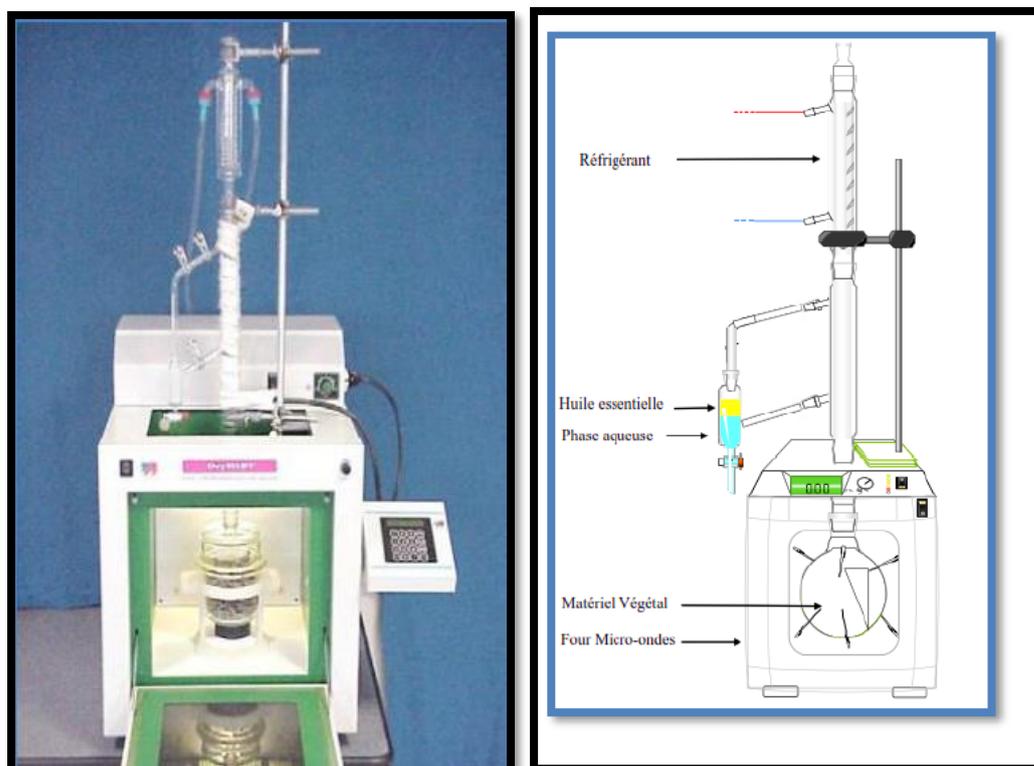


Figure 1.6 : Extraction assistée par micro-ondes.

4. Composition Chimique des huiles essentielles :

L'étude de la composition chimique des huiles essentielles révèle qu'il s'agit de mélanges complexes et variables de constituants appartenant exclusivement à deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques distinctes : Les terpénoïdes et les composés aromatiques dérivés du phénylpropanes. [24]

4.1. Les terpénoïdes :

Le terme terpène rappelle la toute première extraction de ce type de composé dans l'essence de térébenthine.

Dans le cas des huiles essentielles, seuls les terpènes les plus volatils, c'est à dire, ceux dont la masse moléculaire n'est pas élevée sont observés. Ils répondent dans la plupart des cas à la formule générale $(C_5H_8)_n$. Suivant les valeurs de n , on a les hémiterpènes ($n=1$), les mono terpènes ($n=2$), les sesquiterpènes ($n=3$), les triterpènes ($n=6$), les tétra terpènes ($n=8$) et les poly terpènes. Les constituants des huiles essentielles sont très variés. On y trouve en plus des terpènes, des hydrocarbures, des esters, des lactones, des aldéhydes, des alcools, des acides, des cétones, des phénols, des oxydes et autres composés. [24]

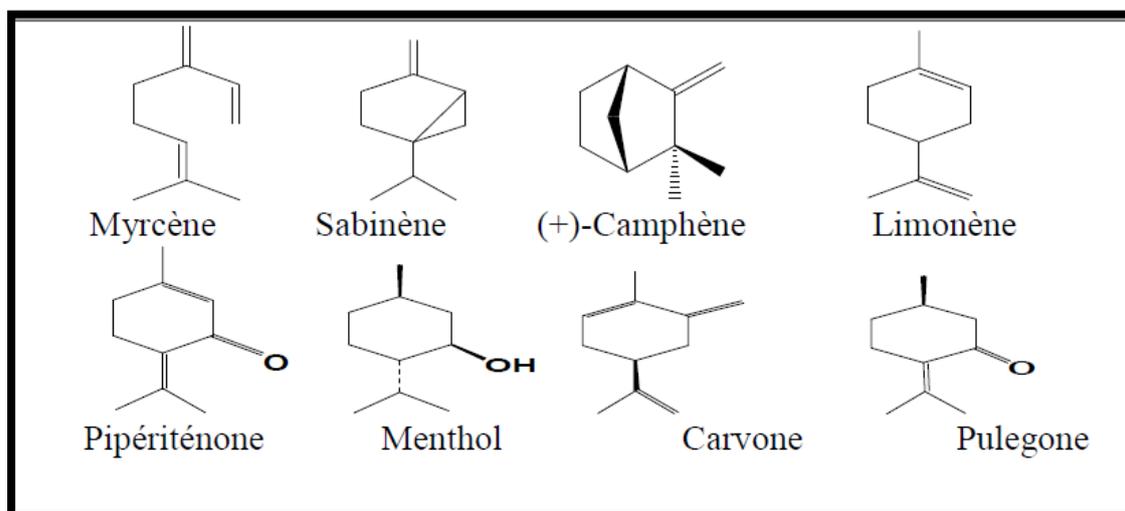


Figure 1.7 : Structure chimique de quelques mono terpènes extraits des H.E.

4.2. Les composés aromatiques :

Contrairement aux dérivés terpéniques, les composés aromatiques sont moins fréquents dans les huiles essentielles. Très souvent, il s'agit d'allyle et de propénylphénol.

Ces composés aromatiques constituent un ensemble important car ils sont généralement responsables des caractères organoleptiques des huiles essentielles. Nous pouvons citer en exemple l'eugénol qui est responsable de l'odeur du clou de girofle. [24].

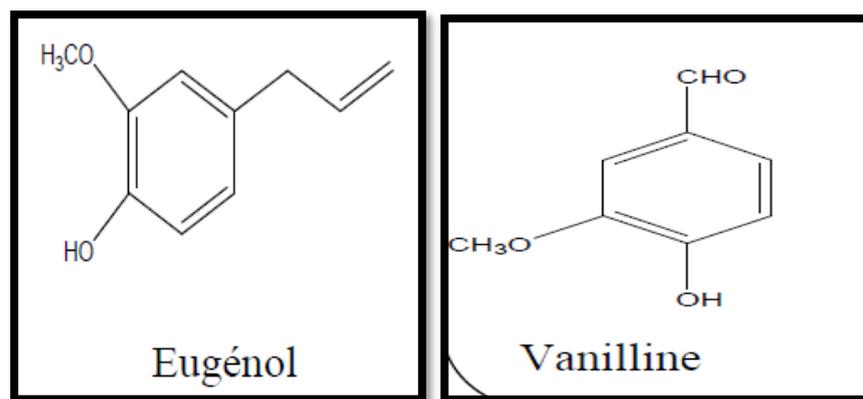


Figure1.8:Structure chimique de quelques composés aromatiques extraits des H.E.

4.3. Les composés d'origines diverses :

Compte tenu de leur mode d'extraction, les huiles essentielles peuvent renfermer divers composés aliphatiques, généralement de faible masse moléculaire, entraînés lors de l'hydro distillation. Ces produits peuvent être azotés ou soufrés. [24]

4.4. Les chémotypes :

La connaissance des chémotypes d'une huile essentielle et leur comportement est fondamentale car elle permet d'envisager l'activité pharmacologique, de prévoir aussi la pharmacocinétique et la biodisponibilité.

Pour une même espèce botanique, la composition chimique de l'huile essentielle n'est pas immuable. Les huiles essentielles sont élaborées par les plantes aromatiques au sein des cellules sécrétrices.

Leur élaboration est totalement tributaire du rayonnement solaire en l'absence duquel le rendement en produits aromatiques et leur nature sont affectés.

En sa présence, et tout particulièrement en fonction de la présence de tel ou tel rayonnement, les types de composants pourront varier considérablement au sein d'une même espèce. [25]

5. Propriétés physico-chimiques :

D'une manière générale, les propriétés et caractéristiques d'une huile essentielle sont : Les différents indices, pouvoir rotatoire, viscosité, densité, solubilité dans l'alcool, point d'ébullition et congélation.

Plusieurs autres se sont intéressés aux caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles et qui se présentent comme suit :

Chapitre1 : synthèse bibliographique sur les huiles essentielles

Elles sont généralement à l'état homogène liquide à température ambiante sauf quelques-unes qui se présentent sous l'état solide (anis, fenouil, menthe de japon...)

Elles contiennent des substances volatiles dans le végétal ce qui les différencie des huiles « Fixes ».

Toutes les huiles volatiles sont acres, très inflammables, et très odorantes.

Elles sont très rarement colorées, (sauf quelques exceptions) mais prennent peu à peu une coloration bleu clair (camomille, patchouli), cette coloration est due à la présence de chamazulène (Carbure quiterpénique qui est l'azulène).

Du fait de leur nature huileuse, ces produits sont très peu solubles dans l'eau, mais solubles dans les solvants organiques apolaires usuels, les huiles grasses, et dans les alcools à titre élevé et éther.

