

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA BOUMERDES

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCEDES



MEMOIRE DE FIN D'ETUDES EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE
MASTER

Filière : GENIE DES PROCEDES

Option : GENIE CHIMIQUE

Présenté par :

HARRAT Nawal

**Caractérisation physico-chimique et microbienne
de fenouil (Foeniculum Vulgare)**

Soutenu le : 27/06/2024

Devant le jury composé de :

KOUINI Ben Alia

Président

Professeur

CHERIK Dalila

Examinatrice

Maitre assistant A

BOUGHERARA Saliha

Encadrant

Maitre de conférences A

BRAHMI Mohamed

Co-encadrant

Doctorant

DJEZIRI Mourad

Examineur

Maitre de conférences A

Année universitaire : 2023 / 2024

Remerciements

« La connaissance est la seule chose qui s'accroît lorsqu'on la partage »

Sadra Boudjema – Ordre du grand vol

Je remercie notre créateur Allah, Grand et Miséricordieux, le tout puissant, pour le courage qu'il m'a donné pour mener ce travail à terme.

*Je commence par exprimer ma profonde reconnaissance et mes vifs remerciements au **Dr.Bougherara.S** qui m'a honoré en acceptant de diriger ce travail, pour ses encouragements, ses conseils, sa disponibilité et surtout pour sa patience dans la correction de ce mémoire. J'ai été satisfait de votre qualité exceptionnelle de bonne enseignante, merci de m'avoir guidé avec patience et d'avoir consacré autant d'heures pour les corrections de ce manuscrit ; je ne peux, Madame, que sincèrement vous exprimer mon respect et mon gratitude.*

Je tiens à remercier Mr KOUINI BENALIA d'avoir accepté la présidence du jury de mon travail, qu'il trouve ici toutes mes expressions respectueuses.

Je tiens à remercier Mme CHERIK. D. d'avoir accepté de faire partie des membres du jury et d'examiner mon travail. C'est une grande joie de vous compter parmi les membres de mon jury, je vous adresse mes plus chaleureux remerciements.

Je tiens à exprimer ma très grande considération aux Mr BRAHMI. M, Mr HACHEMI. M, Mr. Djeziri. M et Mme Zirour.F qui m'ont aidée à surmonter les obstacles que j'ai rencontrés au cours de réalisation de ce travail.

Enfin, que toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail, trouve ici l'expression de ma sincère gratitude.

Dédicace

Je dédie ce travail à moi-même qui ai travaillé assez dur pour y arriver là ou je suis

A mes parents pour leur sacrifice et leurs soutien, que dieu les garde et les protège ;

A tous mes amis ;

A toute ma famille ;

A mes très chers cousin et cousines sans exception Mouhand et ma petite lchrak

adorée ;

À tous ceux qui me sont chers.

SOMMAIRE

Remerciements	
Dédicasse	
Sommaire	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Résumé	
Introduction	
Chapitre I. Généralités	4
Introduction.....	4
I.1.2. Description morphologique.....	4
I.1.3. Classification de foeniculum vulgare.....	6
I.1.4. Phytochimie.....	6
I.2.Les huiles essentielles.....	6
I.2.1.Généralités sur les huiles essentielles	6
I.2.2.Processus d'extraction des huiles essentielles.....	8
I.2.2.4. Extraction assistée par micro-ondes.....	10
I.2.3.Composants chimiques des huiles essentielles.....	11
I.2.3.1.Les terpènes	12
I.2.3.2. Les composés aromatiques ou phénolique	13
I.2.4.Méthodes d'analyses des huiles essentielles	15
I.2.5.Utilisations traditionnelles des huiles essentielles	18
I.2.6. Applications industrielles des huiles essentielles	19
I.2.7. Toxicité	19
I.2.8. Conservation des huiles essentielles	20
CHAPITRE II-Les huiles essentielles des graines de fenouil sauvage.....	21
Introduction.....	21
II.1. Extraction et rendement.....	21
II.2. Caractéristiques physico-chimiques	21
II.3. Composition chimique	22

II.4. Les activités biologiques des huiles essentielles des graines de fenouil.....	23
II.1. Activité antioxydante.....	23
II.4.2. L'activité antimicrobienne	23
Chapitre III. Travaux antérieures sur les huiles essentielles de F.Vulgare	25
Matériels et méthodes	29
IV.1.1. Présentation de site d'étude.....	29
IV.1.1.1. Situation géographique	29
IV.1.2. Préparation de la matière végétale	29
IV.1.2.1. Choix du matériel végétal.....	29
IV.1.3.Méthodes de préparation de l'échantillon	30
IV.1.3.1.Séchage.....	30
IV.1.3.2.Broyage :	32
IV.2.Analyse physicochimique des graines de fenouil.....	32
IV.2.1. Taux d'humidité	32
IV.2.2. Taux de cendres	34
IV.2.3. Détermination des sucres totaux (méthode de Lane-Eynon)[49].....	35
IV.3. Extraction de l'huile essentielle des graines de fenouil	41
IV.3.1. Extraction par hydrodistillation	41
IV.3.1.1.Dispositifd'extraction :.....	41
IV.3.2.Rendement d'extraction	44
IV.3.3.Conservation	45
IV.4. Propriétés organoleptiques :.....	45
IV.5.Détermination des teneurs en métabolites secondaires.....	45
IV.5.1. Les polyphénols totaux	45
IV.5.2.Les flavonoïdes	49
IV.6. L'analyse de l'huile essentielle de F.vulgare	51
IV.6.1.Chromatographie en phase gazeuse CPG.....	51
IV.6.1.1.Conditions d'analyses CPG	51
IV.7.Evaluation des activités biologiques :.....	53
IV.7.1.Evaluation de l'activité anti-oxydante par la méthode de réduction du radical libre du DPPH* :	
.....	53
IV.7.2 Evaluation de l'activité antimicrobienne.....	56

IV.7.2.1 Les microorganismes-cibles	56
IV.7.2.2.Les milieux de culture	57
V. Résultats et discussion	59
V.1. Les caractéristiques physicochimique de la poudre des graines de fenouil :.....	59
V.1.1. L'humidité :.....	59
V.1.2.Teneur en cendres	60
V.1.3. Sucres totaux	61
V.2.Extraction et rendement	63
V.3. Les propriétés organoleptiques	64
V.4.Détermination des teneurs en métabolites secondaires	65
V.4.1.Les polyphénols totaux	65
V.4.2.Teneurs en flavonoïdes.....	66
V.5. L'analyse de l'huile essentielle de fenouil par CPG	67
V.6.Les activités biologiques	69
V.6.1. L'activité antioxydante :.....	69
V.6.2.L'activité antimicrobienne.....	74
Conclusion	79
Références	83
Annexes	87

Liste des figures

Figure N°I.1 : Figure présentative de foeniculum vulgare.....	05
Figure N°I.2 : Les graines de fenouil.....	08
Figure N°I.3 : montage hydro distillation.....	09
Figure N°I.4 : Extraction à l'entraînement à la vapeur d'eau	10
Figure N°I.5 : Exemple d'hydrodistillation assisté par micro-ondes (MAHD)[2].	11
Figure N°I.6 : Exemple d'huiles essentielles et de leur constituant majoritaire [3].....	12
Figure N°I.7: Famille des composés phénoliques[4].....	13
Figure N°I.8: Exemples de molécules caractéristiques des huiles essentielles[5].....	15
Figure N°I.9 : Schéma de l'appareil de CPG [6].....	16
Figure N°I.10 : Schéma du principe de fonctionnement d'un spectromètre de masse.....	18
Figure N°IV.1. Situation géographique de la ville de Bou Saada [1].....	29
Figure N°IV.2: Schéma récapitulatif des différentes étapes de travail.....	31
Figure N° IV.3 : Broyage des graines de fenouil.....	32
Figure N° IV.4 : Etuvage de la poudre des graines de fenouil.....	33
Figure N°IV.5: Etapes de minéralisation de la poudre de fenouil.....	35
Figure IV.6 :Solution mère de l'étalon de sucre.....	37
Figure N° IV.7 : Filtration de l'échantillon.....	39
Figure N° IV.8 : Etapes de titrage à blanc.....	40
Figure N°IV.9 : Montage utilisé dans l'extraction par hydrodistillation de l'huile essentielle de F. vulgare.....	43
Figure N°IV.10 : Figure présentative de la séparation des deux phases aqueuse et organique (décontation)].....	44
Figure N° IV.11 : Conservation de l'huile essentielle.....	45
Figure N°IV.12: Protocole de préparation de l'acide ascorbique.....	52
Figure N°IV.13 : Formule chimique du radical 2,2'-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH*).....	56

Figure N°IV.14 : Solution de DPPH* préparée.....	55
Figure : V.1. Teneur en humidité et matière sèche des graines de fenouil.....	60
Figure N°V. 2 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique pour le dosage des phénols totaux.....	65
Figure N°V.3 : Courbe d'étalonnage de la quercitine.....	66
Figure N°V.4:Chromatogramme analytique de l'H.E des graines de fenouil.....	67
Figure N°V.5 : Piégeage de DPPH par l'acide ascorbique.....	70
Figure N°V.6: Piégeage du DPPH par l'huile essentielle.....	70
Figure N° V.7 : Courbes représentatives de l'activité inhibitrice de l'acide ascorbique (série 1) et de l'huile essentielle (série 2) en fonction de la concentration.....	72
Figure N°V.8 : Variation du pourcentage de réduction du DPPH en fonction de la concentration du l'acide ascorbique.....	72
Figure N°V.9 : Variation du pourcentage de réduction du DPPH en fonction de la concentration du l'huile essentielle de fenouil.....	73
Figure N°V.10 : AntibioGramme de l'HE de Foeniculum vulgare vis-à-vis de Staphylococcus aureus (Sa).....	75
Figure N°V.11 : AntibioGramme de l'HE de fenouil vis-à-vis de levure C.a.....	76
Figure N°V.12 : AntibioGramme de l'action antifongique de l'HE de Foeniculum vulgare vis-à-vis de Aspergillus carbonarius.....	77
Figure N°V.13 : AntibioGramme de l'action antifongique de l'HE de Foeniculum vulgare vis-à-vis de Penicillium expansum	78

Liste des tableaux

Tableau IV.1 : Concentrations d'acide gallique pour chaque dilution.....	46
Tableau N°IV.2 : Concentrations mères et filles de quercétine.....	50
Tableau N° IV.3 : Concentrations de l'huile essentielles étudiées.....	57
Tableau N°IV.4 : Résultats de séchage des 3 essais.....	59
Tableau N°V.5 : Résultats d'incinération de 3 essais.....	61
Tableau N°V.6. Exemples de rendements obtenus en huile essentielle extraite des graines du fenouil dans différents pays [7].....	64
Tableau N°.V.7 : propriétés organoleptique de l'huile essentielle de fenouil.....	64
Tableau N°V.8 : Regroupement des résultats de la CPG de l'HE de fenouil.....	68
Tableau N°V.9 : Variation de l'absorbance de l'acide ascorbique en fonction de la concentration.....	69
Tableau N°.V.10 : Variation de l'inhibition en fonction de la concentration de L'acide ascorbique.....	71
Tableau N°.V.11 : Variation de l'inhibition en fonction de la concentration de l'huile essentielle des graines du fenouil.....	71
Tableau N°V.12 : Résultats des diamètres des zones d'inhibition des bactéries testés.....	74
Tableau N°V.13: Mesures des diamètres d'inhibition pour <i>Aspergillus carbonarius</i>	77

Liste des abréviations

F.vulgare : Foeniculum vulgare

H.E : Huile essentielle

Var : Variété

J.C : Jésus Christ

ECHA : Agence européenne des produits chimique

HD : Hydrodistillation

CO₂ : Dioxyde de carbone

(C₅H₈): Terpène

W : Poids

C : Concentration

V : Volume

mg : Milligramme

ml : Millilitre

µg : Microgramme

µl : Microlitre

µm : Micromètre

m : Mètre

AlCl₃ : Chlorure d'aluminium

NaOH : Hydroxyde de sodium

HCl : Acide chlorydrique

Min : Minute

H : Heure

°C : Degrés Celsius

G : Gramme

Ch₂SO₄ : Acide sulfurique

H₂O : Eau

Tc : Teneur en cendre

H : Humidité

Ms : Masse sèche

CPG : Chromatographie en phase gazeuse

Ts : Teneur en sucres

UV : Ultraviolet

Nm : Nanomètre

DPPH* : 2,2- Diphényl 1-picrylhydrane

EAG : Equivalent acide gallique

R² : Coefficient de détermination linéaire de Pearson

IC₅₀ : Concentration inhibitrice à 50%

MAHD : Hydrodistillation assistée par micro-ondes.

Résumé

La tendance actuelle des consommateurs à chercher une alimentation plus naturelle a augmenté durant ces dernières années. Plusieurs travaux de recherche ont été concentrés sur les huiles essentielles extraites des plantes aromatiques. Les différents résultats publiés indiquent qu'elles sont douées de plusieurs propriétés biologiques. Dans ce contexte, nous avons essayé d'évaluer in vitro les activités antioxydante, antibactérienne et antifongique de l'huile essentielle extraite des graines sèches des *Foeniculum vulgare* Mill.

Le rendement en huile essentielle extraite par hydrodistillation est de 2,88%, les métabolites secondaires ont été déterminés par le dosage des polyphénols et flavonoïdes, (208, 138 µg/ml) respectivement.

L'huile essentielle de fenouil a été analysée par CPG, mais en raison de non disponibilité de la série d'alcane, on n'a pas pu identifier quantitativement les composés de notre huile essentielle.

L'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile essentielle de fenouil indique son efficacité à réduire le DPPH* avec une IC₅₀ de 47,77 µg/ml. En outre l'activité antimicrobienne n'a pas montrée de résultat intéressant,

A l'essor de cette étude, nous pouvons conclure que l'huile essentielle des graines du fenouil pourrait être considérée comme un agent conservateur très prometteur pour l'industrie alimentaire capable d'empêcher l'oxydation des aliments et de réduire la croissance mycélienne responsable d'altération des aliments.

Mots clés : Huile essentielle, activité antioxydante, activité antibactérienne, activité antifongique, *Foeniculum vulgare* Mill, Fenouil.

Abstract

The current trend among consumers towards seeking a more natural diet has increased in recent years. Several research studies have focused on essential oils extracted from aromatic plants. Various published results indicate that these oils possess several biological properties. In this context, we attempted to evaluate *in vitro* the antioxidant, antibacterial, and antifungal activities of the essential oil extracted from dry seeds of *Foeniculum vulgare* Mill.

The essential oil yield obtained by hydrodistillation was 2.88%. Secondary metabolites were identified by quantifying polyphenols and flavonoids at 208 and 138 μ g/ml, respectively. The fennel essential oil was analyzed by GC-MS, due to the unavailability of the series of alkanes, we were unable to identify the compounds in our essential oil quantitatively.

Evaluation of the antioxidant activity of fennel essential oil indicated its efficacy in reducing DPPH* with an IC₅₀ of 47.77 mg/ml. However, the antimicrobial activity did not show significant results.

In light of this study's findings, we can conclude that the essential oil from fennel seeds could be considered a highly promising preservative agent for the food industry, capable of preventing food oxidation and reducing fungal growth responsible for food spoilage.

Keywords: Essential oil, Apiaceae, antioxidant activity, antibacterial activity, antifungal activity, *Foeniculum vulgare* Mill, Fennel.

ملخص

تزايدت الاتجاهات الحالية للمستهلكين نحو البحث عن غذاء أكثر طبيعية خلال السنوات الأخيرة. تركز العديد من الأبحاث على الزيوت العطرية المستخلصة من النباتات العطرية. أظهرت النتائج المختلفة المنشورة أن هذه الزيوت تتمتع بخصائص بيولوجية متعددة. في هذا السياق، حاولنا تقييم نشاطات مضادة للأكسدة ومضادة للبكتيريا والفطريات في زيت الأساسي (المستخلص من بذور الشمر *Foeniculum vulgare Mill*) في دراسة *in vitro*.

كانت نسبة العائد في الزيت الأساسي المستخلص بواسطة التقطير بالبخار 2.88٪، وتم تحديد المركبات الثانوية عن طريق تحليل البوليفينولات والفلافونويدات (208 و 138 ملغ/مل على التوالي).