La plupart des huiles sont légères, leur densité est en général inférieure à celle de l'eau.

Quantitativement, les teneurs en huiles essentielles sont faibles parfois très faibles elle est de l'ordre de 0,1% à 1%, ceci explique le coût élevé de l'HE, à l'exception de quelques unes comme par exemple le clou de girofle qui renferme plus de 15% d'essence.

Leur indice de réfraction et leur pouvoir rotatoire sont généralement élevés, et la plupart deviennent à la lumière polarisés, et sont plus souvent optiquement actives car elles contiennent des molécules asymétriques.

Elles sont très sensibles à l'oxydation et ont également tendance à se polymériser pour former des produits résineux.

Les huiles essentielles sont extrêmement volatiles et perdent rapidement leurs propriétés lorsqu'elles sont exposées au soleil, à la lumière, ou à la chaleur.

Elles absorbent de grande quantité d'oxygène à l'air en se résinifiant, en même temps leur odeur se modifie, leur point d'ébullition augmente et leur solubilité diminue.

Elles doivent être conservées dans des flacons en verre coloré bien fermés, à l'abri de l'air, de la lumière pour une meilleure protection [8,13,26]

6. Domaine d'application des huiles essentielles :

Les huiles essentielles sont, principalement, utilisées en raison de leurs propriétés odorantes d'une part, et de leurs propriétés médicinales [27]

6.1. Utilisation pour leurs propriétés odorantes :

Les huiles essentielles sont employées dans le secteur de la cosmétique, notamment pour la fabrication des parfums ; dans les composites parfumant les détergents et des produits de parfumerie fonctionnelle ; mais aussi dans le domaine alimentaire.

Dans le secteur de la parfumerie fonctionnelle, les huiles essentielles sont sélectionnées pour renforcer l'impression de propreté ; de même, dans le domaine alimentaire, les huiles essentielles ont pour objectif de développer les arômes, le plus souvent dans des plats préparés [27].

6.2. Utilisation pour leurs propriétés médicinales :

Il faut distinguer phytothérapie et aromathérapie : la phytothérapie est la médecine par les plantes, utilisés en partie ou en totalité, sous différentes formes (teintures mères, extraits fluides ou secs, poudres, infusions, décoctions, ...) ; l'aromathérapie n'utilise que les principes actifs d'une partie de la plante, où ils sont extrêmement concentrés.

Ces deux types de médecines sont complémentaires. Les huiles essentielles sont employées en aromathérapie pour les cas aigus, alors que la phytothérapie est plus adaptée aux cas chroniques [27].

Il n'existe pas de réglementation spécifique aux HE en ce qui concerne leur utilisation dans les médicaments.

Les spécialités pharmaceutiques à base d'HE répondent à la définition du médicament à base de plantes : « Les médicaments à base de plantes sont des médicaments dont les principes actifs sont exclusivement des drogues végétales et/ou des préparations à base de drogue(s) végétale(s) ».

Par conséquent les médicaments à base d'HE doivent être conformes à la réglementation régissant ces médicaments. En particulier, s'ils satisfont aux critères définis par l'ordonnance n° 2007-613 du 26 avril 2007, ils doivent faire l'objet d'un enregistrement de médicament traditionnel à base de plantes [28]

6.3. En alimentation :

Les huiles essentielles jouent un rôle capital dans l'aromatisation des aliments. En effet, elles donnent la saveur aux condiments (poivre, gingembre) et aux aromatisants (menthe, anis, orange, thym, laurier).

A faible dose, certaines substances ont un effet favorable sur la digestion, ce qui explique leur utilisation en liqueuristerie (essence d'anis ou de badiane).

Les huiles essentielles entrent donc, pour leurs diverses propriétés, dans la composition des arômes employés de manière fréquente aujourd'hui dans tous les produits alimentaires comme les plats cuisinés ou prêts à l'emploi[29].

Chapitre2

Matériel végétale

1. introduction :

Le fenouil est une plante aromatique biennale native de la région méditerranéenne. C'est une herbe avec une grande histoire d'utilisations médicinale et culinaire [30].

Il était bien connu des anciens et a été cultivé par les Romains antiques pour ses raines aromatiques [31].

Le nom de *Foeniculuma* été donné à cette plante par les Romains et est dérivé du mot latin *foenum*, c'est-à-dire herbe [32]. En Algérie, il est communément appelé « bésbés ».

Toutes les parties de la plante sont aromatiques et peuvent être utilisées de plusieurs façons ; le fenouil est un ingrédient indispensable dans la cuisine moderne de certain pays comme la France et l'Italie, il est utilisé comme aromatisant dans les produits de boulangerie, les plats de viande et de poisson, les glaces, les boissons alcoolisées en raison de son odeur caractéristique d'anis.

Dans la médecine traditionnelle, les graines de fenouil ont été utilisées dans différents remèdes. Cette plante a montré également des propriétés antispasmodique, antiseptique, carminative et antiulcéreux [33].



Figure 2.1: Fenouil (*Foeniculum vulgare*)

2 Généralités sur le fenouil :

2.1 Description morphologique :

Le fenouil (*Foeniculum vulgare* mill) est une herbe aromatique semblable dans l'aspect à l'aneth bisannuelle ou éternelle. [34]

Les tiges sont droites, jaunâtre-vertes pâles, sillonnées et embranchées et s'élève jusqu'à 2m de longueur [35].

Les feuilles s'élèvent jusqu'à 40cm de longueur ; elles sont finement disséquées, avec des segments finaux filiformes, environ 0.5mm de largeur [35].

Les fleurs sont produites dans les ombelles, composés terminaux de 5-15cm de largeur, chaque section d'une ombelle contient 20-50 fleurs jaunes claires minuscules sur des courts pédicules [36].

Les graines de fenouil varient infiniment en longueur, largeur, goût et d'autres caractères. En général, ils ont une forme presque cylindrique avec une base arrondie et un sommet plus étroit couronnés avec un grand stylopode. Elles sont généralement de 3 à 12mm de longueur et de 3 à 4mm de largeur [35] avec une odeur forte et douce et sont vert bleu d'abord, puis, elles se transforment en brun verdâtre quand ils ont mûris [34].

2.2 Origine et répartition géographique :

Foeniculum vulgare mill, est une plante originaire de l'est du bassin méditerranéen, Il est distribué en Europe Centrale et la région méditerranéenne [37].

Il est largement cultivé dans toutes les régions tempérées et tropicales du monde, et est employé comme épice culinaire [38]

Le fenouil est également trouvé aujourd'hui en Iran, Inde, Indonésie, Pakistan, Japon et en Chine. Il est cultivé à large échelle en Egypte, Inde, Chine et en Australie.

En Europe, il est cultivé en France, Allemagne, Hongrie et en Pologne [39].

2.3 Classification botanique :

Le Fenouil sauvage peut pousser jusqu'à 2 m 50 de hauteur. C'est une plante vivace dont la tige est rameuse, ronde et dressée. Les tiges les plus vieilles sont creuses.

Les Feuilles sont constituées de trois à quatre folioles réparties en lanières filiformes. Les fleurs jaunes se présentent en ombelles qui font jusqu'à 15 cm de diamètre et comportent une quinzaine de rayons de longueurs inégales [40].

Foeniculum vulgare Mill. (Syn. *Anethum foeniculum* L., *Anethum foeniculum* L. et

Foeniculum officinale) appartient à la famille des Apiaceae (ou Umbellifères), cette dernière est considérée comme l'une des familles les plus riches en huiles essentielles [41]

Le genre *Foeniculum* est très polymorphe et est représenté seulement par cette espèce qui se divise en deux sous-espèces ssp. *piperitum* et ssp. *vulgare* [42]

Foeniculum vulgare Mill. subsp. *vulgare* est formée de trois variétés :

- var. *vulgare* (fenouil amer, commun, sauvage ou médicinal),
- var. *dulce* (fenouil doux) : Le Fenouil (*Foeniculum dulce* D.C) est une plante annuelle, originaire de la Syrie et appartenant à la famille botanique des ombellifères. La partie consommée est le pétiole foliaire renflé à la base (bulbe). Le légume est riche en vitamine C, en fibres, en sucres et arômes. le fenouil doux développe des graines très aromatiques et légèrement sucrées.
- et var. *azoricum* (fenouil bulbeux) [41] : Le fruit de cette variété mesure plus de 10cm et pèse jusqu'à 400g, formé par les feuilles basales qui ont grandi les unes avec les autres.

Le fenouil commun pousse également à l'état sauvage. On n'utilise en général que les graines de cette variété [43]

2.2.5 Composition nutritionnelle du fenouil :

Les principaux éléments nutritifs qui entrent dans la composition des graines de fenouil présentent une grande variabilité ; ils sont mentionnés au tableau 6. Les valeurs nutritives de la tige, des feuilles, des inflorescences et des pousses de fenouil sont également étudiées. La teneur en cendres varie de 1,62 dans les tiges à 3,43% dans les feuilles, la teneur en protéines est de 1,08% dans les tiges et 1,37% dans les inflorescences tandis que la teneur totale en sucres varie de 1,29 dans les feuilles à 6,57% dans les pousses, les inflorescences et les tiges présentent les teneurs les plus élevées en carbohydrates (22,81 et 21,91% respectivement), ce contenu est le plus bas dans les feuilles (18,44%)[44].

Les graines de fenouil se composent de 10 à 14,41% d'huile végétale, l'acide pétrosélinique est l'acide gras majeur (70-80%) dans cette huile, d'autres acides gras sont également identifiés tels que l'acide linoléique, l'acide palmitique et l'acide oléique. D'autre part, les teneurs en stérol et en tocophérol révèlent que les graines de fenouil contiennent 66 mg / 100 g de phytostérols: le stigmastérol, le β -sitostérol et le campestérol sont les principaux composants ; alors que la teneur totale en vitamine E est d'environ 20,1 mg / 100 g, le tocophérol prédominant est le γ -tocotriénol avec

18,2 mg / 100 g. En ce qui concerne les parties aériennes, les feuilles et les pousses présentent la plus haute teneur en tocophérol avec 55,68 et 34,54 µg / g de MS, α-Tocophérol montre la concentration la plus élevée dans toutes les parties aériennes du fenouil [45].

2.2 Les bienfaits du Fenouil :

C'est une source de vitamine C. ses feuilles renferment d'avantage de substances anti oxydantes.

Une étude réalisée chez l'animal a démontré que la consommation d'un extrait de fenouil diminuerait la tension artérielle systolique [46].

Cet extrait semblerait augmenter l'excrétion d'eau, de sodium et de potassium chez les animaux.

D'autres études effectuées encore chez l'animal ont démontré que certains composés du fenouil aiderait à prévenir certains types de cancers entre autre celui du colon [47] et ce grâce a ses effets antioxydants [48]. Le Fenouil aurait un pouvoir Antioxydant semblable à d'autres fines herbes telles que les feuilles de laurier, le Romarin, le basilic, le thym et l'origan [49].

Une récente étude a montré que les pousses de fenouil contiennent une capacité antioxydante supérieure à celle de ses feuilles [50]. Par ailleurs la concentration en poly acétylènes (composés bioactifs) est mineure comparativement à celle du persil et du céleri [51].

2.3 Usage traditionnel :

Le fenouil constitue un remède fort ancien contre les douleurs abdominales.

En décoction ou en poudre, les graines sont utilisées dans le traitement des embarras gastroduodénaux, de l'asthme, ainsi que comme apéritif.

Le fenouil est une plante très utilisée. C'est une des quatre semences chaudes des anciens, répertoriée ainsi à cause de son importante action carminative et eupeptique. On l'utilise donc dans l'aérophagie, le ballonnement, la digestion difficile, la nausée, les maux d'estomac.

Les fruits amers et les feuilles servent comme expectorants dans des tisanes ou des sirops antitussifs [52].

3 .Utilisation des graines de fenouil :

Les graines sèches de fenouil ont un goût aromatique et sont utilisées pour l'assaisonnement des potages et des sauces [53].

Ils sont utilisés aussi pour assaisonner des boissons alcoolisées, pain, poisson, salade, fromage et pour la fabrication des conserves au vinaigre.

Le fenouil est utilisé comme carminatif [54], stimulant l'appétit, stomachique et diurétique [55].

Les propriétés analgésique, anti-diarrhéique, antispasmodique, antipyrétique et anti-inflammatoire ont été également rapportées par plusieurs auteurs [56].



Figure2.2 : grains de fenouil

2.4.Taxonomie

Règne : Plantes

Embranchement : Spermaphytes

Classe : Dicotyledones

Ordre : Apiales

Famille : Apiaceae

Genre : Fenouil

Espèce : foeniculum vulgair Mill.



Figure 2.3 : Aspects morphologiques du fenouil

Huile essentielle de fenouil :

Les huiles essentielles peuvent être extraites du fenouil par différentes méthodes, y compris l'hydrodistillation, la distillation à vapeur, l'extraction par solvants classiques, l'extraction par fluide supercritique et la micro extraction en phase solide. Cependant, les méthodes de distillation, l'origine du fenouil et les parties (racines, tige, pousses, fleurs et fruits) sont des facteurs qui influent significativement le rendement et la composition chimique des huiles. En général, le contenu de l'huile essentielle est de 3 à 6% dans les graines, de 0,62 à 0,92% dans les boutons floraux et de 0,18 à 0,3% dans les tiges et les feuilles.

L'huile essentielle est responsable de l'odeur d'anis qui en fait du fenouil un agent aromatisant dans les aliments et les boissons.

Plus de 87 composés volatils ont été identifiés dans l'huile de fenouil, le trans-anéthole est le composant principal (figure 2.4) Le fanchon , l'estragole et le limonène se retrouvent également dans les huiles essentielles de fenouil à fortes concentrations [57].

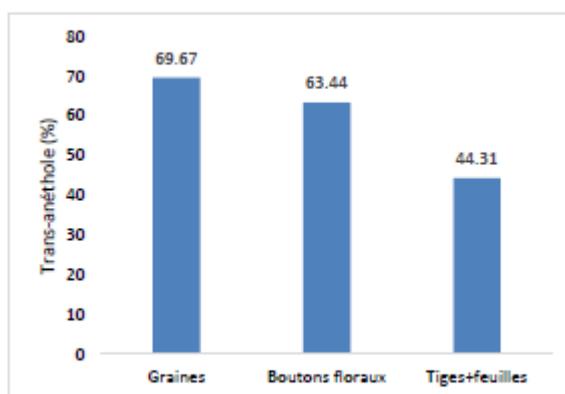


Figure 2.4 : Pourcentage du trans-anéthole dans les huiles essentielles extraites de différentes parties du fenouil [57]

4. Localisation :

Les huiles essentielles de fenouil sont principalement concentrées dans les méricarpes des graines [58].

Elles sont produites dans le cytoplasme des cellules sécrétrices et s'accumulent en général dans des cellules glandulaires spécialisées, situées en surface de la cellule et recouvertes d'une cuticule. Ensuite, elles sont stockées dans des canaux sécréteurs [59] et sont présentes sous forme de vésicules minuscules localisées entre les cellules, où elles agissent en tant qu'hormones, régulateurs et catalyseurs dans le métabolisme végétal [60].

2.3.3 Propriétés pharmacologiques et mécanisme d'action :

Parmi les différents effets de l'huile essentielle de fenouil, on cite :

- Effet bronchodilatateur et bronchospasmodique
- Effet mucolytique, secretolytique dû essentiellement à l'anethol
- Le fenouil agit comme expectorant, anti-inflammatoire, carminatif, diurétique et Antispasmodique [61].

2.3.4 Activités biologiques du fenouil :

Les extraits de fenouil sont considérés comme une riche source en composés phénoliques tels que les flavonoïdes, les acides phénoliques, les coumarines et les tannins; l'acide rosmarinique et l'acide chlorogénique sont les principaux composés phénoliques présents dans les extraits méthanoliques de graines de fenouil alors que la quercétine et l'apigénine sont les principaux flavonoïdes. Les teneurs en phénol et en

flavonoïdes dans les extraits méthanoliques des graines de *F. vulgare* sont respectivement de 1017,29 mg EAG / 100g MS et de 695,52 mg EQ / 100g MS. En outre, les extraits méthanoliques des parties aériennes du fenouil ont été étudiés pour leurs contenus en phénols et en flavonoïdes, les résultats montrent une forte teneur en phénol dans les tiges, les plantules, les feuilles et les inflorescences, mais les flavonoïdes ne sont détectés que dans les plantules[61].

Les extraits huileux, aqueux, méthanoïques, éthanoïques et cétoniques de graines de fenouil ont été étudiés pour leur activité antioxydant en utilisant plusieurs méthodes telles que l'activité du piégeage du radical DPPH, le pouvoir réducteur du fer, le pouvoir réducteur du radical- cation ABTS.

Les extraits de fenouil ont montré une capacité antioxydante élevée et dose-dépendante par rapport aux antioxydants standards tels que le BHA, le BHT et l'alpha-tocophérol ; 100 mg d'éthanol et d'extrait aqueux présentent 99,1% et 77,5% de peroxydation d'acide linoléique, cette capacité est plus élevée que celle de l'alpha-tocophérol (36,1%) avec la même dose.

L'huile essentielle des graines du fenouil a montré une activité antioxydant plus forte en comparaison avec les extraits aqueux et éthanoïques, une telle activité antioxydante est due à la teneur élevée en poly phénols et flavonoïdes tels que l'acide 3-caffeoylquinique, l'acide 4-caffeoylquinique, l'acide 1,5-O-dicaffeoylquinique, l'acide rosmarinique, l'eriodictyol-7-rutinoside, le quercétine-3-O-galactoside, le kaempférol-3-O-rutinoside et le kaempférol- O-glucoside [62].

Plusieurs études de l'activité antibactérienne de *F. vulgare* sont rapportées dans la littérature. L'extrait de la tige du fenouil montre une forte inhibition du *Bacillus subtilis*, *Aspergillus niger* et *Cladosporium cladosporioides* avec des valeurs du CMI de 25, 250 et 125 µg/mL respectivement.

De plus, une activité inhibitrice élevée est présentée par l'huile essentielle de fenouil: les valeurs de CMI et de CMB sont de 1 et 2% contre *Escherichia coli*, et de 2 et 4% contre *Staphylococcus aureus*, respectivement.

De même, l'huile essentielle de *F. vulgare* présente une forte activité antifongique à une dose de 6 µl. L'extrait aqueux des graines de fenouil montre une activité antifongique significative contre certaines souches de champignons par rapport à la griséofulvine (un fongicide de référence)[63].

2.3.5 Données toxicologiques et effets indésirables :

Comme toute substance chimique, l'huile essentielle de fenouil présente des effets indésirables :

La substance incriminée toxique est l'anéthol. L'essence de fenouil, riche en anéthol, est douée d'une toxicité indiscutable, engendrant une excitation générale, des hallucinations, des convulsions, et des désordres digestifs et cardiaques.[64]

5 Extraction et rendement :

Les huiles essentielles des graines sèches et mûres de fenouil sont obtenues par hydrodistillation [37] et par entraînement à la vapeur [65].