تم تحليل زيت الأساسي بواسطة غاز الكروماتوغرافيا الغازية (CPG). نظرًا لعدم توفر سلسلة الألكانات، لم نتمكن من تحديد المركبات في زيتنا الأساسي بشكل كمي

أظهر تقييم النشاط مضاد للأكسدة لزيت الأساسي للشمر فعاليته في تخفيض *DPPH بالإضافة إلى ذلك النشاطات المضادة للميكروبات نتائج مثيرة للاهتمام. بمعامل IC₅₀ قدره ملغ/مل 47.77.

باستناد إلى هذه الدراسة، يمكننا أن نستنتج أن زيت الأساسي المستخلص من بذور الشمر قد يُعتبر وكيل حافظ متميز جدًا لصناعة الأغذية، قادرًا على منع أكسدة الأغذية وتقليل نمو الفطريات المسؤولة عن فساد الأغذية.

كلمات مفتاحية: زيت أساسي، نشاط مضاد للأكسدة، نشاط مضاد للبكتيريا، نشاط مضاد للفطريات،

، الشمر *Foeniculum vulgare Mill*

Introduction

Introduction

Depuis la nuit des temps, les traditions humaines ont su développer la connaissance et l'utilisation des plantes médicinales, les hommes se sont soignés avec les produits naturels qu'ils avaient à leur disposition contre les maladies bénignes.

L'Algérie, avec ses milliers d'hectares de forêt et de pâturage, abrite une profusion de plantes condimentaires et médicinales qui sont encore méconnues et exploitées de façon artisanale [8]. Les conditions climatiques méditerranéennes de ce pays favorisent, aussi bien le développement des plantes sauvages que cultivées. La valorisation de ces ressources naturelles peut avoir des retombées, économiques considérables pour l'Algérie [9].

Les plantes aromatiques sont prometteuses et constituent une grande source d'antioxydants et d'antibactériens naturels pour l'industrie agroalimentaire [9]. L'un des principaux problèmes de l'industrie agro-alimentaire est d'assurer une bonne conservation des aliments. Les phénomènes d'oxydation sont notamment redoutés.

Le fenouil est l'une des plantes traditionnelles et médicinales les plus appréciées. Il appartient à la famille des Apiacées, appelées anciennement Umbellifères, comprend plusieurs plantes alimentaires qu'on consomme quotidiennement (carotte, fenouil, cumin, coriandre, etc.). Les différentes parties de cette plante répondent à plusieurs usages [10]. Le fenouil est principalement cultivé pour ses graines qui représentent la partie la plus exploitée. Ces graines de fenouil sont utilisées pour aromatiser des produits alimentaires tels que les cornichons, les pains, les pâtisseries et les fromages [11].

Les huiles essentielles du fenouil sont majoritairement extraites des feuilles et des graines. L'anéthol, la fenchone et l'estragol sont les trois principaux composants de cette essence. En outre, de nombreuses propriétés naturelles des huiles essentielles font à la fois des ingrédients nutraceutiques et des agents de conservation très promoteurs pour l'industrie alimentaire, Ils ont une grande utilité en industrie pharmaceutique et alimentaire [9], [12]. Multiples études ont prouvé que l'huile essentielle extraite des graines de fenouil possède de précieuses activités biologiques notamment les activités antioxydante, antibactérienne, anticancéreuse et antifongique [12], [5].

Introduction

Notre travail se base sur la caractérisation physicochimique, l'analyse par la méthode de CPG ainsi que l'évaluation des activités biologiques de fenouil, ce travail est composé de deux parties distinctes à savoir :

- Partie théorique : qui se compose elle-même de deux parties dont :
 - Chapitre 1 est consacrée pour des généralités, la description de la plante de foeniculum vulgare ainsi que les méthodes d'extraction, leur composition chimique et leurs multiples utilisations ...etc.
 - Chapitre 2 est une synthèse bibliographique consacrée pour décrire des généralités sur l'huile essentielle de foeniculum vulgare.
 - Le troisième chapitre englobe des différentes études antérieures réalisées sur les huiles essentielles de fenouil sauvage.
- Partie expérimentale consacrée pour :

L'analyse de la poudre où nous avons caractérisé la poudre des graines de fenouil : le taux d'humidité, sucres totaux et taux de cendres ont été déterminés.

Analyse de l'huile essentielle des graines de fenouil dont on a déterminés les teneurs en métabolites secondaires, l'analyse par CPG ainsi que l'efficacité antioxydante et antimicrobienne de cet huile essentielle.

*Synthèse
bibliographique*

Chapitre I. Généralités

I.1. Description de fenouil

Introduction

Utiliser des traitements à base de plantes et des remèdes naturels est un moyen efficace et économique de guérir les maladies. Le fait que les herbes médicinales ont moins d'effets indésirables que les médicaments chimiques en font aujourd'hui une bonne alternative à de tels traitements[13].

Foeniculum vulgare est le nom valide le plus ancien du genre Foeniculum pour la plante désignée par Karsten sous le nom de Foeniculum Foeniculen, ce nom n'a pas été publié par Hill dans sa référence, il a été publié pour la première fois en 1768 par Philip Miller[10].

Foeniculum vulgare Mill. (Syn. Anethum foeniculum L., Anethum foeniculum L. et Foeniculum officinale) appartient à la famille Apiaceae, appelées anciennement Ombellifères, qui est considérée comme étant l'une des familles riche en huiles essentielles. Le fenouil (Foeniculum vulgare Mill.) originaire de la région méditerranéenne, est l'une des plus anciennes plantes appartenant à cette famille. Le fenouil est également connu en Algérie sous le nom de « Besbas », il est utilisé comme épice dans la cuisine telle que le pain, les cornichons, les pâtisseries et le fromage [11].

I.1.2. Description morphologique

Le fenouil est une ancienne plante saisonnière, herbacée vivace, bisanuelle, fleuri en été, 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 [14]. Elle pousse dressée et ramifiée, atteignant une hauteur de 2mètres, son feuillage est doux, plumeux de 40 cm de longueur et ressemble à des cheveux, Cette plante est couramment cultivée dans les jardins de légumes et d'herbes aromatiques, Nom vernaculaire Français : Fenouil Nom vernaculaire Berbère : Tamessaout, Basbas. Nom vernaculaire Arabe : basbaça



Figure N°I.1 : Figure représentative de *foeniculum vulgare*.

Les graines de fenouil appelé fruits de fenouil avec un gout chaleureux à saveur d’anis, sucré, odeur aromatique, d’une couleur vert bleu d’abord, puis, elles se transforment en brun verdâtre quand ils sont mûris, varies infiniment en longueur, largeur. En général, ils ont une forme cylindrique avec une base arrondie et un sommet plus étroit couronnés avec un grand stylopode[14][7].



Figure N°I.2 : Les graines de fenouil.

Le fenouil est originaire de sud de l'Europe et de sud-ouest d'Asie, il s'est répandu en Angleterre, en Allemagne ainsi qu'en Argentine [14]. Il existe plusieurs variétés de fruits de fenouil : le fenouil doux ou romain, le fenouil allemand ou saxon, le fenouil sauvage ou amer, le fenouil galicien russe, indien, persan et japonais [14].

I.1.3. Classification de *foeniculum vulgare*

Les plantes de la famille des Apiacées comme le *foeniculum vulgare* appartiennent à l'embranchement des Spermatophytes ou Phanérogames car ce sont des plantes à graines [15], Sous embranchement des Angiospermes (plantes à ovaire), classe des Astéridées (fleurs pentamères gamopétales à carpelles soudés et étamines adnées), Sous classe des Euastéridées II (espèces herbacées à ovaire infère et regroupement des fleurs en inflorescence) Ordre des Apiales. Le genre *Foeniculum* est très polymorphe et représenté seulement par cette espèce et se divise en deux sous-espèces *ssp. piperitum* et *ssp. Vulgare Foeniculum vulgare Mill. subsp. vulgare* est formée de trois variétés : *var.vulgare* (fenouil amer, commun, sauvage ou médicinal), *var. dulce* (fenouil doux) et *var. azoricum* (fenouil bulbeux) [7].

I.1.4. Phytochimie

La composition phytochimique de *foeniculum vulgare* contient 6,3% d'humidité, 9,5% de protéines, 10% de matières grasses, 13,4% de minéraux, 18,5% de fibres et 42,3% de glucides. Le calcium, le fer, le potassium, le sodium, le phosphore, la thiamine, la riboflavine, la niacine et la vitamine C présents ainsi dans le fenouil comme vitamines et minéraux [16].

I.2.Les huiles essentielles

I.2.1.Généralités sur les huiles essentielles

I.2.1.1. Historique

Les premières preuves de fabrication et d'utilisation des huiles essentielles datent de l'an 3000 avant J.C. Les huiles essentielles semblent donc avoir accompagné la civilisation humaine depuis ses premières genèses. Les égyptiens puis les grecs et les romains ont employé diverses matières premières végétales ainsi que les produits qui en découlent, notamment les huiles essentielles. Ces utilisations concernaient différents domaines : parfumerie, médecine, rites religieux, coutumes païennes, alimentation, etc. L'étape byzantine de la civilisation a permis l'instauration des bases de la distillation et, avec l'ère arabe de la civilisation, l'huile essentielle

devient un des principaux produits de commercialisation internationale. Ainsi, vers l'an mille, Avicenne, médecin et scientifique persan, a défini précisément le procédé d'entraînement à la vapeur [10].

L'Iran et la Syrie deviennent les principaux centres de production de divers types d'extraits aromatiques. Par la suite, les huiles essentielles ont bénéficié des avancées scientifiques, au niveau des techniques d'obtention et de l'analyse de leur composition chimique. Parallèlement, leur utilisation a aussi tiré profit de l'avènement de l'aromathérapie. René-Maurice GATTEFOSSE a créé, en 1928, le terme de l'aromathérapie et il a mené de nombreux travaux concernant les huiles essentielles, notamment leurs propriétés ; ces résultats seront à l'origine de nombreuses autres recherches [17].

Actuellement, près de 3000 huiles essentielles sont décrites, parmi lesquelles environ 300 présentent une importance commerciale dans le cadre d'applications pharmaceutiques, cosmétiques, alimentaires, agronomiques ou dans le domaine de la parfumerie [18].

I.2.1.2. Définition

Les Huiles Essentielles (HE), connues et utilisées depuis l'Antiquité, étaient initialement obtenues par macérât de plantes aromatiques dans des huiles végétales en Egypte et en Chine [19]

La Commission de la pharmacopée européenne a défini une huile essentielle comme étant un produit odorant, généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par distillation sèche, soit par un procédé mécanique approprié sans chauffage. La définition de l'Agence Européenne des Produits Chimiques (ECHA) : « Une huile essentielle est définie comme une partie volatile d'un produit naturel, qui peut être obtenue par distillation, distillation à la vapeur ou expression dans le cas d'agrumes. Elle contient principalement des hydrocarbures volatils. Les huiles essentielles sont dérivées de diverses sections de plantes. L'huile est « essentielle » dans le sens où elle comporte une odeur distinctive, ou essence de la plante. »

Les huiles essentielles, de même que d'autres produits issus des végétaux, commencent également à être employées en tant que pesticides. Elles contiennent un concentré de substances

chimiques issues des plantes, que ces dernières ont développé durant 400 millions d'années d'évolution pour se défendre contre les parasites et les prédateurs[20]

A l'échelle mondiale, la production des huiles essentielles est d'environ 30 tonnes par an. Les principaux pays producteurs sont les Etats-Unis, la Chine, le Maroc, la Bulgarie, l'Inde, la France, l'Egypte et l'Espagne. L'Algérie se hisse à la 10ème place avec 8000 dollars de capitaux générés par l'exportation d'huile essentielle[18].

I.2.2.Processus d'extraction des huiles essentielles

Les premières techniques d'extraction de produits aromatiques d'origine végétale ont vu le jour lorsque l'Homme a pris conscience de l'intérêt de la nature qui l'entourait et de ses bienfaits [1] Les métabolites dans les matières végétales peuvent être obtenus en extrayant différents organes de plantes fraîches ou séchées tels que les feuilles, les fleurs, les graines, les racines et les écorces[8].

I.2.2.1.L'extraction par Hydro distillation

Lors de l'extraction par hydro distillation, les processus physicochimiques qui se produisent sont : l'hydro diffusion qui correspond à la pénétration de l'eau bouillante dans le matériel végétal, l'hydrolyse des parois cellulaires ainsi que leur décomposition par la chaleur, conduisant à la libération de l'huile essentielle du tissu végétal. Elle est généralement conduite à pression atmosphérique. Le mélange de vapeur d'eau et d'huile est ensuite condensé par refroidissement indirect. Le distillat s'écoule dans un séparateur, dans lequel l'huile est automatiquement séparée de l'eau distillée[4].

Parmi les avantages de cette méthode, l'utilisation simplement de l'eau comme solvant d'extraction et la possibilité de la réaliser avant ou après la déshydratation de la plante. Ce procédé présente des inconvénients dus principalement à l'action de la vapeur d'eau ou de l'eau à l'ébullition ; la température élevée peut provoquer une dégradation partielle ou totale des constituants naturels, que certains composés peuvent être partiellement hydrolysés et que des substances sensibles, certains organes végétaux, en particulier les fleurs, sont trop fragiles et ne supportent pas les traitements par entraînement à la vapeur d'eau et par hydrodistillation (HD) [4], [21].

Le contact direct des constituants de l'HE avec l'eau occasionne des réactions chimiques conduisant à des changements dans la composition finale de l'extrait[22].

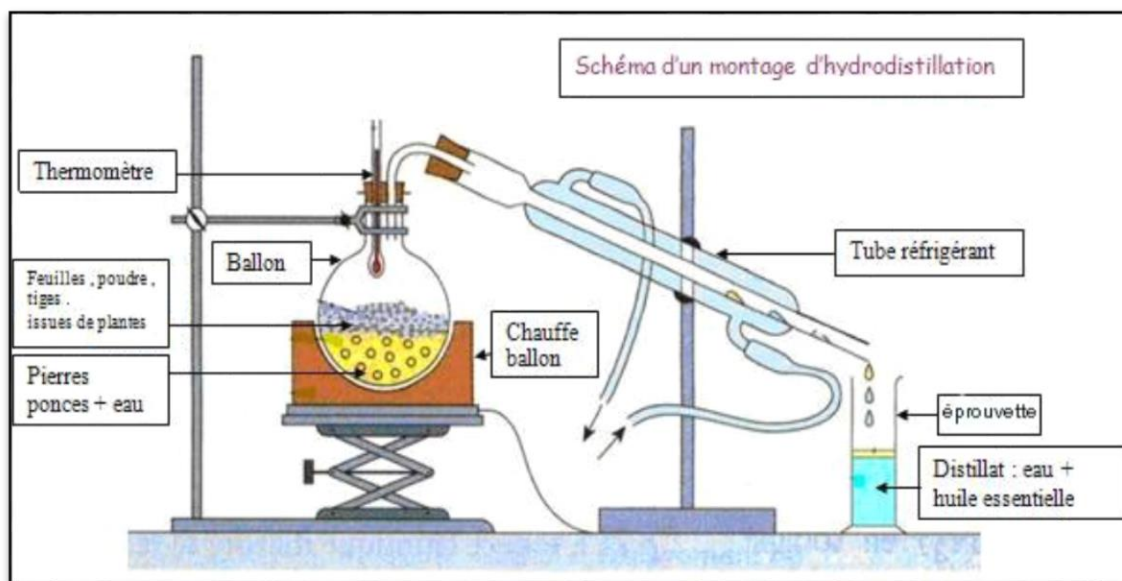


Figure N°I.3 : montage hydro distillation.

I.2.2.3. Entraînement à la vapeur d'eau

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des huiles essentielles[17]. La distillation à la vapeur saturée : le végétal est supporté dans l'alambic par une plaque perforée située à une certaine distance au-dessus du fond rempli d'eau. A la différence de l'hydro distillation le végétal est en contact avec la vapeur d'eau saturée, mais pas avec l'eau bouillante [23].

Les fractions dites « de tête », fragrances très volatiles dues à des molécules légères, apparaissent en premier. Le plus souvent, une demi-heure permet de recueillir 95 % des molécules volatiles, ce qui suffit aux besoins de l'industrie et de la parfumerie, comme pour la lavande. L'emploi en aromathérapie impose de prolonger l'opération aussi longtemps qu'il est nécessaire afin de récupérer la totalité des composants aromatiques volatils [22].