L'huile essentielle obtenue par cette dernière méthode est référée en tant que « huile de fenouil », utilisée dans les pays occidentaux pour l'assaisonnement [66].

Selon le matériel, la variété, l'origine, le lieu de production et d'autres facteurs extrinsèques et intrinsèques, le rendement en huile essentielle des graines de fenouil varie de 2,5 à 6 % avec une moyenne de 3,5 % [38.43] .

6- Caractéristiques physico-chimiques :

Le tableau récapitule les principales caractéristiques physico-chimiques de l'huile essentielle des graines de *Foeniculum vulgare* Mill.

	Caractère
Aspect	Liquide mobile, limpide ; Couleur jaune pale ; Odeur aromatique anisée, épicée, l'égerment camphrée ;
Densité d	0.889 à 0.921
Indice de réfraction	1.484 à 1.508
Pouvoir rotatoire	+ 20

Tableau 2.1.Caractéristiques physico-chimiques de l'huile essentielle de *Foeniculum vulgare*Mill.

7. Composition chimique :

Les proportions des constituants de l'huile essentielle des graines de fenouil dépendent des facteurs extrinsèque et intrinsèque comme : les conditions climatiques et environnementales, la saison de collecte, l'étape de la maturation des fruits, les données génétiques, etc. D'après plusieurs auteurs [67], quel que soit la variété de fenouil, les principaux constituants de l'huile essentielle des gaines de fenouil sont : le *Trans*-anéthol, le Fenchon, l'Estragole et le Limonène. Le *trans*-anéthol compte pour le goût d'anis, l'estragole fournit la douceur, alors que le Fenchon donne le goût amer [56]

Le fenchon est un liquide sans couleur possédant une odeur et un goût piquants et camphrés, ce serait le constituant responsable des propriétés biologiques, par conséquent seulement les variétés de fenouil contenant une bonne proportion de fenchon conviennent pour exploiter leurs activités biologiques [68].

Chapitre 03

Matériels et méthodes

3.1. Introduction

Les plantes médicinales représentent une source inépuisables de remèdes traditionnels et efficace grâce à leur différents principes actifs notamment les huiles essentielles.

En effet, dans ce chapitre on va présenter les différentes étapes de préparation de notre matière végétale investiguée *Foeniculumvulgare* Mill, la méthodologie adoptée pour l'extraction et les méthodes de caractérisation de l'huile extraite ainsi que la description synoptique du dispositif opératoire et les méthodes d'analyses utilisées dans notre étude seront également présentées.

3.2. Matière végétale :

La plante utilisée pour l'extraction de l'huile est appelée grains de fenouil

3.3. Dispositif expérimentale et mode opératoire

3.3.1.Extraction par dispositif d'hydrodistillation

L'hydrodistillation consiste à immerger la matière première dans un bain d'eau. L'ensemble est porté à ébullition et l'opération est généralement conduite à pression atmosphérique. Les composés volatils et semi-volatils sont entraînés par la vapeur d'eau, qui est ensuite condensée. Le schéma suivant représente le dispositif d'hydrodistillation que nous avons utilisé pour extraire les H.Es étudiées.



Figure 3.1: Montage d'hydrodistillation manipulé (*Clvenger*)

• Protocole opératoire :

Le principe de la technique d'hydrodistillation se base sur le pouvoir que possède la vapeur d'eau à transporter les huiles essentielles. L'opération consiste à introduire une masse végétale (100g) dans un ballon en verre (1L), on y ajoute une quantité suffisante d'eau de robinet sans pour autant remplir le ballon pour éviter les débordements de l'ébullition et le phénomène de stagnation. En suite le mélange est porté à l'ébullition à l'aide d'une chauffe ballon. Avec un réglage du chauffage pour permettre une stabilité de l'extraction.

Les vapeurs chargées d'huile essentielle passent à travers le tube vertical (colonne de Rectification) puis dans la colonne de refroidissement où aura lieu la condensation, le distillat (H+E) est récupéré dans une ampoule à décanter pour la séparation du mélange par différence de densité. Le temps d'extraction est mesuré à partir de la chute de la première goutte dans l'ampoule.

3.3.4. Rendement en huile essentielle :

Le rendement en HE est défini comme étant le rapport entre la masse de l'huile essentielle obtenue après l'extraction et la masse de la matière végétale sèche utilisée.

[69]

Le rendement est exprimé en pourcentage, et il est donné par la formule suivante :

$$RHE = (MHE/MS) * 100 \quad \text{III.1}$$

Où :

R : Rendement en HE (% m/m)

MHE : Masse d'HE récupérée exprimé en (g) ;

MS : La quantité de la matière végétale sèche utilisée pour l'extraction exprimée en (g).

3.4. Caractérisation de l'huile extraite**3.4.1 Caractéristiques organoleptiques :**

Chaque huile essentielle est caractérisée par ses propres caractères organoleptiques tels que : l'odeur, l'aspect et la couleur qui sont décrites par la norme [AFNOR (1989)] [69].

.L'odeur :

L'odeur est un sens chimique très sensible et l'habileté des parfumeurs à classer et caractériser des substances chimiques parvient à doser les produits naturels et leur perception peut aller jusqu'à dix millièmes de grammes par litre d'air [70].

. La couleur :

La coloration d'une huile essentielle dépend des produits qui la constituent [70].

. L'aspect physique :

L'aspect d'une essence végétale change selon les produits qui la constituent, cette essence peut apparaître sous forme solide, liquide, ou semi-solide [70].

3.4.2. Détermination des propriétés physico-chimiques**3.4.2.1 La densité relative :**

La densité de l'H.E est déterminée par le rapport entre la masse d'un certain volume de l'essence et la masse du même volume d'eau distillée pris à la même température.

Protocole expérimental : [70]

La détermination de la densité des essences de la plante étudiée est réalisée à l'aide d'une seringue ha miltonienne d'une capacité de 1mL au lieu du pycnomètre. Le volume prélevé est de 0,20 ml pour l'huile et pour l'eau.

Expression des résultats

La densité de de l'huile a été calculée à partir de la relation suivante :

$$d_{20} = (m_1 - m_0) / (m - m_0) \quad \text{III.2}$$

Dans laquelle :

m_1 : Masse en g de la seringue contenant 0,20 ml d'essence.

m_0 : Masse en g de la seringue vide.

M : Masse en g de la seringue contenant 0,20 ml d'eau

3.4.2.2 Indice de réfraction :**-Principe : [71]**

L'indice de réfraction relie le sinus de l'angle d'incidence à celui de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'HE maintenue à une température constante. La valeur affichée correspond à celle de l'indice de réfraction, noté IR .

L'indice de réfraction d'une matière, est un nombre qui caractérise le pouvoir qu'a cette matière, à ralentir et à dévier la lumière. Plus la lumière est ralentie, plus la matière a un indice de réfraction élevé.

Les mesures sont effectuées à l'aide d'un réfractomètre d'ABBE.

-Mode opératoire : [70]

Régler le réfractomètre en mesurant l'indice de réfraction de l'eau distillée qui doit être de 1,333 à 20°C. Ouvrir le prisme secondaire et déposer 2 ou 3 gouttes de l'échantillon liquide sur la partie centrale du prisme principal. Fermer ensuite doucement le prisme secondaire. L'échantillon s'étale entre le prisme principal et le prisme secondaire en un film mince. Attendre que la température soit stable et effectuer la mesure.



Figure 3.2 : Réfractomètre d'ABBE.

-Expression des résultats :

Une formule empirique permet d'évaluer l'indice de réfraction d'un liquide à 20°C quand on l'a mesuré à une température légèrement différente :

$$I_{20} = I_{\theta} + 0.00045 * (\theta - 20^{\circ}\text{C}) \quad \text{III.3}$$

Où :

I_{20} : Indice de réfraction à 20°C.

I_{θ} : indice de réfraction à la température de mesure.

θ : Température de mesure.

0,00045 : Constante de variation de l'indice d'acide quand la température varie de 1°C.

3.4.2.3 Potentiel d'hydrogène :**-Principe :**

La détermination du pH est effectuée par mesure de la différence de potentiel entre 2 électrodes judicieusement choisies plongeant dans la solution à examiner ; l'une de celles-ci est une électrode sensible aux ions hydrogène (le plus souvent, une électrode de verre) et l'autre une électrode de comparaison (par exemple, une électrode au calomel saturée).

-Mode opératoire : [72]

Avant de commencer on va étalonner le pH mètre puis on prend 3ml d'huile essentielle de basilic, et on le met dans un flacon ensuite on va plonger la cellule de mesure de pH mètre dans cette huile et en fin on va lire la valeur de ce pH.

-Expression des résultats :

La valeur de pH est affichée directement sur le pH mètre



Figure 3.3 : pH-mètre

3.4.2.4 Indice d'acide :

C'est le nombre de milligramme de KOH nécessaire à la neutralisation des acides Libres contenus dans 1g d'huile essentielle. Les acides libres sont neutralisés par une Solution d'éthanol titrée de KOH, c'est-à-dire la mesure d'indice acide est réalisée Partirage (figure 3.3).

1g d'huile essentielle est introduit dans un erlenmeyer de 25ml ; on ajoute 5ml d'éthanol à 96° neutralisé et 3 gouttes de l'indicateur coloré phénophtaléine. Puis on neutralise la solution obtenue avec l'hydroxyde de potassium à 0,1N.

-Protocole expérimental : [70]

1g d'H.E, 5mL d'éthanol à 96% et environ 5 gouttes d'indicateur coloré (phénophtaléine) sont mis dans un erlenmeyer. Ensuite, on titre par une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium (KOH) 0,1N jusqu'à ce que la solution vire au rose.

-Expression des résultats :

L'indice d'acide I_a est déterminé par la formule suivante :

V : Volume en ml de la solution de KOH utilisé pour le titrage.

C : Concentration en mol /L de la solution de KOH.

m : Masse en g de la prise d'essai.



Figure 3.3 : Dispositif de mesure d'indice d'acide

A la fin on prend le volume exact de KOH consommé pour le calcul de l'indice d'acide par la relation suivante :

$$I_a = v \cdot c \frac{56.11}{m} \quad \text{III.4}$$

I_a : Indice d'acide.

V: Volume d'hydroxyde de potassium en (ml).

m: Masse de l'huile essentielle en (g).

3.4.2.5. Indice d'ester (I_e)

-Principe :

Cette détermination consiste en l'hydrolyse par chauffage des esters présents dans l'HE, dans des conditions définies, en présence d'une solution éthanolique titrée de KOH, et au dosage en retour de l'excès d'alcali par une solution titrée d'acide chlorhydrique (HCl).

-Remarque :

Il est important de maintenir les réactifs à la température spécifiée de 20°C, notamment la solution éthanolique de KOH, étant donné que le volume des échantillons varie considérablement en fonction de la température

-Protocole expérimental : [70]

On introduit dans un ballon de 100 ml, 1g d'H.E et 25mL d'une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium (KOH) 0,5 M à l'aide d'une burette, ainsi que quelques pierres ponce.

L'ensemble est porté au reflux pendant 1h. Après refroidissement de la solution, on ajoute 20 ml d'eau distillée et 5 gouttes de phénolphthaléine.

L'excès de KOH est titré avec une solution d'acide chlorhydrique (HCl) 0,5N jusqu'à la disparition de la couleur rose.

Une opération à blanc est réalisée dans les mêmes conditions que précédemment.

- Expression des résultats :

L'indice d'ester (I_e) est calculé à l'aide de la relation suivante :

$$i_e = \frac{28.05}{m} (v_0 - v_1) - i_a \quad \text{III.5}$$

V_0 : Volume en ml de la solution d'HCl (0,1N) mesuré pour l'essai à blanc.

V_1 : Volume en ml de la solution d'HCl (0,1N) mesuré pour le calcul de I_e .

m : Masse en g de la prise d'essai.

I_a : Valeur d'indice d'acide.

L'indice de saponification (I_s) est déterminé à partir de I_e et I_a : on fait la somme entre les deux indices pour obtenir cet indice

3.4.2.6. Indice d'iode (I_i)**Protocole expérimental :**

1g d'H.E, 20mL de tétrachlorure de carbone (CCl_4) et 25mL d'une solution d'iode (1N) sont mis dans un erlenmeyer.

Ensuite, le mélange est laissé à l'abri de la lumière pendant 2h. Au terme de cette durée, 20 ml d'une solution d'iodure de potassium (KI) à 50% et 20mL d'eau distillée sont ajoutés.

L'excès d'iode est titré par une solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0,1 N, en présence d'empois d'amidon.

Dans les mêmes conditions que précédemment, un essai à blanc est réalisé.

-Expression des résultats :

L'indice d'iode est calculé selon la relation ci-dessous :

$$i_i = N_t \frac{(v_0 - v_1)}{m} \quad \text{III.6}$$

Dans laquelle :

N_T : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium.

V_0 : Volume en mL de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisée pour l'essai à blanc.

V_1 : Volume en mL de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisée pour la détermination de I_i .

m : Masse en g de la prise d'essai

3.4.3 .L'activité antioxydant :

Actuellement une grande diversité des méthodes analytiques est disponible pour la détermination de la capacité antioxydant. Dans notre étude, l'activité antioxydante des huiles essentielles est évaluée par la méthode de test de la réduction du radical libre du DPPH.

-Principe :

Le 2,2-diphényl-2-picryl-hydrazyle est un radical libre stable violet en solution, il présente une absorbance caractéristique dans un intervalle compris entre 512 et 517 nm. IC_{50} Ou concentration inhibitrice de 50% (aussi appelée EC_{50} pour Efficient concentration 50), est la concentration de l'échantillon testé nécessaire pour réduire 50% de radical DPPH°.

Ce radical libre possède une coloration violette foncée. Lorsqu'il est réduit par un antioxydant (composé à propriété antiradicalaire) en diphényle picryl hydrazine, sa coloration devient jaune pâle. Le virage vers cette coloration et l'intensité de la décoloration de la forme libre en solution dépend de la nature, de la concentration et de la puissance de la substance antiradicalaire.

On peut résumer la réaction sous la forme de l'équation:



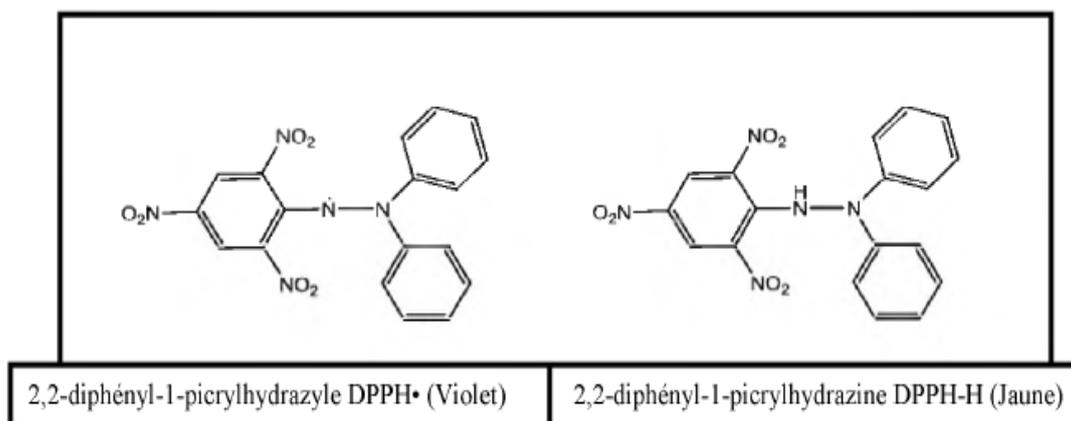


Figure3.4 :Forme libre et réduite du DPPH.

-préparation de la dilution éthanoïque de DPPH :

Le DPPH 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl ($C_{18}H_{12}N_5O_6$, M : 394,33), Solubiliser 2 mg de DPPH dans 100 ml d'éthanol et laisser a une température ambiante pendant 1heures.

-Préparation des dilutions de l'huile essentielle :

-Peser 100 mg de l'huile essentielle des grains de fenouil par une balance analytique (précision 0.0001g).

-Introduire ces 100 mg dans un tube a essai (1) contenant 10 ml d'éthanol ($100 \cdot 10^2 \mu\text{g/ml}$).

-Introduire 7.5 ml du tube (1) dans un tube (2) contient 2.5 ml d'éthanol avec une concentration $75 \cdot 10^2 \mu\text{g/ml}$.

-Introduire 6.6 ml du tube (2) dans un tube (3) contenant 3.4 ml d'éthanol avec une concentration de $50 \cdot 10^2 \mu\text{g/ml}$.

-Introduire 5 ml du tube (3) dans un tube (4) contenant 5 ml d'éthanol avec une concentration de $25 \cdot 10^2 \mu\text{g/ml}$

Après la préparation des dilutions, les tube sans placés a l'obscurité pour éviter la dégradation de radical libre à température ambiante pendant 30 min .

-Expression des résultats :

L'activité antioxydant, qui exprime les capacités de piéger le radical libre.

Les résultats peuvent être exprimés en tant qu'activité anti-radicalaire ou par l'inhibition des radicaux libres en pourcentage (I %) en utilisant la formule suivante :

$$I(\%) = \{(\text{Abs contrôle} - \text{AbS échantillon})/\text{Abs controle}\} * 100 \quad \text{III.8}$$

Soit..

I (%) : Pourcentage d'inhibition en % ;

Abs échantillon : Absorbance du test effectué ;

Abs contrôle : solution a blanc.

Calcul de IC50 : [73]

Les *IC50* sont calculées graphiquement par les régressions linéaires des graphes tracés pourcentages d'inhibition en fonction de différentes concentrations des fractions testées.

Chapitre 4

Résultat et discussion

4.1. Détermination des indices physico-chimiques de l'huile essentielle extraite

Les huiles essentielles sont caractérisées par leurs propriétés physiques (densité, pouvoir rotatoire, indice de réfraction, miscibilité dans l'alcool,...) ainsi que par leurs propriétés chimiques (indice d'acide, d'ester et d'iode) permettant d'évaluer la nature des composés organiques (acide, ester, alcène) présents dans l'essence.

Les résultats de calcul des rendements obtenus lors de nos extractions par hydrodistillation, durant trois (3) heures est de 0.5%. Il est très faible par rapport aux rendements cités dans la littérature (**tableau 4.1**)

En générale, le rendement en huile essentielle des graines du fenouil varie de 2,5 à 6% avec une moyenne de 3,5 % [59]

Tableau 4.1. Exemple de rendements obtenus en huile essentielle extraite des graines du fenouil dans différents pays.