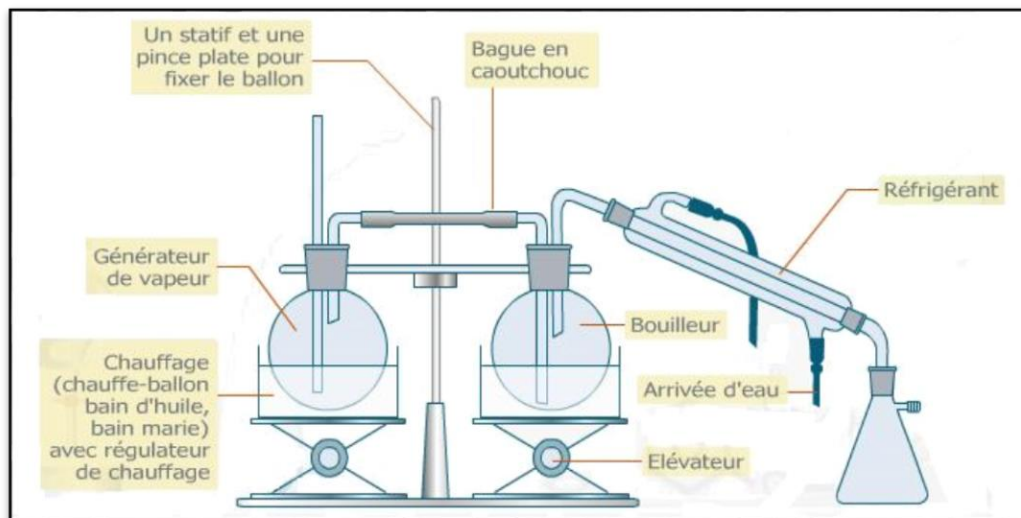


Figure N°I.4 : Extraction à l'entraînement à la vapeur d'eau [1].

I.2.2.4. Extraction assistée par micro-ondes

A l'heure où « rapidité », « efficacité », et « sélectivité » sont devenus les caractéristiques principales d'une bonne technique d'extraction, les travaux sur l'extraction assistée par micro-ondes ne cessent de croître et les nouvelles techniques de fleurir[24], L'extraction assistée par micro-ondes est une nouvelle technique qui combine l'utilisation des micro-ondes et d'autres méthodes traditionnelles. L'extraction assistée par micro-ondes, considérée comme une extraction verte, est largement utilisée et est efficace pour la préparation des extraits lors de leur analyse [19]. Ce procédé, très rapide et peu consommateur d'énergie, livre un produit qui est le plus souvent, de qualité supérieure à celle du produit d'hydrodistillation traditionnelle [2].

L'emploi des micro-ondes constitue, par ailleurs, une méthode d'extraction à par entière en plein développement. A titre d'exemple, La SFME (Solvent Free Microwave Exatrcction) est une combinaison originale des techniques de chauffage par micro-ondes et de distillation sèche. Elle consiste à placer le matériel végétal dans un réacteur au sein d'un four micro-ondes sans ajout d'eau ou de solvant (Figure N°I.5). Le chauffage interne de l'eau contenue dans la plante permet d'en dilater ses cellules et conduit à la rupture des glandes et des récipients oléifères. L'HE ainsi libérée est évaporée avec l'eau de la plante [22].

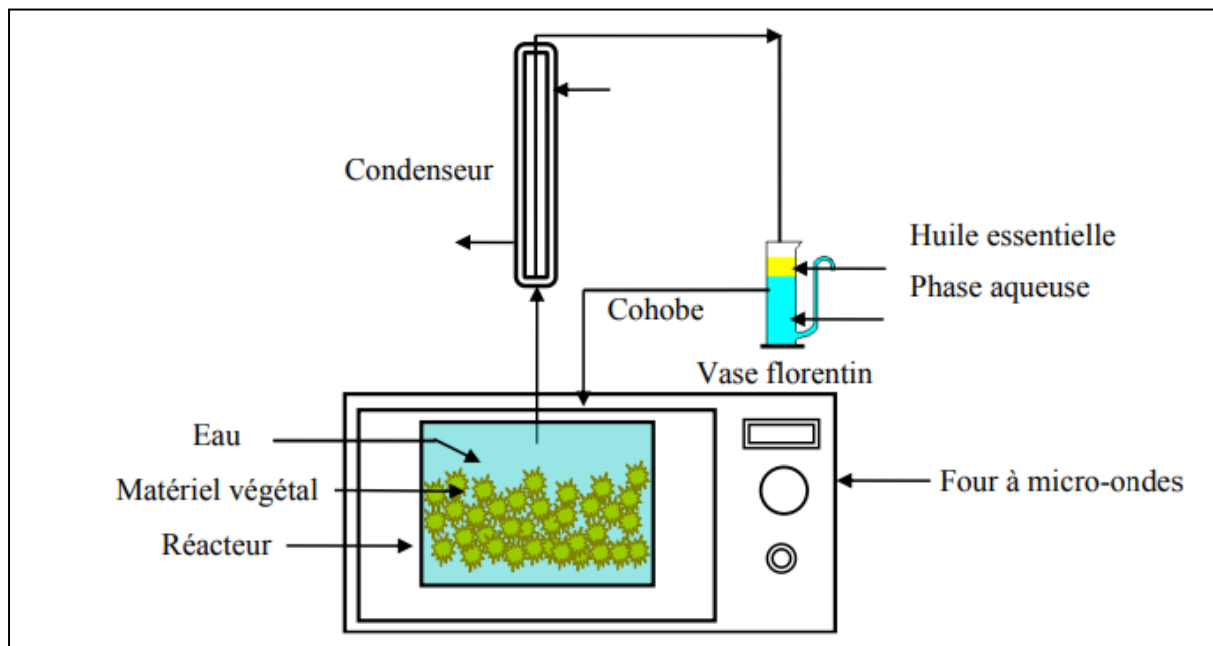


Figure N°I.5 : Exemple d'hydrodistillation assisté par micro-ondes (MAHD) [2].

-D'autres méthodes d'extraction ont également été mises au point comme l'hydrodiffusion pulsée et l'extraction aux fluides comme le CO₂ supercritique [18].

I.2.3 Composants chimiques des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont des ensembles naturels complexes et sujets à de nombreuses variations, qui peuvent regrouper entre 20 et 60 composants à des concentrations variées [10].

Les constituants des huiles essentielles sont généralement répartis en trois groupes provenant de trois voies de biosynthèse : le groupe des terpénoïdes qui sont des constituants majeurs qui représentent de 20 à 70 %, le groupe des composés aromatiques dérivés du phénylpropane (phénylpropanoïdes), le groupe des lipides issus de la dégradation d'acides gras et de terpènes qui sont à l'état de trace [11].

les méthodes de production tout comme l'origine géographique, le climat, le sol, la période de récolte et les pratiques agricoles, peuvent avoir une influence directe sur la composition chimique de l'huile essentielle distillée [22]. La composition chimique de l'huile essentielle dépend principalement de la composition de l'essence produite par la plante[25].

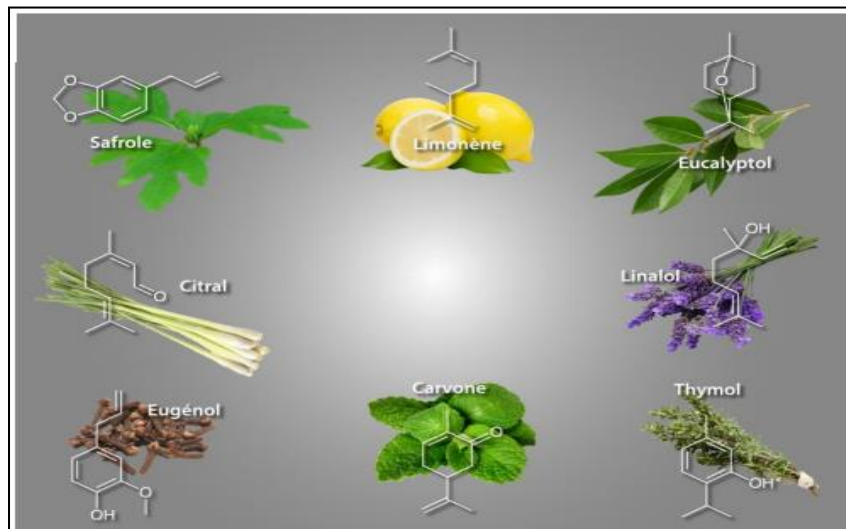


Figure N°I.6 : Exemple d'huiles essentielles et de leur constituant majoritaire [3].

I.2.3.1. Les terpènes

Le terme terpène, proposé par Dumas en 1866, tire son origine du mot latin « térébenthine » (*Balsamum terebinthinae*), un extrait liquide de pins. Les terpènes sont les plus gros produits naturels, avec des variations structurales significatives, notamment des hydrocarbures linéaires ou des squelettes carbocycliques. Environ 55 000 membres sont connus [26].

Les terpènes ont été identifiés dans différents organismes tels que les champignons, les algues marines, les insectes et les éponges. Cependant les plantes sont le réservoir principal de ces substances, renfermant la plus grande partie. Les terpènes sont décrits comme des terpénoïdes lorsque des groupes fonctionnels tels que des alcools, des aldéhydes ou des cétones sont présents dans leur structure chimique. L'une des classifications appliquées pour les terpénoïdes est basée sur le nombre d'unités isoprène. Les terpénoïdes jouent un rôle fondamental dans les interactions entre les organismes vivants, permettant par exemple à une plante d'attirer les pollinisateurs, ou les prédateurs ou les parasitoïdes des herbivores venant l'attaquer [18].

La formule générale des terpènes est $(C_5H_8)_n$, tels que les hémiterpènes ($n=1$), les monoterpènes ($n=2$), les sesquiterpènes ($n=3$), les triterpènes ($n=6$), les tétraterpènes ($n=8$) et les polyterpènes [27]. Les huiles essentielles sont très riches en monoterpènes, beaucoup moins en diterpènes et encore moins en triterpènes [6].

I.2.3.2. Les composés aromatiques ou phénolique

Il existe un nombre important de composés phénoliques qui augmente sans cesse, sont un groupe chimique caractérisent les végétaux, et présentent diverses propriétés chez les plantes : dans les aspects de physiologie de la plante, dans les critères de qualité (couleur, qualités nutritionnelles ...etc.), leurs interactions avec de nombreuses enzymes pour la protection de certains maladies et leur propriétés antioxydants [28].

Les composés aromatiques dérivés du phénylpropane sont beaucoup moins fréquents dans les huiles essentielles que les monoterpènes et sesquiterpènes. Citons l'acide cinnamique et l'aldéhyde cinnamique (HE de cannelle), l'eugénol (HE de girofle), l'anéthole et l'aldéhyde anisique (HE de badiane, d'anis, de fenouil), ainsi que le safrole (IL de saffras) [29].

Dérivés du phénylpropane, forment un groupe de constituants naturels moins présents que les terpénoïdes mais néanmoins très importants. Ce sont des substances odorantes bien connues : l'eugénol (clou de girofle), la vanilline (vanille), l'estragole (l'estragon), ect. Ils sont davantage présents dans les HEs d'Apiaceae (fenouil, vanille, basilic...) [30].

Les acides polyphénoliques, les flavonoïdes et les tanins font partis de la famille des composés polyphénoliques

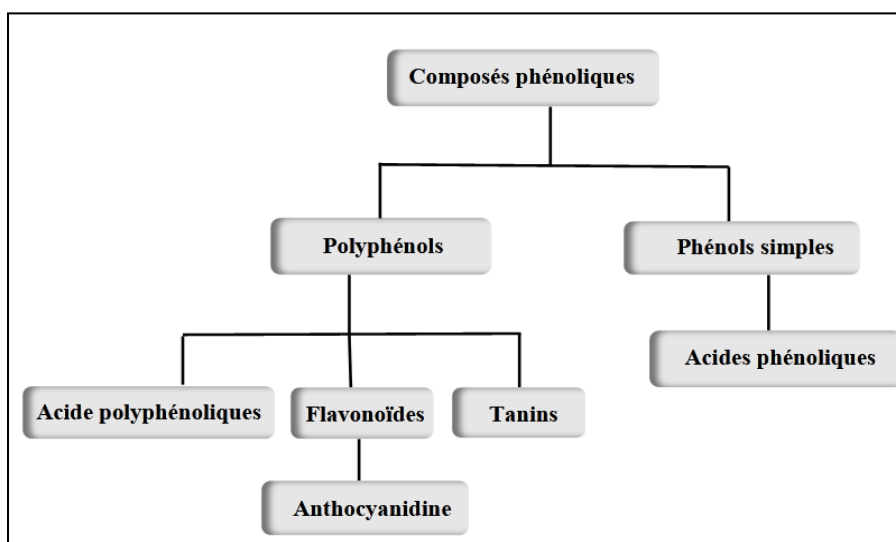


Figure N°I.7: Famille des composés phénoliques[4].

Les acides phénoliques (ou acides phénolcarboxyliques) sont les principaux composés phénoliques produits par les plantes. Selon le nombre d'unités de carbone de la chaîne latérale liées au cycle phénolique, les acides phénoliques peuvent être divisés en composés C6 – C3, C6 – C2 et C6 – C1 [4].

- **Les polyphénols**

Les polyphénols sont des métabolites secondaires présents dans toutes les plantes, comprennent une grande variété de molécules à structure polyphénol, qui jouent un rôle important de défense contre les agents pathogènes des plantes, généralement ils sont divisés en flavonoïdes et non flavonoïdes [31].

- **Les flavonoïdes**

L'addition successive d'unités dicarbonées sur des composés de type phénylpropane est à l'origine de la formation des stilbénoides, des flavonoïdes et des isoflavonoïdes. Ainsi, les xanthones comme la bellidifoline, les isoflavones comme la génistéine, les styrylpyrones comme la kawaine [32].

Les flavonoïdes sont des pigments végétaux, simples ou glycosylés, fournissent une grande partie de l'arôme et de la couleur des fruits et légumes, de structure générale en C₁₅(C₆-C₃-C₆), comprend plusieurs milliers de molécules regroupées en plus de 10 classes [28]. Plus de 5000 flavonoïdes différents ont été décrits dans la littérature [4], les flavonoïdes comprennent les flavones, les flavonols, les flavanols, les flavanones, les isoflavones et les anthocyanins [33]. Les flavonoïdes peuvent se lier les uns aux autres par leurs carbones 6 et 8, formant un biflavonoïde. On attribue aux flavonoïdes des propriétés d'augmentation de la résistance capillaire et de diminution de la perméabilité membranaire [32].

- **Les non flavonoïdes**

Les non flavonoïdes peuvent être classés en trois groupes principaux : le groupe des acides phénoliques qui peuvent être divisés en dérivés de l'acide benzoïque comme l'acide gallique ainsi qu'en dérivés de l'acide cinnamique, notamment l'acide coumarique, caféique et férulique, le groupe des stilbènes : le principal représentant est le resvératrol, qui existe sous forme isomère

et trans et le groupe de lignane qui est formé par dimérisation oxydative de deux unités phénylpropane [31].

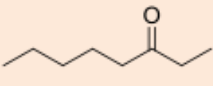
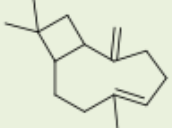
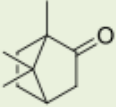
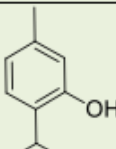
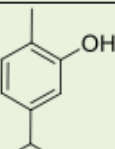
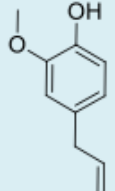
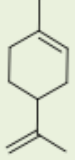
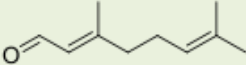
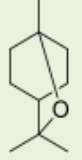
Aliphatiques à chaîne courte	Terpenoïdes			
 Octan-3-one	 β-caryophyllène	 Camphre	 Thymol	 Carvacrol
Phénylpropanoïdes				
 Eugénol	 Limonène	 Citral	 1,8-Cinéol	

Figure N°.I.8: Exemples de molécules caractéristiques des huiles essentielles[5].

I.24.Méthodes d'analyses des huiles essentielles

L'identification qualitative et quantitative des différents composés d'une HE demeure une étape délicate nécessitant la mise en œuvre de diverses techniques.

Depuis l'année 1970, les procédures de séparation et de détermination qualitative et quantitative des composés polyphénoliques individuels par chromatographie en phase gazeuse (GC) ou chromatographie liquide (CL) ont démontré leur efficacité et ont été plus satisfaisantes [34]

La chromatographie est une méthode d'analyse et de séparation des constituants d'un mélange, largement utilisé dans toute les branches de l'industrie et des laboratoires scientifiques [35], grâce à la différence de distribution des composés entre deux phases non misci-bles liquides ou gazeux : stationnaire et mobile. Cette méthode est basée sur les différences d'interaction entre une phase mobile contenant des composés chimiques et une phase stationnaire, le mécanisme de la séparation est basé sur une adsorption à la surface de la phase stationnaire d'un mélange de solutés, suivi d'une désorption différentielle des solutés entraînés par un éluant [4][6].

Actuellement la méthode de dosage et d'identification la plus couramment utilisée dans l'étude des arômes et des huiles essentielles, fait appel à la chromatographie en phase gazeuse (GC) [36].

I.2.4.1 La chromatographie en phase gazeuse

La chromatographie gazeuse a été proposée en 1952 par A.James et A.Martin qui est une technique de séparation de corps gazeux de corps organiques volatils, basée sur la répartition de la substance à analyser entre les deux phases [35].

- **Principe**

L'analyse débute à l'instant où on introduit une très petite quantité de l'échantillon (1 micro litre) sous forme liquide ou gazeuse, dans l'injecteur, qui a la double fonction de le porter à l'état vapeur et de l'amener dans le flux gazeux en tête de la colonne. Celle-ci se présente comme un tube de faible section enroulé sur lui-même, de 1 à plus de 100m de longueur suivant les cas et renfermant la phase stationnaire, la colonne est placée dans une enceinte à température réglable (Four). La phase gazeuse en sortie de la colonne passe dans un détecteur avant de sortir à l'air libre [37].

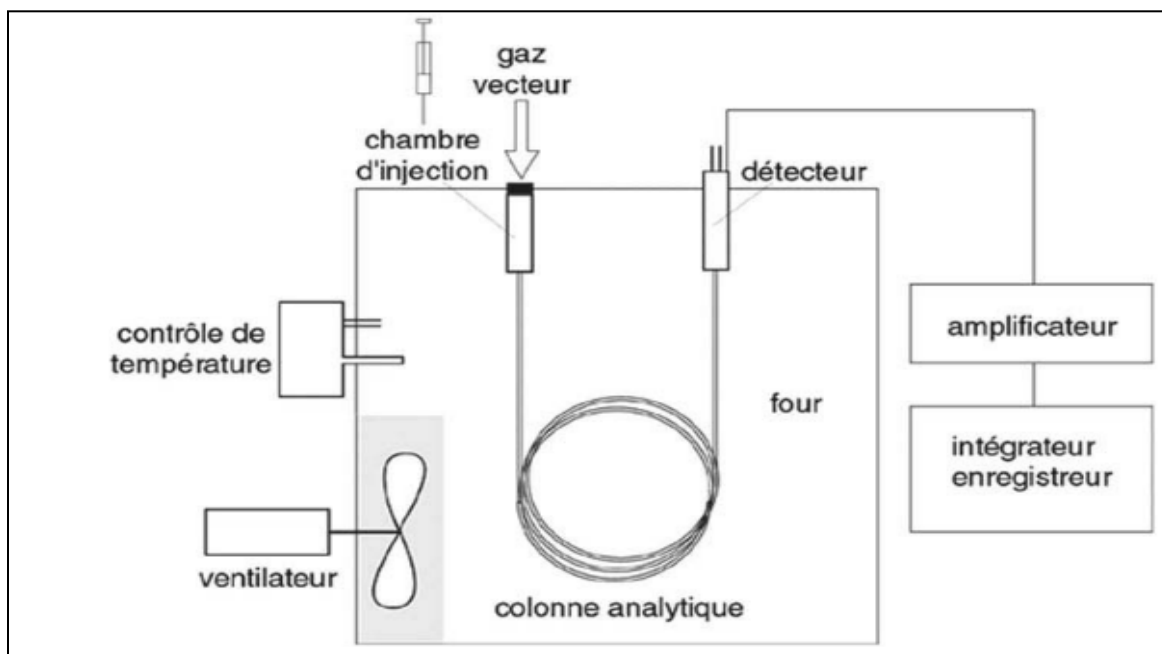


Figure N°I.9 : Schéma de l'appareil de CPG [6].

I.2.4.2. Applications de la chromatographie en phase gazeuse

- **Application analytique** : La CPG est utilisée pour les analyses qualitatives et quantitatives, pour l'identification et le dosage de n'importe quelle substance qui possède une pression de vapeur suffisante (1-100 mmHg), à une température donnée ;

Application non analytique : La CPG permet également de déterminer beaucoup de constantes physiques comme surface spécifique, isotherme d'adsorption, masse moléculaire...etc ;

Application préparative : pour l'élimination des quantités de substances pures, utilisés dans les méthodes spectroscopiques d'analyses ou RMN [35].

I.2.4.3. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GPC/SM)

La chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse tandem (CG-SM/SM) est une méthode d'analyse d'une très grande sélectivité puisqu'elle associe les caractéristiques de la chromatographie qui permet de séparer les différents constituants d'un mélange à une analyse par spectrométrie de masse qui fournit une analyse élémentaire de ces constituants .

Le couplage CPG/SM en mode impact électronique (SM-IE) est la technique la plus utilisée dans le domaine des huiles essentielles. Il permet de connaître, dans la grande majorité des cas, la masse moléculaire d'un composé et d'obtenir des informations structurales relatives à une molécule à partir de sa fragmentation [38].

Principe

Le principe de cette méthode consiste à transférer par le gaz vecteur (phase mobile) les composés séparés par chromatographie en phase gazeuse dans le spectromètre de masse au niveau duquel, et vont être fragmentés en ions de masse variables dont la séparation sera en fonction de leur masse [39] .

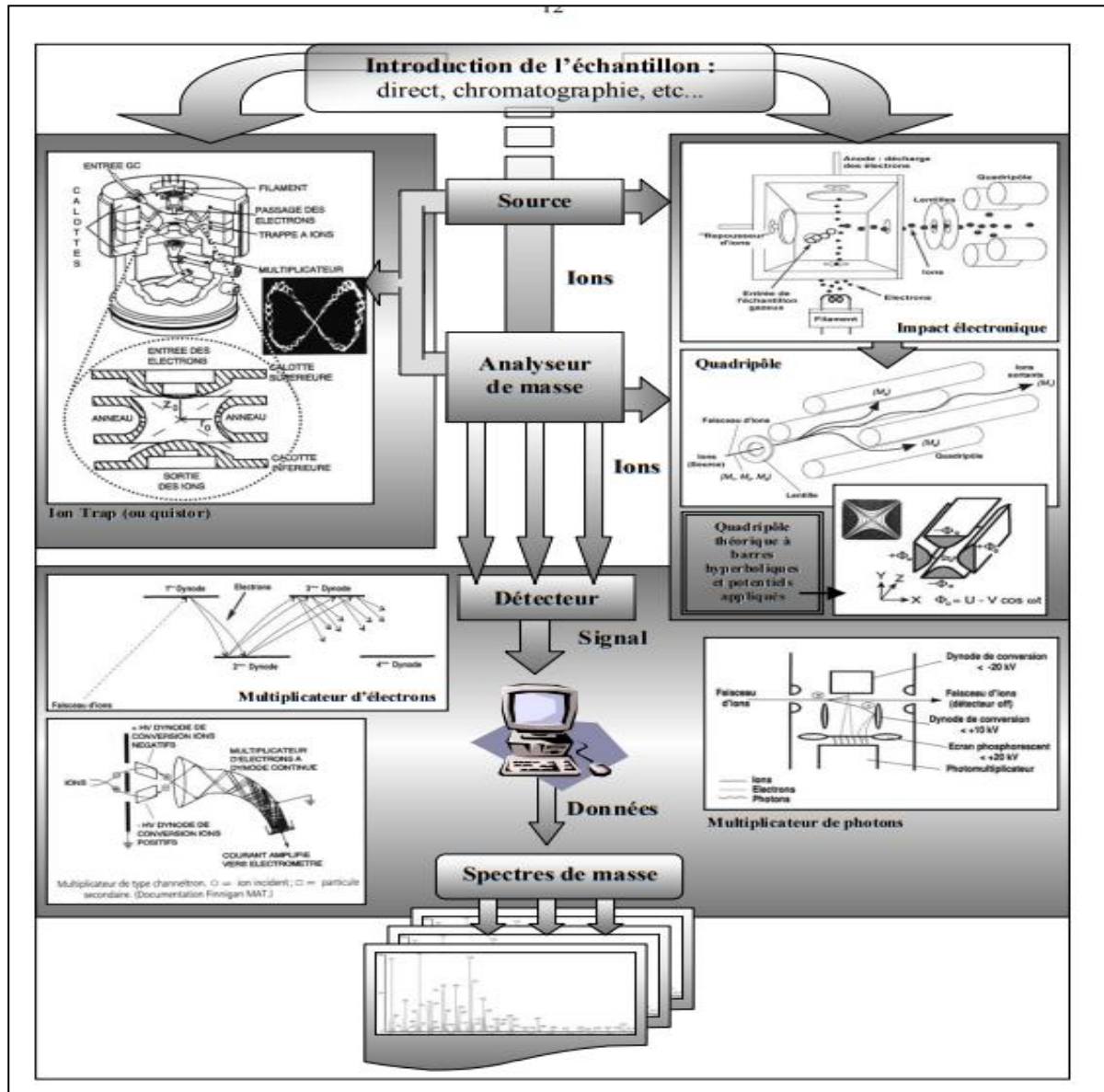


Figure N°I.10 : Schéma du principe de fonctionnement d'un spectromètre de masse.

I.2.5. Utilisations traditionnelles des huiles essentielles

L'art de soigner par les plantes, aujourd'hui appelé phytothérapie, est utilisé depuis l'aube de l'humanité. La phytothérapie connaît un regain d'intérêt cette dernière décennie lié au besoin d'un retour aux thérapeutiques dites « naturelles » [15].

Les premières utilisations des plantes aromatiques par l'homme se sont faites pour enrichir la cuisine. Les Egyptiens diffusaient des odeurs par le chauffage de mélanges contenant des huiles essentielles dans le but d'augmenter l'appétit des personnes malades [25].

Les plantes aromatiques dont font partie les Apiacées ont la capacité de stimuler physiologiquement les sécrétions enzymatiques des glandes salivaires, les sécrétions gastriques, pancréatiques, intestinales et l'excrétion biliaire [15].

I.2.6. Applications industrielles des huiles essentielles

I.2.6.1. Utilisation en parfumerie et cosmétique

Les huiles essentielles, à l'état dilué, sont utilisées dans les parfums et les eaux de toilettes. Actuellement, ce sont davantage les molécules de synthèse qui entrent dans la composition très complexe et confidentielle mise au point par les grands parfumeurs. Les premières synthèses organiques des arômes utilisés en parfumerie remontent à la première moitié du XIX^e siècle[6]. Les huiles essentielles, matières premières par excellence des parfumeurs, sont classées en fonction de leurs odeurs. Ainsi les huiles essentielles de citron, de bergamote ou encore de lavande constitueront la note la plus éphémère, dite note de tête. Des essences fleuries comme celles de rose ou de néroli participeront à l'élaboration de la note de cœur [25].

I.2.6.2. Utilisation en aromathérapie et médecine alternative

La plupart des espèces végétales qui poussent dans le monde entier possèdent des vertus thérapeutiques, car elles contiennent des principes actifs qui agissent directement sur l'organisme. L'Homme utilise les huiles essentielles et plus généralement les plantes aromatiques pour se soigner. L'industrie pharmaceutique emploie également les huiles essentielles sous un nombre grandissant de formes (complexes à vaporiser, pastilles, gélules, dentifrices, etc...) [30][25]. Elles sont rajoutées dans la formulation des spécialités pharmaceutiques, pour masquer le mauvais goût des médicaments et pour donner un caractère plus agréable à leur consommation[6].

I.2.7. Toxicité

Les huiles essentielles gagnent du terrain. Le public est en demande de produits naturels pour se soigner « autrement ». Bien qu'en vente libre, y compris en dehors du circuit officinal, les huiles essentielles ne sont pas des produits anodins et présentent certains risques de toxicité[25].

Les huiles essentielles sont présentées, généralement comme « sans danger ». Mais ces substances naturelles sont aussi des composés puissants, par leur composition chimique riche, les

huiles essentielles doivent être utilisées avec une extrême prudence, du fait qu'elles peuvent présenter de très graves dangers lors d'une utilisation aléatoire autonome [24] [7].

Les huiles essentielles ont une toxicité aigue par voie orale faible ou très faible: la majorité qui sont couramment utilisées ont une dose létale (DL50) comprise entre 2 et 5 g/kg (Anis, Eucalyptus, Girofle...etc.) ou, ce qui est le plus fréquent, supérieure à 5 g/kg (Camomille, Lavande...etc.). D'autres, une quinzaine, ont une DL50 comprise entre 1 et 2 g /kg : Basilic, Estragon, Hysope (1,5ml/kg). Les plus toxiques sont les huiles essentielles de Boldo (0,13 g/kg ; convulsions apparaissant dès 0,07 g/kg), de Chénopode (0,25 g/kg), de Thuya (0,83 g/kg), ainsi que l'essence de moutarde (0,34 g/kg) [39].

I.2.8. Conservation des huiles essentielles

Lorsque l'huile essentielle est abandonnée assez longtemps, à la lumière, à l'air et à la température ambiante, ou mieux à une température élevée. Les huiles essentielles sont volatiles, Les réactions radicalaires mises en jeu favorisent l'oxydation : des hydrocarbures éthyléniques, des hydrocarbures saturés contenant des atomes d'hydrogène portés par des-carbones tertiaires, des alcools en α - des doubles liaisons $C = C$, des aldéhydes [6].

Les huiles essentielles de bonne qualité peuvent se conserver plusieurs années sous certaines conditions. Seules les essences de Citrus se gardent un peu moins longtemps (trois ans). Il ne faut pas oublier de bien fermer les flacons. Il est préférable de les conserver dans un flacon en aluminium ou en verre teinté (brun, vert, ou bleu) et de les garder à l'abri de la lumière à une température ambiante jusque vingt degrés

CHAPITRE II-Les huiles essentielles des graines de fenouil sauvage

Introduction

A l'heure actuelle, la science confirme les différentes vertus des plantes aromatiques et de leurs huiles essentielles et leurs extraits dont les domaines d'application, Les huiles essentielles sont principalement concentrées dans les méricarpes des graines et dégagent une senteur et un goût particulier. Les graines contiennent 1 – 4% (w/w) d'huile essentielles [7] [4].

Les huiles essentielles du fenouil sont majoritairement extraites des feuilles et des graines. Les trois principaux composants de cette essence sont L'anéthol, la fenchone et l'estragol . Ils ont une grande utilité en industrie pharmaceutique et alimentaire [12] .

II.1. Extraction et rendement

L'extraction des huiles essentielles est certainement la phase la plus délicate et la plus importante du processus, pour capter les produits les plus subtils et les plus fragiles élaborées par le végétal.

Les huiles essentielles des graines de fenouil sont obtenus par différents méthodes d'extraction, entrainement à la vapeur [11], hydro distillation [40] qui est la méthode la plus répandu.

Le rendement en huile essentielle des graines de fenouil varie de 2,5 à 6 % avec une moyenne de 3,5%, différents facteurs d'origine intrinsèque, spécifiques du bagage génétique de la plante ou extrinsèque, liés aux conditions de croissance et de développement de la plante [7].

II.2. Caractéristiques physico-chimiques

Les huiles essentielles sont constituées de molécules aromatiques de très faible masse moléculaire, très inflammables et très odorantes, Elles sont totalement solubles dans les huiles grasses, particulièrement solubles dans les alcools et les solvants organiques elles sont généralement liquides et volatiles, à température ambiante, La volatilité dépendra de la composition chimique. Une huile essentielle riche en monoterpènes sera plus volatile qu'une huile essentielle riche en sesquiterpènes [6][31] .

La qualité d'une huile essentielle et sa valeur commerciale sont définies par des normes admises portant sur les indices physicochimiques caractéristiques [40].