Origine	Algérie	Pakistan	Brasille	Turquie	Inde
Méthode d'extraction	Entrainement à la vapeur	Hydro distillation	Hydro distillation	Hydro distillation	Hydro distillation
Rendement	2.7%	3.8 %	2.4%	6.01%	1.2%
Référence	Lazouniet <i>al.</i> (2007)	Gulfrazet <i>al.</i> (2008)	Moura <i>et al.</i> (2003)	Ozcan & Chalchat (2004)	Singh <i>et al.</i> (2006)

Le résultat de calcul des rendements obtenu lors de l'extraction de l'HE des graines sèche par hydrodistillation durant (3 heures) est 0.51 %

Dans notre étude on a un rendement de 0.51%. Ce résultat est pas très proche des résultats obtenus par la littérature, cette différence de rendement entre la théorie et la pratique est due à divers facteurs et principalement le choix de la période de récolte car elle est primordiale en termes de rendement, l'interaction avec l'environnement (la nature du sol ou climat), l'organe de la plante utilisé, la période de séchage, l'origine de la plante, la méthode et le matériel employé pour l'extraction,... etc.

Ce sont des facteurs entre autres qui peuvent avoir un impact direct sur le rendement en huiles essentielles

4.2. Caractéristiques organoleptiques :

Les propriétés organoleptiques (l'aspect, la couleur et l'odeur) de l'huile essentielle de fenouil sont regroupées dans le tableau.

Caractéristiques organoleptiques	Aspect	Odeur	Couleur
Graines de fenouil	Liquide huileux	Anisée	Limpide

Tableau 4.2: Caractéristiques organoleptiques

4.4. Propriétés physiques :

Les résultats de la détermination des propriétés physiques de grain de fenouil obtenues par hydro distillation sont consignés dans le tableau suivant :

Densité relative	Indice de réfraction	Miscibilité à l'éthanol	PH
0.83	1.57	6V	6.32

Tableau 4.3 : représenté les résultats des déterminations des propriétés physiques

Nous avons rassemblé les constantes physiques d'essence de fenouil retrouvées dans la littérature dans le (tableau 4.4) afin de les comparer avec ceux de nos résultats expérimentaux.

Densité relative	Indice de réfraction	Miscibilité à l'éthanol
0,960-0,970[70] 0,900 à 0,920[71]	1,528 à 1,539 [70]	5V/ROH à 90°

Tableau 4.4 : Caractéristiques physiques de H.E puisées dans la littérature

En étudiant la littérature nous avons été amenés à faire les remarques suivantes : Les valeurs de l'indice de réfraction, la miscibilité et la densité sont plus ou moins du même ordre de grandeur que ceux retrouvés dans la littérature.

4.5. Propriétés chimiques :

Nous avons de même regroupé les propriétés chimiques de H.E de fenouil évaluée expérimentalement dans le tableau.

Indice d'acide	Indice d'ester	Indice de saponification	Indice d'iode
0,94	9.1	10,04	0.012

Tableau 4.5: Propriétés chimiques de l'essence étudiée

L'indice d'acide indique le comportement et la quantité des acides libres présents dans notre huile. Il peut aussi nous renseigner sur la susceptibilité de l'huile à subir des altérations, notamment l'oxydation.

D'après nos résultats, l'huile essentielle de fenouil présente un indice d'acide du même ordre de grandeur que ceux retrouvés dans la littérature[72]

L'indice d'iode est lié à l'état d'insaturation des chaînes carbonées dans notre H.Es. L'indice d'iode de l'H.E de fenouil accuse une valeur très faible.

4.6. Etude de l'activité antioxydants :

Les résultats obtenus par notre échantillons et lors de test de mesure le pourcentage d'inhibition du radical DPPH sont représentés dans le tableau 4.6 :

Concentration en $\mu\text{g/ml}$	25	50	75	100
Abs	0.604	0.706	0.850	0.931
I%	0.30	0.52	0.64	0.70

Tableau 4.6 : absorbance et le pourcentage d'inhibition

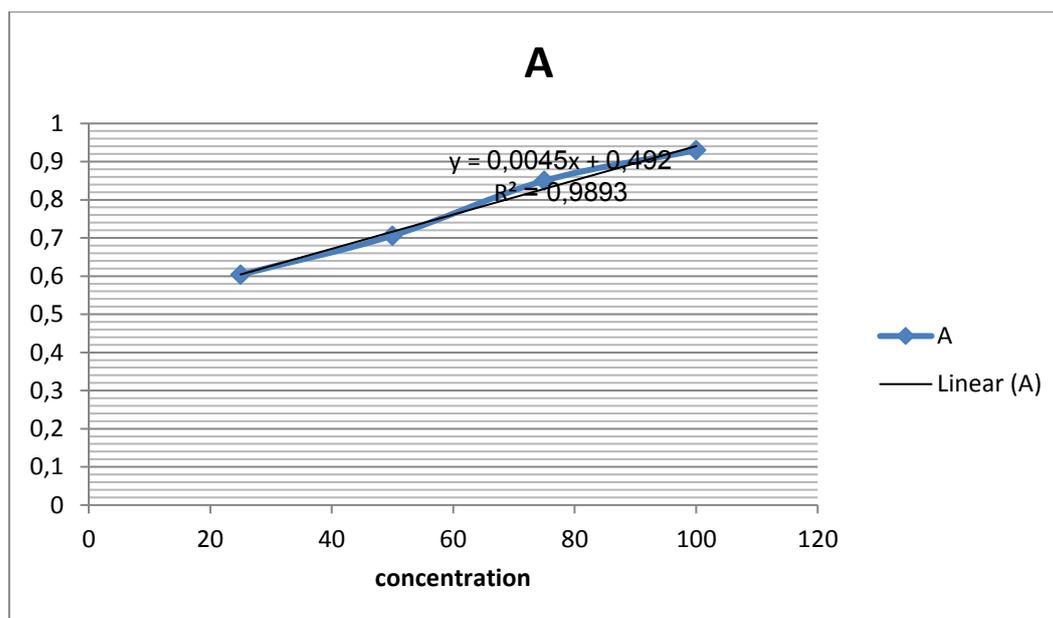


Figure 4.1: absorbance on fonction des différentes concentrations.

L'absorbance du DPPH mesuré à 517 nm montre une augmentation dans tous l'intervalle de concentration mentionné ;d'après le graphe on a un coefficient de détermination $R^2=0.98$.cette valeur confirme que le pouvoir anti oxydante de notre huile élevé .

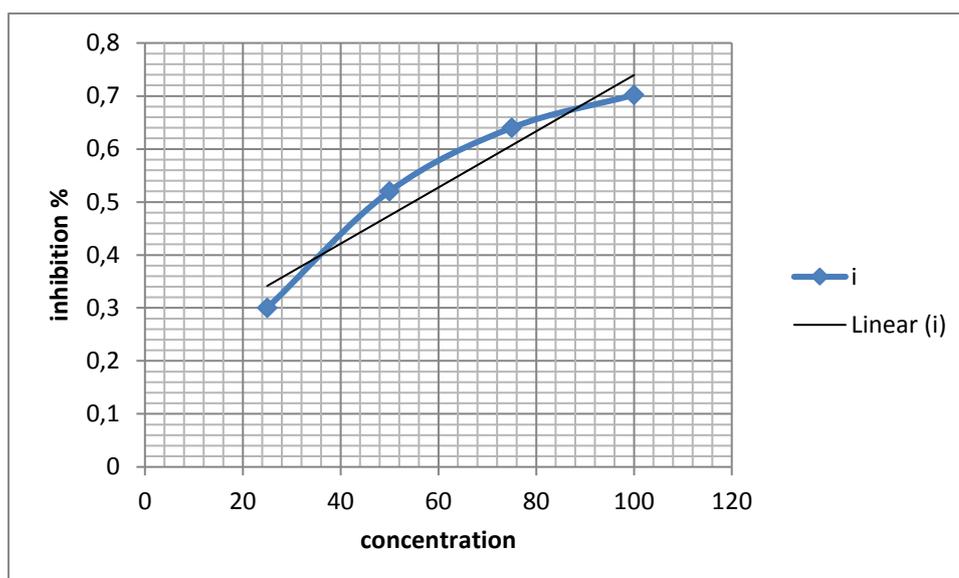


Figure 4.2 : Pourcentage d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des différentes concentrations.

A partir de la figure 4.1, l'huile essentielle de grain de fenouil présente un pourcentage d'inhibition important qui varie entre 30 % et 70% dans une gamme de concentration de 25 à 100 $\mu\text{g/ml}$.

Comparativement à l'étude menée par Il-Suk Kim et al en 2011[47] qui ont démontré que l'activité anti-radicalaire d'extrait de fenouil à une concentration de 1mg/ml présente juste 10,48%. En comparant avec ce dernier, les résultats obtenus lors de cette étude, il est clairement démontré que la capacité d'inhibition de notre huile est plus élevée.

• Détermination d'IC₅₀ :

IC₅₀ Est inversement lié à la capacité antioxydant d'un composé, car il exprime la quantité d'antioxydant requise pour diminuer la concentration du radical libre de 50%. Plus la valeur d'IC₅₀ est basse

L'huile essentielle du persil pouvait ramener le radical libre stable 2,2 diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH) au diphenylpicrylhydrazine jaune-coloré avec un IC₅₀ de

$47 \times 10^2 \mu\text{g/ml}$ Ces résultats montrent que nos extraits possèdent une puissante activité à céder le proton pour neutraliser le radical DPPH, donc une bonne activité antioxydant.

Conclusion général

Conclusion général

D'après le travail effectué sur la plante médicinale, les graines de fenouil restent parmi les plus intéressantes.