Densité

La densité relative est le rapport de la masse d'un volume de liquide par la masse du même volume d'eau, la densité n'a pas d'unité et varie avec la température, concernant la densité de l'huile essentielle de fenouil est de 0,889 à 0,921 [6] [7].

Pouvoir rotatoire

Le pouvoir rotatoire est caractéristique des molécules énantiomères. Une molécule est énantiomère (ou chirale) lorsqu'elle existe sous deux configurations spatiales, différentes et non superposables. Le pouvoir rotatoire^{α₂₀} de l'huile essentielle de fenouil est de +20° à +68°[7].

Indice de réfraction

La réfraction est le changement de direction subi par un rayon lumineux lorsqu'il passe d'un milieu optique donné (par exemple l'air) à un autre milieu, L'indice de réfraction (n) d'un milieu est le rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide (c) et la vitesse de la lumière dans la substance à analyser (V), L'indice de réfraction n'a pas d'unité. Lorsque la température augmente, l'indice de réfraction diminue [6]. L'Indice de réfraction de l'huile essentielle de fenouil n²⁰ est de 1,484 à 1,508 [7].

II.3. Composition chimique

Les fruits de fenouil contiennent entre 10 et 12 % d'huile, qui est conservée dans les cotylédons des graines. L'huile des graines de fenouil contient 6 % d'acide pétrocyclique, 22 % d'acide oléique, 14 % d'acide linoléique et 4 % d'acide palmitique. La teneur en essence du fruit varie de 4 à 6 %, et la combinaison des éléments dépend de la partition géographique du plante [13]

Les principaux composants d'huiles essentielles des fruits de *F. vulgare* sont trans-anéthole qui est le composant majeure varie de (81,63 à 87,85%) [16] ,des traces de cis-anéthole, de fenchone (15 à 30%) et d'estragole ou méthylchavicol (2 à 4,5%) et α phellandrène. Il renferme également de l'alcool, de l'anisaldéhyde ainsi que des monoterpènes (1 à 5%)[15].

II.4. Les activités biologiques des huiles essentielles des graines de fenouil

Les plantes médicinales montrent de plus en plus des effets significatifs concernant leurs pouvoirs biologiques, La diversité moléculaire des métabolites des huiles essentielles leur confère des rôles et des propriétés biologiques très variés connues et utilisées depuis longtemps [39].

II.1. Activité antioxydante

L'oxygène qui est la principale source de vie, peut devenir un ennemi en provoquant des phénomènes d'oxydation, processus impliqué dans le vieillissement des cellules, maladies dégénératives, cardiovasculaires et certains cancers [2].

Les antioxydants sont définis comme étant toute substance qui lorsqu'elle est présente à faible concentration retarde ou inhibe considérablement l'oxydation des molécules produite sous l'effet des espèces réactives de l'oxygène, et qui peut éventuellement endommager ou détruire la cellule [41].

L'anhydride sulfureux et ses combinaisons minérales ont été utilisés comme premiers antioxydants, mais ces composés possèdent un caractère fortement allergisant, d'autres composés comme le gallate de propyle, le gallate d'octyle, le butylhydroxyanisole (BHA), le butylhydroxytoluène (BHT) et le tert butylhydroquinone (TBHQ) [7].

L'huile essentielle de *foeniculum vulgare* est riche en monoterpène d'hydrocarbure, qui a une activité antioxydante [42], L'activité antioxydante des graines de fenouil a fait l'objet de nombreuses études qui ont montré que les extraits de fenouil pourraient inhiber les radicaux libres avec un effet antioxydant primaire [12].

II.4.2. L'activité antimicrobienne

L'activité antimicrobienne dont dispose la plupart des huiles essentielles est attribuable à la présence d'un certain nombre de terpénoïdes [40].

L'huile essentielle de fenouil et leurs constituants ont une longue histoire comme agents antimicrobiens, l'utilisation et la généralisation des antibiotiques à la fin des années 1940, a aidé les médecins à vaincre les maladies infectieuses qui ravageaient l'humanité, la recherche de l'activité antimicrobienne des huiles essentielles consiste à estimer l'inhibition de la croissance des microorganismes (bactéries et levures) en présence de ces huiles [2], l'huile essentielle de

fenouil avait des activités antimicrobiennes significatives contre certains micro-organismes par rapport aux extraits méthanoliques et éthanoliques qui du aux métabolites bioactifs de *foeniculum vulgare* et pourraient constituer une source potentielle de nouveaux agents antimicrobiens[10].

II.4.6.1. L'activité antibactérienne

Les plantes aromatiques sont prometteuses et constituent une grande source d'antioxydants et d'antibactériens naturels pour l'industrie agroalimentaire[43].

« Il existe un intérêt croissant pour l'utilisation de produits antibactériens naturels pour la conservation des aliments, comme les extraits d'herbes et d'épices » [44].

Le pouvoir antibactérien d'une huile essentielle peut être comparé à celui du phénol qui est le composant antimicrobien de référence. En effet, ce sont les phénols présents dans les huiles essentielles qui possèdent cette activité [15].

L'huile essentielle extraite à partir des fruits du *F.vulgare* a montré un effet antibactérien contre les microbes pathogènes portés par les aliments tels qu'*Escherichia coli*, *Bacillus megaterium* et *Staphylococcus aureus*. *E. coli* 0157:H7, *Listeria monocytogenes* et *S. aureus*, il a également été rapporté que l'huile essentielle de *foeniculum vulgare* possède une activité antibactérienne contre certaines bactéries pathogènes pour l'homme [16].

II.4.6.2. Activité antifongique

Les huiles essentielles avec leurs larges spectres d'actions vis-à-vis d'un grand nombre d'espèces fongiques constituent une alternative très prometteuse, sans être une source de danger pour la santé humaine ou de pollution pour l'environnement.

L'huile de fenouil possède une forte activité antifongique. Selon les résultats d'une étude réalisée sur *Aspergillus spp.*, *Penicillium spp.*, *Trichoderma viride*, *Cladosporium cladosporioides*, *Fusarium tricinctum*, l'activité antifongique observée de toutes les huiles étudiées peut être attribué au composé principal, le trans-anéthole [14]. Parmi les plantes de la famille des Apiacées les plus antiseptiques, on peut citer le fenouil (*F. vulgare* Mill.) [15]

Chapitre III. Travaux antérieures sur les huiles essentielles de *F. Vulgare*

Zoubiri et al.,(2010) dans *la composition chimique et l'activité larvicide des huiles essentielles de foeniculum vulgare*

Selon leur étude sur l'huile essentielle des grains de fenouil algérien (Sétif), en utilisant la méthode d'extraction par l'hydro distillation(Clevenger), ils ont calculé un rendement de 0,90 ±0.07%. Selon **Zoubiri et al. (2010)** le rendement en huile essentielle de *F. vulgare* augmente parallèlement au temps d'extraction.

Bellabdelli et al (2020) Dans *Composition chimique et activité antifongique du Foeniculum vulgare mill* ont trouvés le rendement des huiles essentielles de cette plante recuit en Algérie, extraite par la même méthode est de 1.42 %. Par contre **Lazouni et al. (2007)** ils ont estimés la teneur en huiles essentielles en fonction de période de cueillette de foeniculum vulgare récolté au nord-ouest d'Algérie (Honaine), extraites par distillation à la vapeur d'eau dont : 0.98% en septembre, 1.53% en octobre, 1.82% en novembre, 2.15% en décembre, ces valeurs nous laissons dire que la période de cueillette est une étape importante dans l'extraction de fenouil[45] .

Lazouni (2007) dans sa thèse sur la dégradation des huiles essentielles du foeniculum vulgare mill dans trois régions différentes : Nédroma, Honaine et Béni-Oarsous, l'huile essentielle extraite par 2 modes d'extraction : hydrodistillation et micro-ondes par période de cueillette.

Lazouni (2007) a montré que la valeur optimale de rendement pour l'huile essentielle des 3 stations Nédroma, Honaine et Béni-Oarsous est celle qui a été recueilli au mois de décembre qui sont respectivement : 1.38%, 2.15% et 1.08%, Lazouni (2007) dans son étude a constaté que la teneur en huile essentielles de Honaine est inférieure à celle obtenu en Maroc : 2.57%, en Égypte : 2.71%, en Turquie : 2.43%, en Pologne : 2.26% et en Japon : 2.70%. Supérieur à celle d'Inde, et égale à celle de la France. En revanche, l'extraction par micro-ondes les résultats obtenus en seulement 10min dans les régions précédentes : 0.60%, ~1 et 0.5%.

Huiles essentielles de fenouil sauvage d'Algérie : profil chromatographique, toxicité aiguë, activités antioxydantes et antimicrobiennes par **Dahmani et al. (2022)**

Dans cette étude sur l'huile essentielle de fenouil collecté d'Algérie les analyses chromatographie en phase gazeuse couplé à la spectrométrie de masse des huiles essentielles de fenouil ont montré que le fenouil était riche en différents composés monoterpéniques oxygénés, alors que la fenchone était le principal composé d'huile essentielle des graines de fenouil

D'une part, **Zoubiri et al. (2010)**, par l'analyse chromatographique en phase gazeuse et chromatographie en phase gazeuses couplé à la spectrométrie de masse montrés que les huiles essentielles des graines de fenouil composées de 72.86% de trans- anéthol, 12.93% de fenchone, 6.37% de limonène, 3.41% d'estragol, selon **Zoubiri et al. (2010)** le trans anéthol est le composant principal vu qu'ils ont obtenus plus de 72% de ce dernier. Tandis que, **bellebdelli et al (2020)** ont identifiés 10 composants tels que les composants de base de cette huile est l'estragole 84.8%, le limonène 7.8%, la fenchone 3.1%, et le α -pinène 1.3%.

D'autre part, **lazouni et al (2007)** ont identifiés par la même méthode d'analyse, 30 constituants dont l' α -phellandrène, fenchone et l'anéthole comme composés majoritaires.

Lazouni et al (2007) a fait la comparaison entre les huiles essentielles de foeniculum vulgare fraîchement extraite, conservés à 27°C et à 45°C pendant 6 mois, il a conclu que l'huile fraîchement extraite est le plus riche dont 77 constituants [46].

Ainsi que dans son étude il a montré que la variation de température n'influe pas sur la composition chimique de cette huile mais, l'augmentation de température augmente le pourcentage des composants majoritaires (E-anéthole). En revanche une diminution remarquable sur (fenchone, limonène, p-eymène, verbénone, amisaldéhyde, α -pinène, α -phellandrène, estragole).

L'analyse chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse a permis d'identifier 5 composés qui ne sont pas identifiés à la chromatographie en phase gazeuse.

Criblage phytochimique des organes aériens des huiles essentielles de fenouil sauvage du sud-est de l'Algérie : identification de la composition chimique, des activités antioxydantes et antimicrobiennes une étude faite par Hamada Saoud et al.(2023)

Hamada saoud, d., et al (2023) ont étudiés la composition chimique et l'activités anti oxydante et anti microbienne des huiles essentielles des graines, feuilles et fleurs de fenouil (*foeniculum vulgare*), collectés dans le sud-est d'Algérie, extraite par l'hydro distillation et analysées par chromatographie en phase gazeuses couplé à la spectrométrie de masse, ils ont trouvés un rendement maximale de 5.366 % des huiles essentielles des graines et ils ont identifiés 93 composants chimiques : (carvone (46,17%), diprène (14,32%) et *cis* – dihydrocarvone (9,38 %)).

Hamada Saoud et al (2023) ont montré dans cette étude que l'huile essentielle de graine par rapport à l'huile de fleur ou de feuilles possédait le pouvoir le plus élevé pour réduire le molybdène avec une concentration efficace de 0.58 mg/ml. Selon **Hamada Saoud et al (2023)** Les huiles essentielles de *F. vulgare* peuvent constituer une option naturelle très prometteuse avec une utilisation potentielle dans la conservation des aliments et les soins de santé.

D'après l'étude de [45] L'huile essentielle de *F. vulgare* a révélé des activités antifongiques plus élevées contre les espèces de *C. albicans* et *d'Aspergillus* , avec une concentration qui varie de 0,16 à 0,2 mg/ml.

Selon **Belabdelli et al (2020)** l'activité anti fongique des huiles essentielles dépend de la composition chimique de ce dernier.

Matériels et méthodes

Matériels et méthodes

IV.1.1. Présentation de site d'étude

IV.1.1.1. Situation géographique

L'échantillon de *foeniculum vulgare mill* a été récolté dans la région de Bousaada, la commune de la wilaya de M'Sila, située à 69 km au Sud-Ouest de M'Silae et à 241 Km au sud-est d'Alger.



Figure N°IV.1 : Situation géographique de la ville de Bou Saada [47].

IV.1.2. Préparation de la matière végétale

IV.1.2.1. Choix du matériel végétal

Le matériel ou l'organe végétal choisi dans la présente étude est représenté par les graines du fenouil sauvage appelé (*Foeniculum vulgare Mill.*). Parmi les critères de choix de ces graines, figurent leur utilisation déjà dans l'assaisonnement de certains aliments (donc non toxiques) d'une part et le manque de travaux de recherche sur les propriétés biologiques d'autre part.

IV.1.3.Méthodes de préparation de l'échantillon

IV.1.3.1.Séchage

Les graines de fenouil ont été achetées, chez un arboriste provenant de la wilaya de M'Sila, durant le mois de janvier 2024, Il est préférable de procéder à la récolte par un temps sec et chaud, car les graines mouillées de pluie ou de rosée s'altèrent, moisissent, fermentent et perdent toute valeur thérapeutique [40], le matériel végétale a été séché dans un endroit couvert et aère à l'abri de l'humidité et de lumière pendant une semaine. Les plantes doivent être séchés à l'air et à l'ombre pendant une période n'excédant pas sept jours [46].

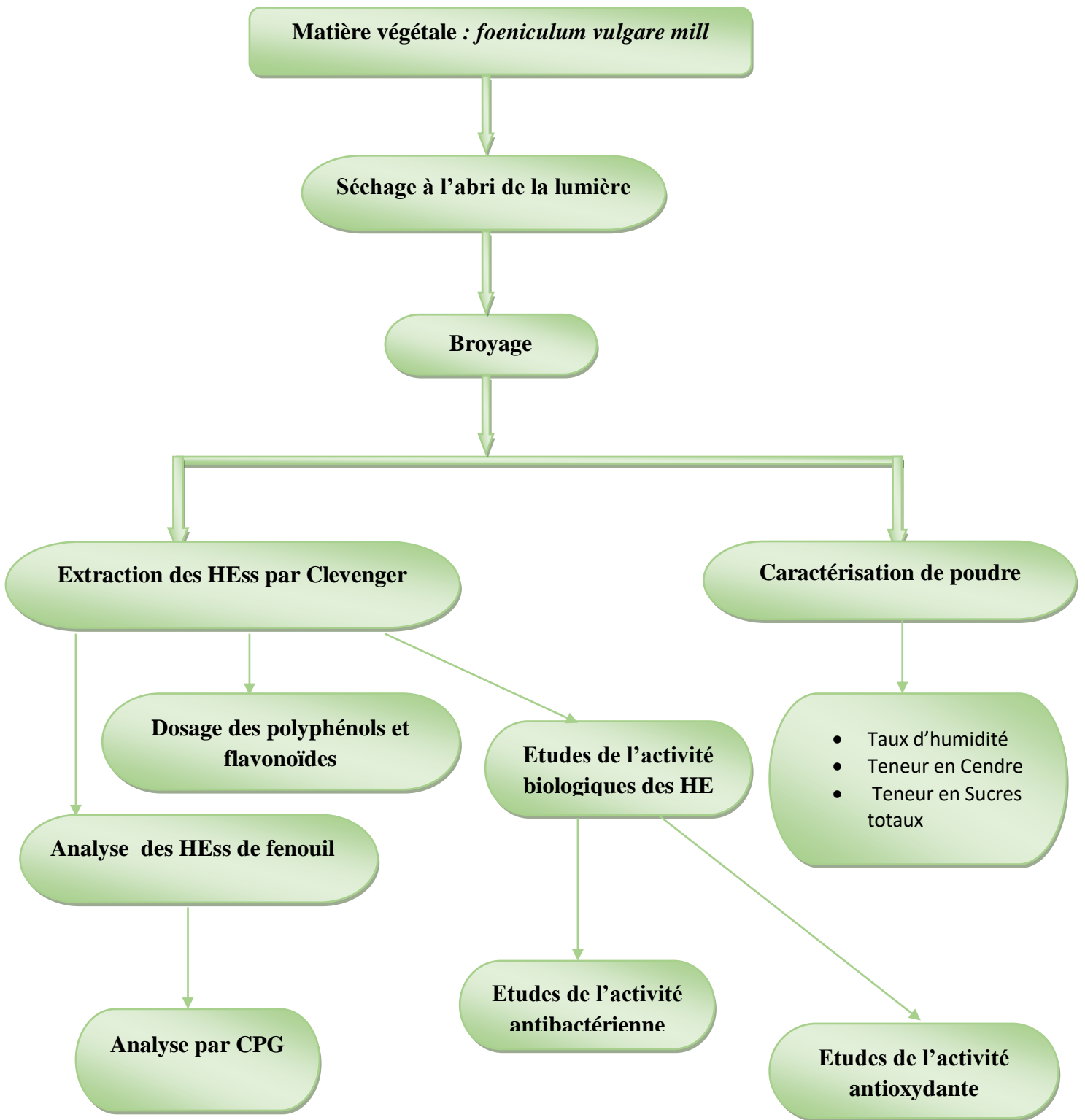


Figure N°IV.2 : Schéma récapitulatif des différentes étapes de travail.

IV.1.3.2. Broyage :

Le broyage, en détruisant la matrice végétale, favorise la libération des métabolites se trouvant dans des vacuoles ou dans des vésicules qui sont protégées par la membrane cellulaire constituée de macromolécules tels que les polysaccharides [4].

Les poudres sur lesquelles cette étude porte sont produites de manière classique par un broyeur électrique, de façon dont on obtient une poudre très fine (figure N°IV.4).



Figure N° IV.3 : Broyage des graines de fenouil.

IV.2. Analyse physicochimique des graines de fenouil

IV.2.1. Taux d'humidité

Déterminer le taux d'humidité selon (AOAC, 2000) [48] par la méthode gravimétrique.

➤ **Matériels et réactifs :**

<i>Matériels</i>	<i>Réactifs</i>
-Balance analytique	-Poudre des graines de
-Capsules	fenouil
-Etuve	
-Dessicateur	

➤ Mode opératoire :

Peser les capsules et les tarer ;

Peser dans chaque capsule 5g de poudre de fenouil ;

Ensuite, les capsules contenant la poudre de fenouil sont introduites dans une étuve type Memmert à 105*c pendant 24h ;

Retirer les capsules de l'étuve, les placer dans un dessiccateur, après refroidissement, sur la balance analytique, les capsules sont pesées.



Figure N° IV.4 : Etuvage de la poudre des graines de fenouil.

➤ Expression des résultats

Le taux d'humidité est calculé par la formule suivante :

$$H (\%) = \frac{M_i - M_f}{M_i} * 100$$

Sachons que :

M_i : masse avant le séchage

M_f : masse après le séchage

IV.2.2. Taux de cendres

Le taux de cendres est déterminé après minéralisation par voie sèche à 600°C.

Matériels et réactifs

Matériels	réactifs
<ul style="list-style-type: none">• Creusets en porcelaine• Four à moufle• Dessiccateur• Balance analytique	<ul style="list-style-type: none">• Poudre des graines de fenouil

➤ Mode opératoire

- Une quantité de 5g de l'échantillon est placée dans des creusets en porcelaine ;
- Les creusets contenant la poudre de fenouil sont incinérés dans un four à moufle à 600° C pendant 4h jusqu'à l'obtention d'une couleur blanchâtre ;
- Après le refroidissement, les cendres sont mises à refroidir dans un dessiccateur, puis les pesées pour la détermination de la teneur en cendres.

➤ Expression des résultats

La teneur en cendres est calculée utilisant la formule suivante :

$$M \% = (M_1 - M_2 / E) \times 100 \%$$

Soit :

M : Matière organique en (g) ;

M_1 : Masse de creuset + la prise d'essai en (g) ;

M_2 : Masse du creuset après incinération en (g) ;

E : Prises d'essai de la matière (5g) ;

$$Tc \% = (100 - M\%)$$

Tc : Taux de cendre.

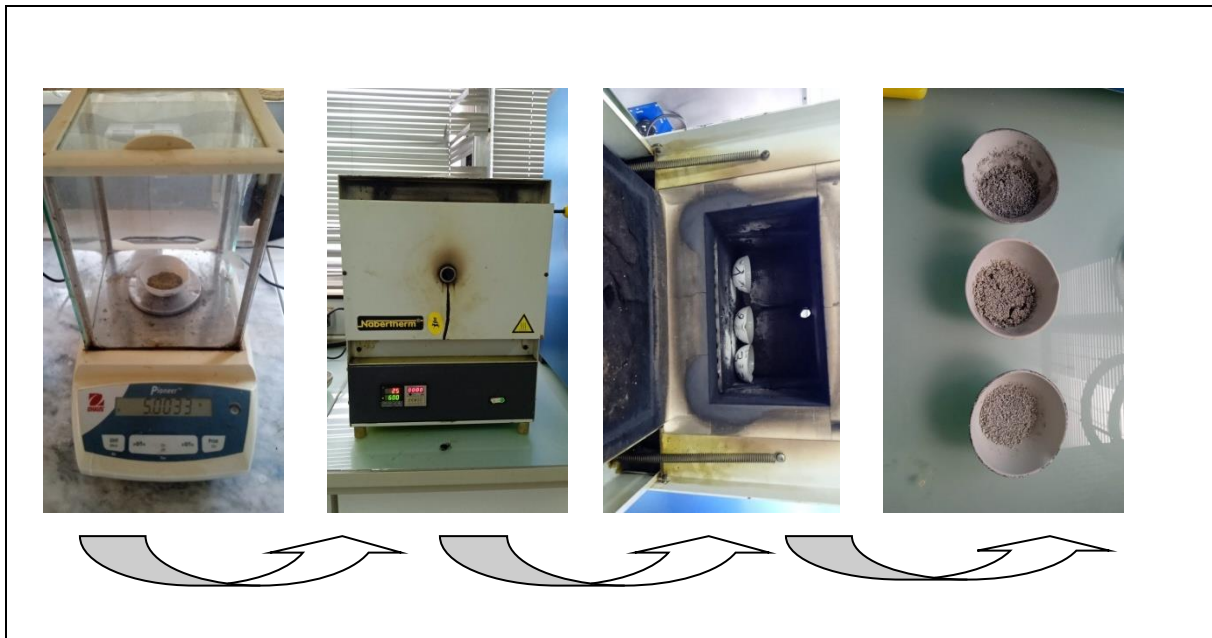


Figure N°IV.5 : Etapes de minéralisation de la poudre de fenouil.

IV.2.3. Détermination des sucres totaux (méthode de Lane-Eynon)[49]

Les étapes de la méthode :

- A-Préparation du réactif
- B-Préparation de l'étalon de sucre
- C-Préparation de l'échantillon
- D-Titrage à blanc
- E-Titrage de l'échantillon

➤ Matériels et réactifs :

Matériels	Réactifs
<ul style="list-style-type: none">▪ Fioles jaugées▪ Flacons en verre▪ Plaque chauffante▪ Bain marie▪ Papier filtre▪ Burette▪ Béchers	<ul style="list-style-type: none">▪ L'eau distillée▪ Sulfate de cuivre ($\text{Cu}_2\text{SO}_4, 5 \text{H}_2\text{O}$)▪ NaOH 20%▪ HCL▪ Sucrose▪ Bleue de méthylène▪ Phénophtaléine

➤ Mode opératoire

A-Préparation des réactifs

A-1 Préparation de la solution Fehling A :

- dissoudre de 34g de sulfate de cuivre ($\text{Cu}_2\text{SO}_4, 5 \text{H}_2\text{O}$) dans 200 ml d'eau distillée ;
- diluer à 500 ml et filtrer sur papier filtre ;
- conserver dans un endroit sombre et frais.

A-2 Préparation de la solution Fehling B :

- dissoudre 173 g de tartrate de potassium et de sodium ($4\text{H}_2\text{O}$) et 50 g de NaOH dans 200 ml d'eau distillée et diluer à 500 ml ;
- laisser reposer pendant 2 jours et filtrer sur papier filtre ;
- conserver dans un endroit sombre et froid.

B-Préparation de l'étalon de sucre

B-1 Solution mère (10mg/ml) :

- prendre le poids de 5 g de sucrose ;
- transférer le sucrose dans une fiole jaugée de 500 ml ;
- ajouter 2,5 ml de HCL concentré ;
- Ajouter 100 ml d'eau distillé ;
- dissoudre complètement le sucrose dans l'eau en faisant tourner le flacon ;
- laisser reposer le flacon 3jours à température ambiante ;
- après3 jours, ajouter suffisamment d'eau et faire le volume final de 500 ml ;
- agiter le flacon pour mélanger le contenu.



Figure N°IV.6 :Solution mère de l'étalon de sucre.

B-2 Solution de travail (2,5 mg/ml) :

- mesurer 62,2 ml de solution mère de sucre ;
- transférer la solution mère de sucre dans 250 ml – fiole jaugée ;
- ajouter quelques gouttes de solution d'indicateur de phénolphtaléine ;
- neutraliser la solution de sucre à l'aide d'une solution de NaOH à 20 % jusqu'à ce que la solution de couleur rose pale soit obtenu ;
- utilisez 1N d'HCL pour ajuster la couleur si une couleur rose foncé se forme ;
- ajouter suffisamment d'eau et faire le volume final de 250 ml et agiter le flacon.

C- Préparation de l'échantillon

- prenez 5g de portion homogénéisée d'échantillon de flacon et notez le poids ;
- ajouter 150 ml d'eau préchauffée à 60 °C ;
- laisser reposer dans un bain-marie pendant 30 min ;
- après 30 min, transférer le contenu du flacon dans le 250 ml – fiole jaugée ;
- ajouter suffisamment d'eau et faire le volume final de 250 ml ;
- filtrer la solution d'échantillon ;
- pipeter 50 ml de filtrat dans une fiole jaugée (100 ml) ;
- ajouter 2,5 ml de HCL concentré dans le flacon ;
- après 24 heures, ajouter quelques gouttes de solution d'indicateur de phénolphtaléine ;
- neutraliser la solution sucrée avec une solution de NaOH à 20 % jusqu'à ce que la solution de couleur rose pale soit obtenu ;
- utilisez 1N d'HCL pour ajuster la couleur avec une rose pale si une couleur rose foncé se forme
- ajouter suffisamment d'eau et faire le volume final de 100 ml et agiter le Flacon



Figure N° IV.7 : Filtration de l'échantillon.

D-Titrage à blanc

- Prenez 5ml de solution de Fehling A et 5 ml de solution Fehling B dans le flacon ;
- Ajouter 30 ml d'eau distillée ;
- Placer le flacon sur une plaque chauffante préchauffée ;
- Remplir la burette avec la solution étalon de travail de sucre et noter la lecture initiale de la burette du titrage à blanc ;
- Ajouter environ 17 ml de solution standard de travail de la burette ;
- Réglez la chaleur pour que l'ébullition commence dans 3min ;
- Après 2 min d'ébullition, ajouter 4 gouttes de bleu de méthylène 1% ;
- Allumer l'agitateur magnétique, nous devons terminer le titrage en 3 min ;
- Commence le titrage en ajoutant une goutte d'étalon de travail de sucre (2,5 mg/) et continuer l'ajout pendant 3à5 seconde ;
- Titrage complet en 3 min jusqu'à ce qu'une couleur orange vif apparaisse.

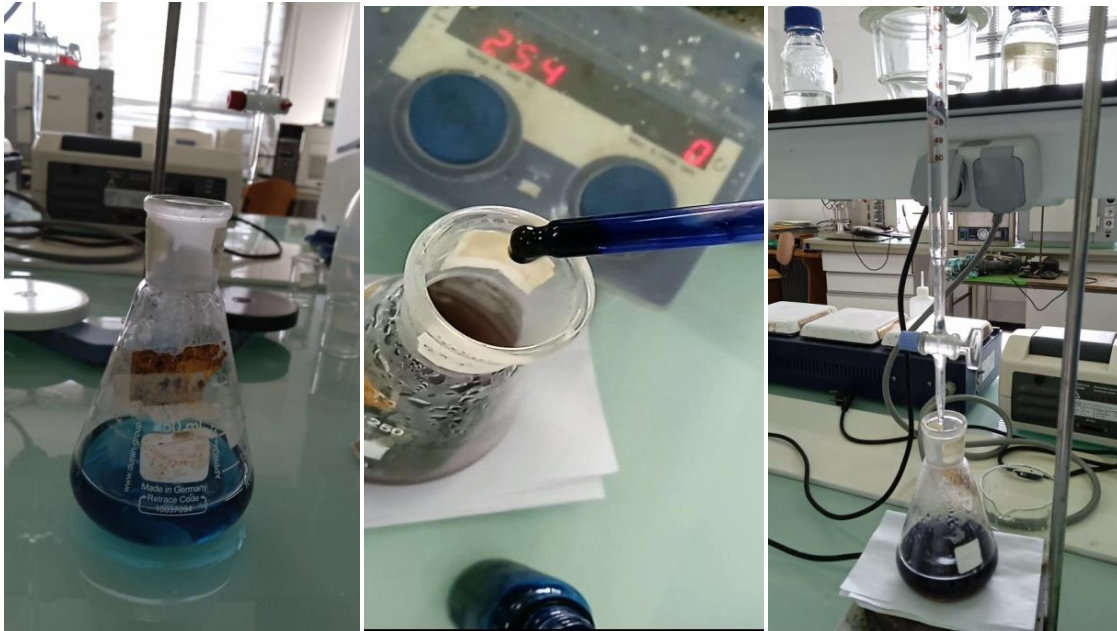


Figure N° IV.8 : Etapes de titrage à blanc.

E- Titrage de l'échantillon :

Les mêmes étapes de titrage à blanc sauf :

Nous ajoutons 5 ml de solution d'échantillon et ajouter un peu d'eau distillée pour diluer le contenu à environ 50 ml

➤ **Expression des résultats**

- Volume de l'étalon de travail pour le titrage à blanc

B = Lecture finale de la burette – lecture initiale de la burette

- Volume de l'étalon de travail pour le titrage de l'échantillon

S = Lecture finale de la burette – lecture initiale de la burette

- Concentration de l'étalon de travail de sucre $C = 2,5 \text{ mg/ml} = 0,0025 \text{ g/ml}$

- Poids de l'échantillon $W = 5 \text{ g}$

- Volume de la solution d'échantillon finale utilisée pendant le titrage $V = 5$ ml

L'équation est :

$$(B-S) \times C \times 250 \times 100 \times 100 / W \times V \times 50$$

IV.3. Extraction de l'huile essentielle des graines de fenouil

IV.3.1. Extraction par hydrodistillation

Le rendement d'extraction des métabolites à partir de matières végétales repose principalement sur le choix approprié de la méthode d'extraction.

➤ Principe

La technique utilisée dans cette étude est l'hydrodistillation qui est le procédé le plus répandu, l'hydrodistillation C'est une méthode très efficace pour l'extraction des huiles essentielles et des composés odorants de la matière végétale [4].

L'hydrodistillation consiste à immerger le matériel végétal dans un bain d'eau. L'ensemble est porté à ébullition, la chaleur provoque l'éclatement et la libération des molécules volatiles contenues dans les cellules végétales. Le mélange volatil est ensuite refroidi, condensé puis séparé en une phase aqueuse et une phase organique qui constitue l'huile essentielle.

IV.3.1.1. Dispositif d'extraction :

L'extraction de l'huile essentielle (HE) des graines du fenouil a été faite par un hydrodistillateur de type Clevenger (1928), qui est constitué d'un chauffe à plaque, un erlenmeyer à vide en verre pyrex où l'on place le matériel végétal et de l'eau distillée, d'une colonne de condensation de la vapeur (réfrigérant) qui vient de l'échauffement de l'erlenmeyer à vide et une ampoule à décanter qui reçoit les extraits de la distillation .

➤ Réactifs et matériels utilisés

Réactifs	Matériels
<ul style="list-style-type: none">• Hydrodistillateur de type Clevenger (1928)• Erlenmeyer en verre• Porcelaine• Papier Aluminium• Ampoule à décanter• Plaque chauffante	<ul style="list-style-type: none">• Eau distillé• Eau de robinet• Poudre des graines de fenouil• Sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4).