L'idée directrice de notre étude consiste à extraire l'huile essentielle des graines de fenouil, à déterminer ses propriétés physico-chimiques, et l'activité anti oxydante.

L'hydrodistillation, méthode de choix pour l'extraction des huiles essentielle dans des conditions de température de 100 °C et de pression atmosphérique, Le rendement dans notre étude est de 0.5%.

La détermination des propriétés physico-chimiques (densité relative, indice de réfraction, indice d'iode, de saponification, indice d'acide, indice d'ester,) de l'essence recueillie nous a conduits à des valeurs conformes aux normes.

Les résultats sont les suivants on ordre : (0.83 ; 1.57 ; 0.012 ; 10.04 ;0.94 ;9.1)

Les résultats de l'évaluation de l'activité anti-oxydante de l'HE des graines de fenouil par la méthode de radical libre DPPH montre que notre extrait possède un pouvoir antioxydant.

Perspectives

Ces résultats préliminaires peuvent être complétés par d'autres études plus approfondies

- L'extraction des HEs à partir des autres parties de la plante.
- L'étude de leurs activités antibactérienne.
- l'analyse par chromatographique en phase Gazeuse couplée au spectroscopie de masse (GC/MS)

Le rendement en HE obtenue est très intéressant sur le plan économique pour d'éventuelle utilisation commerciale, cette opportunité ouvert la voie vers la mise en valeur de la plante et ces dérivés dans le développement économique durable et dans la création de la richesse renouvelable dans notre pays

Référence bibliographique

Référence bibliographique

- [1]: Madaoui Kh, Medjadji N, "Contribution à l'effet antioxydant de deux plantes médicinales locales", Thèse de master, Faculté des sciences, Université de Hassiba Ben Bouali-Chlef, 2014.
- [2]: MASON T.J. et CINTAS P., 2002: Sonochemistry, Chapitre 16, pp: 372 - 396 In CLARK J. et MACQUARRIE D.,: Handbook of Green Chemistry and Technology. Editon Blackwell Science Ltd. 540 p. 2002
- [3]: Noun A, " Etude de l'extraction et de l'activité antioxydante de l'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis L.* de la région d'Ain Defla ", Thèse de master, Faculté des Sciences et de la technologie, Université de khemis miliana, 2014.
- [4] : Metchat S, "Etude des caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles extraites à partir des graines de *Petroselinium sativum* et de *Apium graveleons*", Thèse de Master, Faculté des sciences, Université Hassiba Ben Bouali-CHlef, 2012.
- [5] : Pierre V, "Huiles essentielles, leur vertus bienfaitantes", Edition presses du châtelet, Paris, 2009
- [6] : L.FEKIH. Propriétés chimique et biologiques des huiles essentielles de trois espèce du genre pinus poussant en Algérie . Thèse de Doctorat. UNIVERSITE ABOU BEKR BELKAID – TLEMCEN p2-6), 2014
- [7] : Yahyaoui N. Extraction, analyse et évaluation de l'effet insecticide des huiles essentielles de Menthe Spicata L sur *Rhyzoperlhu dominicu* (F .) (Coleoptera, Bostrychidae) et *Triboium confusm* (Duv.) (Coleoptera, Tenebrionidae).Thèse de Magister en sciences agronomiques, option Ecologie, INA, El-Harrach, 2005
- [8] : BRUNETON J, Pharmacognosie « Phytochimie Plantes » médicinales 3 eme éd, Tec et Doc, - pp 484-540.) Paris 1999
- [9] : BELKOU H, BEYLOUD F.et TALEB BAHMED Z, Approche de la composition biochimique de la menthe vert (menthe spicata L) dans la région de Ouargla, Mémoire DES, univ Ouargla .. pp 2,61), 2005
- [10] : BOUAMER A .BELLAGHIT M.et MOLLAY AMERA. Etude comparative entre l'huile essentielle de la menthe vert et la menthe poivrée de la région de Ouargla ; Mémoire DES .Univ. Ouargla, (p 2-5 ; 10 ; 19 ; 21-22,) 2004

Référence bibliographique

[11]: PATRICIA BECHAALANY, l'utilisation des huiles essentielles dans les affections inflammatoires en complément du traitement ostéopathique. Mémoire du diplôme ostéopathie animal,. pp 10,11) European School of Animal Osteopathy 2005

[12]: Chouitah O, "Composition chimique et activité antibactérienne des huiles essentielles des feuilles de *Glycyrrhiza glabra*", Thèse de doctorat, Faculté des sciences, Université d'Oran, 2011.

[13]: BENKADA, isolation des huiles essentielles de la menthe suaveolens, ehrh (Bous Domrane) de la région de Tlemcen et leur analyse par différents méthodes chromatographique mise en évidence du composé majoritaire « la pulégone », , pp 42,76. ; Thèse Magister.Unive.Tlemcen, 1990

[14]: CHACOU M.et BASSOU K. Efficacité antibactériennes et antifongiques des huiles essentielles obtenues par extraction de la menthe verte *Mentha Spicata*L issue de la région de Ouargla sur quelques germes pathogenes: *E.coli*,*Pseudomonas aeruginosa*, *Staphylococcus aureus*, *Bacillus subtilis* et *Candida albicans*. Mémoire de DES microbiologie., 2007.P.14-27, Université de Kasdi Merbah Ouargla

[15]: Lahlou, M., Methods to study the phytochemistry and bioactivity of essential oils.. 18(6): p. 435-448, *Phytotherapy Research*, 2004

[16]: YAACOUB Rahma ;TLIDJANE Imane Caractérisation physico-chimiques et analyses biologiques de l'huile essentielle des grains de *Cuminum cyminum* L. et de *Foeniculum* : supercritique extraite par hydrodistillation .etude comparative thèse MASTER EN GÉNIE CHIMIQUE 2017.

[17]: Piochon, M., Étude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore laurentienne: composition chimique, activités pharmacologiques et hémi-synthèse.: ProQuest. 2008

[18]: Lucchesi, M.-E., Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles. Thèse de Doctorat, Université de la Réunion. 2005.

[19]: Bassereau, M., A. Chaintreau, S. Duperrex, D. Joulain, H. Leijs, G. Loesing, N. Owen, A. Sherlock, C. Schippa, and P.-J. Thorel, GC-MS Quantification of suspected

Référence bibliographique

volatile allergens in fragrances. 2. Data treatment strategies and method performances.. 55(1): p. 25-31. Journal of agricultural and food chemistry, 2007

[20] : PIERRON Charles. Les huiles essentielles et leurs expérimentations dans les services hospitaliers de France : exemples d'applications en gériatriegérontologie et soins palliatifs . p 27. Thèse de Doctorat UNIVERSITÉ DE LORRAINE.2014.

[21] : BENOUALI Djillali.. Extraction et identification des huiles essentielles. p. 8-9. UNIVERSITE D'ORAN .2016

[22] : Benbouali M, "Valorisation des extraits de plantes aromatiques et médicinaes de : « Mentha rotundifolia et Thymus vulgaris »", Thèse de magister, Faculté des sciences et science de l'ingénieur, Université de Hassiba Ben Bouali-Chlef, 2006.

[23] : Lucchesi, M.E., F. Chemat, and J. Smadja, Solvent-free microwave extraction of essential oil from aromatic herbs: comparison with conventional hydro-distillation.. 1043(2): p. 323-327. Journal of Chromatography A, 2004

[24] : TEISSEIRE P.J. Chimie des substances odorantes. Tec et Doc., Lavoisier, ,480p. Paris, France. 1991

[25] : AZALENKO K. Contribution à la détermination des chemotypes d'une plante à huile essentielle du Togo : Lippia mutiflora. Mémoire d'ingénieur de travaux, ESTBA, Univ. Lomé. 1995,

[26] : CHARPENTIER, Guide de préparateur pharmacie, Ed, Masson, pp1068-1071,1242. Paris France 1998 ;

[27] : Besombes C, "Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydrothermomécanique d'herbes aromatiques : Applications généralisées", Thèse de doctorat, Génie des procédés industriels, Université de la rochelle (France), 2008.

[28] : Recommandations relatives aux critères de qualité des huiles essentielles, Contribution pour l'évaluation de la sécurité des produits cosmétiques contenant des huiles essentielles, Agence française de sécurité sanitaire des produits de santé, Mai 2008

[29] : Porter N. Essential oils and their production. Crop & Food Research. Number 39(2001).