• Mode opératoire

-Cent grammes (200g) des graines du fenouil sont mises dans un erlenmeyer à vide de 2000ml ;

Remplir avec de l'eau distillée jusqu'au 2/3 de sa capacité ;

-En ajoutant 2 petits morceaux de porcelaine blanche pour enrichir la vaporisation et calmer l'ébullition ;

-Après une durée moyenne de 45 min. L'ensemble est porté à ébullition, elle est ensuite condensée en passant par le condensateur, qu'est fixé par un support approprié en position inclinée pour faciliter l'écoulement du distillat ;

-Après l'apparition de la première goutte de distillat à la sortie du tube de condensation de la vapeur,

-Ensuite, on couvre le distillat avec du papier Aluminium afin d'éviter toute dégradation.



Figure N°IV.9 : Montage utilisé dans l'extraction par hydrodistillation de l'huile essentielle de *F. vulgare*

L'extraction dure trois heures. Le comptage du temps commence dès l'apparition des premières gouttes de l'hydrolat. Le distillat obtenu est récupéré dans une ampoule à décanter. Le mélange est laissé au repos quelques minutes, ce qui résulte l'apparition de deux phases, l'une est organique (huile essentielle) et l'autre est aqueux (Figure IV.9)

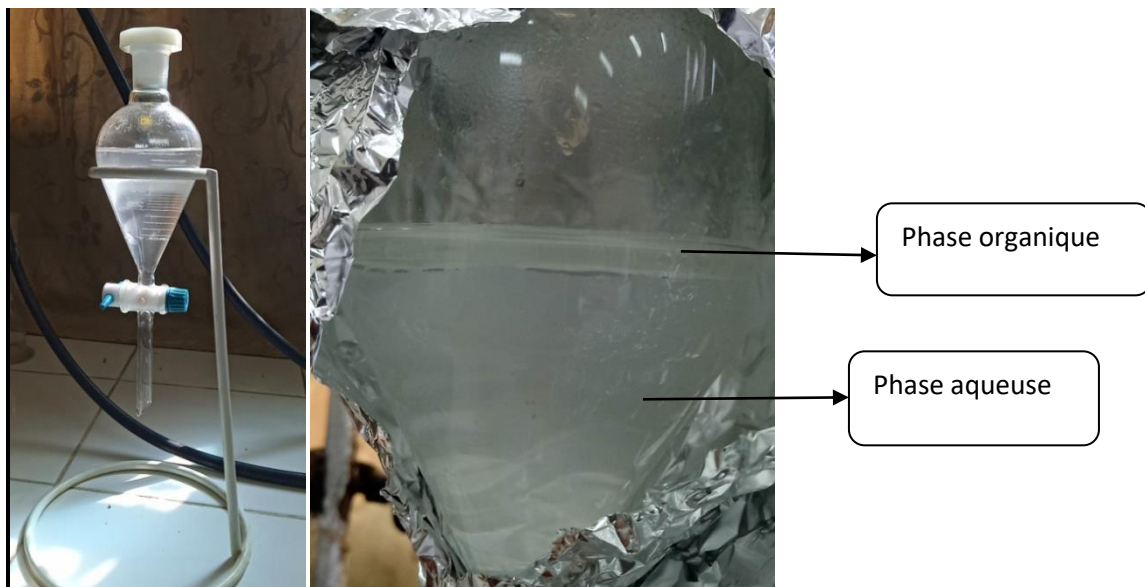


Figure N°IV.10 : Figure représentative de la séparation des deux phases aqueuse et organique (décantation).

En fin, le distillat est recueilli dans le collecteur et l'huile essentielle des graines du fenouil sera par la suite récupérée dans un flacon approprié, pour éliminer toute trace d'eau qui peut éventuellement subsister, nous avons déshydraté l'huile essentielle obtenu par le sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4).

IV.3.2. Rendement d'extraction

Le rendement de l'huile essentielle est défini comme étant la quantité maximale d'huile essentielle que fournit une masse donnée de végétal pendant une période donnée. L'huile essentielle est par la suite pesée dans une balance de précision (0,0001 g).

Le rendement de l'huile essentielle est calculé par la formule suivante :

$$R_{HE\%} = (M'/M) \times 100$$

Sachant que :

$R_{HE\%}$: rendement en pourcentage ;

M' : masse de l'huile essentielle obtenue en gramme ;

M : masse des graines du fenouil utilisée en gramme et qui vaut 100 g.

IV.3.3. Conservation

L'huile essentielle obtenue est conservée dans des flacons en verre ambré hermétiquement fermés, à l'abri de la lumière, au frais à 4°C, afin d'éviter tout risque d'altération. Car l'effet de l'air induirait une oxydation, et celui de la lumière génère une polymérisation [40].



Figure N° IV.11 : Conservation de l'huile essentielle.

IV.4. Propriétés organoleptiques :

Afin d'évaluer les caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle obtenu notamment l'aspect, la couleur et l'odeur. L'analyse sensorielle, des observations visuelles ont été effectuées dans des conditions d'éclairage standardisé.

IV.5. Détermination des teneurs en métabolites secondaires

IV.5.1. Les polyphénols

Principe

Les polyphénols ont été déterminés par spectrophotométrie selon la méthode de Folin-Ciocalteu, ce réactif de Folin-Ciocalteu de couleur jaune est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3Pm_{12}O_{40}$). Le réactif de Folin-Ciocalteu oxyde les polyphénols et conduit à la formation d'un complexe de tungstène (W_8O_{23}) et de molybdène (Mo_8O_{23}), de coloration bleu qui absorbe à une longueur d'onde de 750 nm. Lorsque les polyphénols sont oxydés, ils réduisent le réactif Folin-Ciocalteu en un complexe ayant une couleur bleue constitué d'oxyde de tungstène et de molybdène. L'intensité de la couleur est proportionnelle aux taux des composés phénoliques oxydés [4].

Matériels et méthodes

➤ Réactifs et matériels

Réactifs	Matériels
<ul style="list-style-type: none">• Acide gallique• Folin-Ciocalteu• Ethanol• Bicarbonate de sodium à 20%• Eau distillé.	<ul style="list-style-type: none">• Balance• Tubes à essai• Spectrophotomètre UV

a. Préparation des réactifs utilisés

polyphénol témoins : l'acide gallique pour la réalisation de la gamme d'étalonnage en milieu aqueux.

Réactif de Folin-Ciocalteu : à 1ml du réactif Folin Ciocalteu on a ajouté 9ml d'éthanol.

Bicarbonate de sodium à 20% : 2.5mg agité dans 12ml d'eau distillé.

b. Préparation de la gamme d'étalonnage de l'acide gallique

Une gamme de 7 concentrations d'acide gallique allant de 200 $\mu\text{g/ml}$ à 3.13 $\mu\text{g/ml}$ a été préparée à partir d'une solution mère de 0.2 mg/ml de concentration.

Tableau IV.1 : Concentrations d'acide gallique pour chaque dilution.

Dilutions	S	S/2	S/4	S/8	S/16	S/32	S/64
Concentrations d'acide gallique ($\mu\text{g/ml}$)	200	100	50	25	12.5	6.25	3.13

Dilution de la solution

- Peser 2 mg d'acide gallique et les dissoudre dans 10 ml d'éthanol, soit une solution (S1) avec une concentration de 0.2 mg/ml ;

Matériels et méthodes

- Prélever 5ml de la solution mère et ajouter 5 ml d'eau distillée et l'en obtient (dilution S/2) ;
- Prélever 5 ml de la solution (S/2) puis rajouter 5 ml d'eau distillée et l'en obtient la dilution S/4.

On a refait la même procédure pour les autres dilutions.

➤ **Protocole**

- 0.5 ml de chaque dilution d'échantillon a été prélevé dans des tubes à essais ;
- Ajoutant 5 ml d'eau distillée dans chaque tube ;
- 0.5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu's a été ajouté, le tout subi une agitation ;
- Après 3 min, 0.5 ml de carbonate de sodium a été ajouté ;
- Incubation pendant une heure à température ambiante, à l'abri de la lumière.

Le blanc : 5 ml d'eau distillée additionné + 0,5 ml de Folin-Ciocalteu's + 0,5 ml de carbonate de sodium à 20 %.

Matériels et méthodes

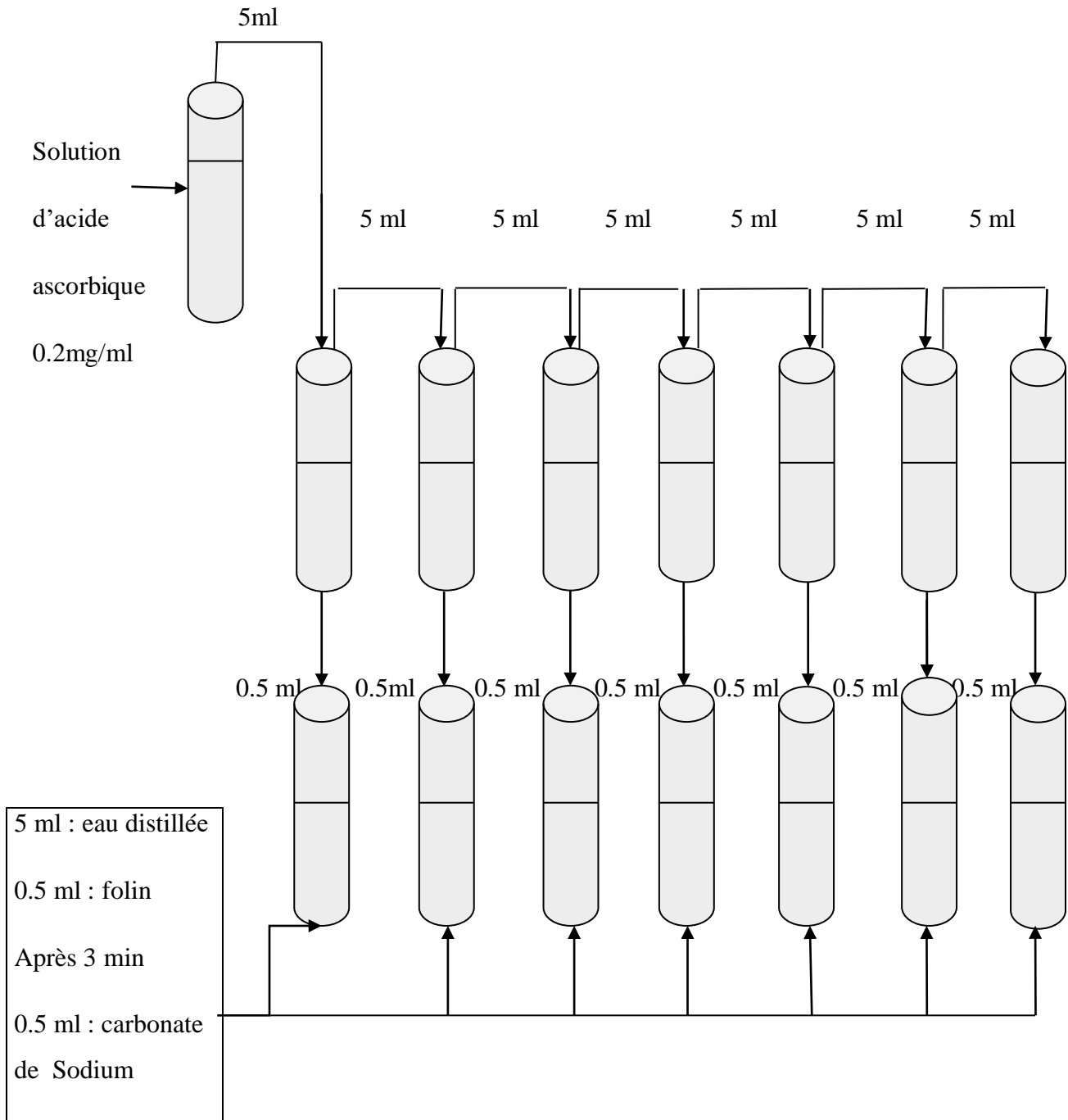


Figure N°IV.12 : Protocole de préparation de l'acide ascorbique.

c. Préparation de la solution de l'huile essentielle

➤ Mode opératoire

- Prélever 1 ml d'huile essentielle des graines de fenouil ;
- Ajouter 1ml d'éthanol ;
- Ajouter 1ml du réactif de Folin- Ciocalteu ;
- après 3min, 0,5ml de carbonate de sodium est ajouté ;
- agiter et laisser reposer pendant une heure à l'obscurité et à température ambiante.

La lecture des absorbances est effectuée contre un blanc à l'aide d'un spectrophotomètre UV à 765 nm.

➤ Expression des résultats

La concentration en composés phénoliques est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard d'étalonnage.

IV.5.2.Les flavonoïdes

La quantification des flavonoïdes a été déterminée en fonction d'une courbe d'étalonnage réalisée par l'étalon standard : Quercétine à des différentes concentrations (10-70µg/ml).

➤ Matériels et réactifs

Réactifs	Matériels
<ul style="list-style-type: none">• Huile essentielle de fenouil• Chlorure d'aluminium (AlCl₃)• Ethanol• Quercétine	<ul style="list-style-type: none">• Tubes à essai• Micropipette• Béchers• Balance analytique• Spectrophotomètre UV• Cuvettes en quartz

Matériels et méthodes

Réactifs et extraits utilisés

- 0.5g de Chlorure d'aluminium ($AlCl_3$) dissous dans 25ml de l'éthanol ;
- Solution mère du standard : 25mg de Quercétine dissous dans 25ml de l'éthanol, de 1mg/ml de concentration.

Mode opératoire

a- Préparation de la gamme d'étalonnage

Une gamme de 7 concentrations de quercétine allant de 10 à 70 μ g /ml a été préparée à partir de la solution mère.

Tableau N°IV.2 : Concentrations mères et filles de quercétine.

Concentrations (μ g/ml)	10	20	30	40	50	60	70
Solutions filles	50	100	150	200	250	300	350

b-Analyse du standard

- Des aliquotes de 50 à 350 μ l de la solution mère de Quercétine ont été introduites dans une série de tubes à essai ;
- Le volume finale dans chaque tube a été complété à 5 ml par addition du l'éthanol absolu ;
- 1 ml a été prélevé de chaque tube et transféré à un autre. ;
- 1 ml de la solution éthanolique du chlorure d'aluminium à 2 % y a été ajouté ;
- Après 30mn d'incubation, l'absorbance est lue à 430 nm.

c-Analyse de l'huile essentielle

- Deux tubes à essai ont été préparées ;
- 1 ml de l'huile essentielle de fenouil a été introduit ;
- 1 ml de la solution éthanolique du chlorure d'aluminium à 2 % a été additionné à chacun des tubes ;

- Après 10 mn, l'absorbance est lue à 430 nm.

IV.6. L'analyse de l'huile essentielle de F.vulgare

Pour l'identification des composés volatiles de l'huile extraite, nous avons utilisé la technique de chromatographie en phase gazeuse à la Société National de Pharmacie SAIDAL

IV.6.1.Chromatographie en phase gazeuse CPG

IV.6.1.1.Conditions d'analyses CPG

Avant d'être analysé l'huile essentielle a été diluée dix fois avec du méthanol.

Les conditions analytiques opératoires sont les suivantes :

-Colonne capillaire HP-5-MS Crosslinked 5% phenyl methylsiloxane (longueur 30 m, diamètre interne 0,25 mm) ; épaisseur du film de 0,25 μm ;

-Détecteur FID réglé à 280 °C et alimenté par un mélange de gaz H₂/Air ;

- Mode d'injection split avec un rapport de 1/50 : 50ml/min ;

- Le gaz vecteur utilisé est l'azote avec un débit de 1 ml.min⁻¹ ;

-Volume injecté 0,2 μl ;

- La température de la colonne est programmée de 35°C en isotherme pendant 2 min à 320 °C pendant 3 min à raison d'une montée de 5 °C.min⁻¹.

La quantification des différents constituants a été réalisée par GC-FID.