Référence bibliographique

- [30] : Hendawy S.F. and Ezz El-Din A.A., 2010. growth and yield of *foeniculum vulgare* var.azoricum as influenced by some vitamins and amino acids. ozean journal of applied sciences 3(1), pp.113-122.
- [31] : Vienna C.F., Bauer R., Carle R., Tedesco D., Tubaro A. and Zitterl-Eglseer K., . Assessment of plants/herbs, plant/herb extracts and their naturally or synthetically produced components as “additives” for use in animal production. FEEDAP ; 297p). 2005
- [32] : Kaur G.J. and Arora D.S., 2010. bioactive potential of anethum graveolens, *Foeniculum vulgare* and *trachyspermum ammi* belonging to the family umbelliferae Current status. journalof medicinal plants research Vol. 4(2), pp. 087-094
- [33] : Etude des huile essentielles d’espèce végétale de la flore laurentienne,p19-20 (aout 2008).
- [34] : Murdock D.H.,. The Encyclopedia of Foods: A Guide to Healthy Nutrition. Elsevier’s Science & Technology. Oxford, UK 529p; 2002
- [35] : Stefanini M.B., Ming L.C., Marques M.O.M., Facanali R., Meireles M.A.A., Moura L.S., Marchese J.A. and Sousa L.A.,. essential oil constituents of different organs of fennel (*Foeniculum vulgare* var. *vulgare*). Rev. Bras. Pl. Med., Botucatu, Vol.8, pp.193- 198.; 2006
- [36] : Aprotosoiaie A.C., Spac A.D., Hancianu M., Miron A., Tanasescu V.F., Dorneanu V. and Stanescu U.,. The chemical profile of essential oils obtained from fennel fruits (*Foeniculum vulgare* Mill.). FARMACIA, Vol. 58 (1); pp. 46-54; 2010
- [37] . EFSA Scientific cooperation (ESCO) working group on botanicals; : and botanical preparations; Advice on the EFSA guidance document for the safety assessment of botanicals and botanical preparations intended for use as food supplements, based on real case studies on request of EFSA. EFSA Journal, 7 (9) : 280 ; 104p, EFSA, 2009
- [38] :. Singh G., Maurya S., de Lampasona M.P. and Catalan C. Chemical constituents, antifungal and antioxidative potential of *foeniculum vulgare* volatile oil and its acetone extract. Food Control, Vol. 17, pp.745–752 ;, 2006
- [39] : Amimar Z., Lamarti A., Badoc A., Reduron J.P., Ouahabi S. and Muckensturm B., Clonage du fenouil doux par culture d’apex. Bull. Soc. Pharm. Bordeaux,

Référence bibliographique

140, pp.43-58, 2001.

[40] :PEYRON L.,: Techniques classiques actuelles de fabrication des matières premières naturelles aromatiques. Chapitre 10, pp 217 – 238. Cité in: Les arômes alimentaires. Coordinateurs RICHARD H. et MULTON J.-L. Ed. Tec & Doc-Lavoisier et Apria.438 p, 1992

[41] : Olle M. and Bender I., The content of oils in Umbelliferous crops and its formation. *Agronomy Research* 8 (3), pp.687-696, 2010.

[42] :Badoc A., Amimar Z., Lamarti A. and Deffieux G., Action de la colchicine lors de la micropropagation du fenouil (*Foeniculum vulgare* Mill.) sur l'huile essentielle des fruits. *Bull. Soc. Pharm. Bordeaux*, 137, pp. 25-36, 1998

[43] : Kothe H.W.,. 1000 plantes aromatiques et médicinales. Terre editions. Toulouse, 328p, 2008

[44] :Mason J. et Cintas. P.,: sonochemistry, chapitre 16, pp: 372 - 396 In Clark. et Maquouarie :handbook of green chemistry and technology ,edition blakwell science p 540;2004

[45] :Kingeston M. et Hasweel J.,: Microwave – Enhanced Chemistry, fundamentals, sample preparation, and applications. edition american chemistry society, Washington, DC, 772 p., 1997

[46] :PARÉ J.R.J.,: microwave extraction of volatile oils. brevet américain, US 5 338 557. 1994

[47] :eskilsson.c et bjorkund analytical-scale microwave –assisted extraction chromatogram vol 902,p 227-250,2000.

[48] : Il-Suk Kim 1, Mi-Ra Yang 1, Ok-Hwan Lee 2, and Suk-Nam Kang: antioxidant activities of hot water extract from various spices

[49] :Mengal.p , Behn.d, GIL.M et monphon .b :extraction d'huile essentielle par micro-ondes. *Parfums, Cosmétiques, Arômes*, Vol. 114, 66-67 ; 1993

[50] :Stashenko E., Jaramillo B. et Martinez R.,: Analysis of volatile secondary metabolites from Colombian *Xylopia aromatica* (Lamarck) by different extraction and headspace methods and gas chromatography. *J. Chroma. A.*, Vol. 1025, pp: 105-113; 2004

[51] :CHEMAT F., SMADJA J. et LUCCHESI M. : Lösungsmittelfreie mikrowellen-extraction von flüchtigen Naturstoffen. Brevet Européen, EP 1 439 218 A1 ; 2004

[52] :Maurice Messkgue, *Mon herbier de sante*, Edition Robert Laffont, S. A, pp 1- 50, Paris, 1975.

[53] : Ebeed N. , Abdou .S., Booles .F., Salah H., Ahmed.S. and Fahmy K., 2010. Antimutagenic and chemoprevention potentialities of sweet fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) hot water crude extract. *Journal of American science* 6 (9): pp.831-822

Référence bibliographique

- [54] : Tanira M., Shah A., Mohsin A., Ageel A. and Qureshi S.,
Pharmacological and toxicological investigations on *Foeniculum vulgare* dried fruit
extract in experimental animals. *Phytotherapy Research*, Vol. 10, pp.33-36; 1996.
- [55] : Pradhan M., Sribhuwaneswari S., Karthikeyan D., Minz S., Sure P., Chandu
A.N., Mishra U., Kamalakannan K., Saravanankumar A. and Sivakumar T., *In vitro*
Cytoprotection activity of *Foeniculum vulgare* and *Helicteres isora* in cultured
human blood Lymphocytes and antitumour activity against B16F10 melanoma cell
line. *Research J. Pharm. and Tech.* 1(4): pp.450-454; 2008.
- [56] :. *Pharmacognosie. Phytochimie, plantes médicinales. Tec. & Doc.* Lavoisier,
2ème édition, Paris. 915p. Bruneton J., 1993
- [57] :Dominique Baudoux, *Antiviral and antimicrobial properties of essential oils*, pp
1-10,2004.
- [58] : Mohamed M.AH. & Abdu M.. Growth and oil production of fennel
(*Foeniculum vulgare* Mill.): effect of irrigation and organic fertilization. *Biol. A. &
Hort.*, 22, pp. 31-39; 2004
- [59] :. *Chemistry of essential oil*. 1st edition elsevier. British, 302p ; Clarke S., 2008
- [60] :.Huiles essentielles. *Techniques de l'Ingénieur, traité Constantes
physicochimiques ; K 345-1*, 39p ; Garnéro J., 1996
- [61] :Edith Antonot et Robert Marchal, *Chromatographie*, Lycke Louis Vincent, pp
1-48, Janvier 1998
- [62] : *Pharmacope française . tome 1, volumes 4,5,8* Ed: Maison Neuve, Paris
- [63] : Dr. Brian M. Lawrence, R. J. Reynolds tobaccocompany, *Perfumer& flavorist*,
Vo1.17, pp 39-54, july/august 1992.
- [64]: Dahanukar, R. A. Kulkami, and N. N. Rege, *Pharmacology of medicinal
plants and natural products*. *Indian Journal of Pharmacology*; 32: S 81- S 118. 2000
- [65] : Mimica-Dukic N., Kujundzic S., Sokovic M. and Couladis M.,. *Essential
oil composition and antifungal activity of Foeniculum vulgare* Mill. obtained by
different distillation conditions. *Phytother. Res.* 17 (4), pp. 368-371, 2003
- [66] : Özcan M., Chalchat J.C., Arslan D., Ates A. and Ünver A.,. *Comparative
essential oil composition and antifungal effect of bitter fennel (Foeniculum vulgare
subsp. piperitum) fruit oils obtained during different vegetation*. *J. Med. Food* 9 (4):

Référence bibliographique

pp.552-561, 2006

[67] : Pitasawat B., Champakaew D., Choochote W., Jitpakdi A., Chaithong U., Kanjanapothi D., attanachanpichai E., Tippawangkosol P., Riyong D., Tuetun B. & Chaiyasit D.. Aromatic plant-derived essential oil: an alternative larvicide for mosquito control. *friterpya*78(3), pp.205-210, 2007

[68] : Silano V. and Delbò M., Assessment report on *Foeniculum vulgare* Miller. *Emea*, European medicine agency. London ; 23p, 2008.

[68]: Huiles essentielles. Echantillonnage et méthodes d'analyse monographies relatives aux huiles essentielles (Tome 2). AFNOR, 2000.

[69]: AFNOR, "Les huiles essentielles", 3eme Edition, Recueil des normes françaises, Paris, 1989.

[70]: Mazouz B, Hahdaoui A, "Caractérisation et l'étude de l'effet antibactérien de l'huile essentielle des graines de *Petroselinum Sativum*", Thèse d'ingénieur d'état en biologie, Faculté des sciences agronomiques et des sciences biologiques, Université Hassiba Ben Bouali-chlef, 2010.

[71]: Nait Achour Kh, "Etude de la composition chimique des essences de quatre especes d'eucalyptus poussant dans la région de Tizi Ouzou", Thèse de Magister, Faculté des Sciences, Université de Mouloud Mameri-Tizi Ouzou, 2012.

[72]: Zinet H, Mehably M, "Composition chimique, Activité Antibactérienne et Activité Larvicide des huiles essentielles de l'*Ocimum basilicum*", Thèse de master, Faculté de science et technologie, Université de Khemis Miliana, 2013.

[73]: Chikhi I, " Composition chimique et activités biologiques des extraits de cinq plantes aromatiques et médicinales de l'ouest d'Algérie", Thèse de doctorat, Faculté des sciences, Université de Abou Bekr Belkaid-Tlemcen, 2014.

[74] : Pharmacopée Européenne, «Huile essentielle d'Anis», 3ème Ed, 2001

[75] : Guide de chimie internationale, rhône-poulenc 1996, 97.

[76] :Lazouni, H.; Benmansour, A.; Taleb-Bendiab, S.; Chabane Sari, D. Sciences & technologie C- N° 2 57-12, 2007,.