➤ Mode opératoire

- Alimenter en premier lieu le gaz vecteur (ouvertures des vannes des bouteilles de gaz comprimés) ;
- On règle les températures qu'on veut atteindre et on attend jusqu'à l'apparition d'une fenêtre jaune indiquant « Ready »

Pour ce faire :

-Programs

- Edit programs (Oven, injector 1, Injector 2, Detector 1, et Detector 2)

- (Si on veut réguler la température du four) : Oven : Temp Select (XXX °C) → OK

-PR2100: Load Program (1) → OK

-Waiting to Ready → Ready

- Injection par la micro seringue en mettant l'aiguille jusqu'à rat avec l'injecteur, il faut s'assurer qu'on a éliminé les bulles d'air au sein de cette micro seringue (mouvement de montée et de descente du piston), on appui sur le piston et en même temps on appuie sur « START » ;
- Après avoir les pics correspondants aux différents composés susceptibles d'être analysés, on appuie sur « END » c'est-à-dire END ACQUISITION et on passe aux « Résultats » (« Audit et Résultats » (Référence), on n'appuie sur « STOP » que si on va éteindre l'appareil pour l'arrêt total (bien sûr après avoir laissant le chromatographe se refroidir pour éviter les risques d'incendies) [37].
 - Expression des résultats

Le chromatogramme de l'huile essentielle comporte plusieurs pics. Chaque pic est représenté par un temps de rétention qui représente la nature du composé de l'huile essentielle et par un pourcentage de l'aire du pic, qui constitue le pourcentage du composé de l'huile par rapport aux autres composés.

IV.7. Evaluation des activités biologiques :

IV.7.1. Evaluation de l'activité anti-oxydante par la méthode de réduction du radical libre du DPPH* :

➤ Principe

Dans notre étude, le principe de ce test, consiste à mettre en évidence la capacité des composés antioxydants de céder des hydrogènes en utilisant une mesure photo spectrométrique UV visible suivant la disparition de la couleur violette d'une solution méthanolique ou éthanolique contenant le radical libre DPPH• (2,2-Diphenyl-1-picrylhydrazyl) .

Le DPPH* est un radical libre de couleur violette avec une absorbance à 517 nm. En présence de composés anti-radicalaires, le radical DPPH* est réduit et change de couleur en virant au jaune.

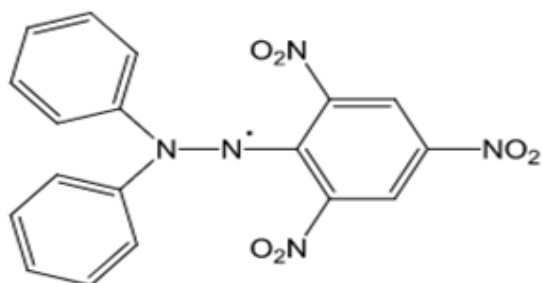


Figure N°IV.13 : Formule chimique du radical 2,2'-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH*).

Les absorbances mesurées à 517 nm servent à calculer le pourcentage d'inhibition du radical DPPH*, qui est proportionnel au pouvoir anti radicalaire de l'échantillon, la décroissance de l'absorbance mesurée reflète la capacité antioxydante à capturer le radical libre DPPH* [4], [24]. Le pourcentage d'activité (I%) est donné par la relation :

$$I\% = [(A_{\text{blanc}} - A_{\text{éch}}) / A_{\text{blanc}}] \cdot 100$$

Matériels et méthodes

A_{ech} : Absorbance de l'échantillon testé

A_{blanc} : Représente l'absorbance du DPPH de l'éthanol.

En présence de composés capables de transférer un électron ou de donner un hydrogène, au cours d'une réaction de réduction-oxydation, le DPPH* se réduira avec la perte de cette couleur violette (figure N°IV.7). Le DPPH• est utilisé actuellement pour mesurer l'activité antioxydante des composées. L'antioxydant (comme trolox) va réagir avec le DPPH*, en lui transférant un radical hydrogène H*. En mesurant l'absorbance de la solution [7].

L'évaluation préliminaire de l'activité antioxydante de l'huile essentielle de *F. vulgare* a été réalisée en utilisant la méthode du radical stable 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH), qui a été initialement développée par Blois (1958) [50].

➤ Matériels et réactifs

Réactifs	Matériels
<ul style="list-style-type: none">• L'huile essentielle de fenouil• Solution de DPPH*• Méthanol• Acide ascorbique	<ul style="list-style-type: none">• Spectrophotomètre UV-visible• Micropipettes• Cuvettes en quartz• Tubes à essai

Préparation de la solution méthanolique de DPPH*

➤ Mode opératoire

Pour la détermination de l'activité antioxydante :

- Une solution méthanolique de DPPH* a été préparée en dissolvant 4mg de ce produit dans 200 ml de méthanol à une concentration de 0.2mg/ml,
- 10 mg d'acide ascorbique est ajouté à 1 ml de méthanol qu'on a utilisé comme un étalon positif, 1950 μ l de DPPH* a été ajouté pour former un volume total de 2ml ;
- 50 μ l de l'huile essentielle de *F.vulgare* à une concentration donnée, sont ajoutée à 1950 μ l de DPPH* préparé ;

Matériels et méthodes

- La solution de référence et l'huile essentielle sont testées à différentes concentrations de 20 à 2500 µg/ml ;
- Le mélange est bien agité, après une heure d'incubation à l'obscurité ;
- Dans un spectrophotomètre, une cuve en quartz de 1 ml est soigneusement remplie de ce mélange et l'absorbance maximale est mesurée à la longueur d'onde de 517 nm.



Figure N°IV.14 : Solution de DPPH* préparée.

➤ Expression des résultats

Détermination de pourcentage d'inhibition IC50 :

Le pourcentage d'inhibition du DPPH* (I%) est calculé selon la formule :

$$\% I = (Abs_{\text{blanc}} - Abs_{\text{éch}} / Abs_{\text{blanc}} \times 100$$

Abs blanc : Absorbance mesurée pour le blanc.

Abs éch : Absorbance mesurée pour chaque échantillon.

IV.7.2 Evaluation de l'activité antimicrobienne

IV.7.2.1 Les microorganismes-cibles

Les microorganismes-cibles utilisés pour rechercher l'activité antimicrobienne sont sélectionnés parmi les bactéries (à Gram positif et à Gram négatif), les champignons et levures. L'activité antimicrobienne a été mesurée par la méthode des puits contre des bactéries, Levure, Champignons :

- Bactéries à Gram positif : *Bacillus subtilis* (Bs) ATCC 6633, et *Staphylococcus aureus* (Sa).
- Bactéries à Gram négatif : *Escherichia coli* (Ec) ATCC 8739, *Pseudomonas aeruginosa* (Pa) CIP A22.
- **Levure** : *Candida albicans*
- **Champignons** filamenteux : *Aspergillus carbonarius* M333, *Umbelopsis ramanniana* (NRRL 1829), *Penicillium expansum* (NRRL 3251).

Certains de ces germes sont pathogènes pour l'homme ou pour les plantes (phytopathogènes), ou toxigènes. Ils proviennent de la collection du laboratoire de recherche de microbiologie (LBSM : Laboratoire de Biologie des Systèmes Microbiens. ENS Kouba)

➤ Matériels et réactifs

Réactifs	Matériels
<ul style="list-style-type: none">• Huile essentielle de fenouil• Souches microbiennes• Méthanol• Gélose nutritif• Potato dextrose agar	<ul style="list-style-type: none">• Boîtes de Pétri stériles• Pipettes stériles• Micropipettes• Embouts• Agitateur• Incubateur

IV.7.2.2. Les milieux de culture

Les milieux de culture utilisés sont : milieu gélose nutritif qui est utilisé en microbiologie pour la culture et l'isolement de microorganismes pour les bactéries et PDA (Potato Dextrose Agar) pour les champignons (semi solide, 12 g d'agar par litre),

➤ Mode opératoire

- 12g d'agar sont pesés et dissous dans 1 L d'eau distillé pour obtenir le milieu gélosé ;
- Le milieu de culture est autoclavé et laissé à refroidir ;
- 150 µl de la suspension microbienne sont ajoutés pour 100 ml de milieu ;
- Environ 20 ml du mélange sont coulés dans chaque boites de Petri stérile ;
- Le milieu est laissé à se solidifier à température ambiante ;
- Aprèssolidification du milieu, des puits de 6 mm de diamètre ont été introduits à l'aide d'une pipette Pasteur stérile ;
- 30 µl d'échantillon de l'huile essentielle est pipeté avec précision dans les puits, le méthanol est utilisé comme témoin négatif ;
- Les boites de Petri sont incubées à la température optimale de croissance ;

L'activité antimicrobienne de l'huile essentielle de *F. Vulgare* a été évaluée à différentes concentrations (Tableau N°IV. 3)

Tableau N° IV.3 : Concentrations de l'huile essentielles étudiées.

Echantillon	A	B	C	D	E	F	M
Concentration (mg/ml)	250	125	62,5	31,2	15,6	7,8	Méthanol

➤ Expression des resultats

La lecture des résultats se fait en mesurant le diamètre des zones d'inhibition autour des puits.

Résultats et discussion

V. Résultats et discussion

V.1. Les caractéristiques physicochimique de la poudre des graines de fenouil :

V.1.1. L'humidité :

Le taux d'humidité des graines de *Foeniculum vulgare* est calculé comme suit pour les trois essais.

➤ **Calcul:**

$$H_1 (\%) = \frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100$$

$$M_i = 3\text{g}$$

$$M_{f1} = 2,851\text{g}$$

$$H_1 (\%) = \frac{3 - 2,851}{3} \times 100$$

$$H_1 (\%) = 4,966 \%$$

Tableau N°IV.4 : Résultats de séchage des 3 essais.

Nombre d'essais	Masse d'échantillon avant séchage (g) (Mi)	Masse d'échantillon après séchage (g) (Mf)	Taux d'humidité (%)	Taux d'humidité moyen (%)
Essai 1	3	2,851	4,966	4,877
Essai 2	3	2,858	4,733	
Essai 3	3	2,852	4,933	

Le taux d'humidité de graines de fenouil est de 4,87%, Ce taux est considéré comme étant faible, cette teneur est inférieure à 12%, elle est conforme au norme Pharmacopée

Résultats et discussion

européenne[51], ce qui indique un bon séchage et un stockage approprié des graines. L'état des graines utilisées exercerait une grande influence sur la variabilité de taux d'humidité, du fait que le séchage assure l'évaporation de l'eau ce qu'il donne par conséquent un taux d'humidité faible [40], les résultats de la teneur en eau et matière sèche des graines de fenouil sont regroupés dans la Figure V.1.

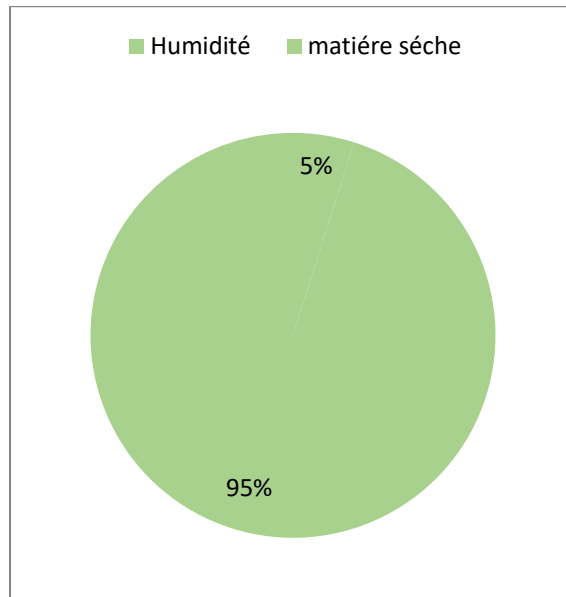


Tableau N°V.1 : Résultats de séchage des 3 essais.

V.1.2.Teneur en cendres

La teneur en cendres est obtenue suite à une calcination de l'échantillon végétal dans un four à moufle à 600 °C pendant 4 heures.

➤ **Calcul :**

$$M \% = (M_1 - M_2 / E) \times 100$$

$$M_1 \% = (27,099 - 22,583 / 5) \times 100$$

$$M_1 \% = 90,32 \%$$

$$Tc_1 \% = 100 - M_1\%$$

$$Tc_1 \% = 100 - 90,32$$

$$Tc_1 \% = 9,68 \%$$

Résultats et discussion

Les masses des creusets ainsi que les teneurs en cendres des trois essais sont mentionnés dans le tableau suivant :

Tableau N°V.5 : Résultats d'incinération de 3 essais.

Essais	Masse de creuset vide (g)	Masse de creuset après calcination (g)	Teneurs en cendres (%)	Teneur en cendres moyen (%)
Essai 1	22,099	22,583	9,68	9,59
Essai 2	23,927	24,398	9,42	
Essai 3	22,669	23,153	9,68	

Le taux moyen de la quantité de cendres des graines de fenouil étudiés est de 9,59% est supérieur à celui trouvé sur la même espèce par harrak et al (2022) 6,24 g/100 g de la matière sèche MS, la teneur importante en cendres peut être attribuée à la présence de minéraux comme ils ont mentionnés harrak et al (2022), notamment le potassium, le calcium, le sodium et le baryum (teneurs de l'ordre de 21,24 ; 5,57 ; 4,29 et 12,73 g/kg MS respectivement)[12].

V.1.3. Sucres totaux

➤ **Calcul :**

$$Ts\% = (B-S) \times C \times 250 \times 100 \times 100 / W \times V \times 50$$

- Ts % = Sucres totaux
- B = Volume de l'étalon de travail pour le titrage à blanc
- S = Volume de l'étalon de travail de sucre
- W= poids de l'échantillon
- V = Volume de la solution d'échantillon finale utilisé pendant le titrage

Résultats et discussion

On a :

Lecture finale de la burette = 30,5 ml

Lecture initial de la burette = 5 ml

Concentration de l'étalon de travail de sucre $C = 0,0025$ g/ml

Poids de l'échantillon $W = 5$ g

Volume de la solution d'échantillon finale utilisé pendant le titrage $V = 5$ ml

Lecture initiale de la burette de l'échantillon

➤ **Calcul :**

$B =$ Lecture finale de la burette – lecture initiale de la burette

$$B = 30,5 - 5 = 25,5 \text{ ml}$$

$S =$ Lecture finale de la burette – lecture initiale de la burette

$$S = 27,3 - 5 = 22,3 \text{ ml}$$

$$Ts \% = (B-S) \times C \times 250 \times 100 \times 100 / W \times V \times 50$$

$$Ts \% = (25,5 - 22,3) \times 0,0025 \times 250 \times 100 \times 100 / (5 \times 5 \times 50)$$

$$\mathbf{Ts \% = 16 \%}$$

Les sucres totaux des grains de fenouil sauvage est de 16%, le fenouil se caractérise par une teneur en glucides modérément élevée pour un légume frais, la teneur total en sucre de fenouil peut varier de 12% à 18% [51].

V.2.Extraction et rendement

Nous rappelons que les graines de *Foeniculum vulgare* Mill récoltées au niveau de la région de Boussaâda, par hydrodistillation après 3h d'extraction. Le rendement en huile essentielle exprimé en pourcentage, et il est calculé par la formule suivante :

$$R_{HE\%} = (M'/M) \times 100$$

M' : masse de l'huile essentielle = 5,7683 g

M : masse de la matière végétale = 200 g

$$R_{HE\%} = (5,7683/200) \times 100$$

$$R_{HE\%} = 2,8841 \%$$

La teneur en huile essentielle dans les graines de *Foeniculum vulgare* qu'on a extraites par hydrodistillation est de **2,88 %**, qui est appréciable. Des études réalisées sur les graines de la même espèce ont montré du rendement similaire. A titre d'exemple les études menées par Anwar et al (2009) [52] en Pakistan et Barrahi et al (2009) [53] au Maroc, ont trouvés un rendement de 2,81% et 2,82%, respectivement, mais aussi des rendement plus faibles que le nôtre, de 2,70% a été enregistré pour le fenouil étudié par Harrak et al (2022) [12], de 1% trouvé au Nord Ouest Algérien par Ouis et al (2014) [54], et de 2,34% déclaré par Alili et al (2022)[40].

Ces différences sont dues à plusieurs facteurs : l'origine géographique, les facteurs écologiques notamment climatiques (la température et l'humidité), l'espèce végétal elle-même, l'organe végétal, le stade de la croissance, la période de cueillette, *f. vulgare* a un meilleur rendement lorsqu'elle est collectée au stade végétatif aux mois de mars-avril, la conservation du matériel végétal et la méthode d'extraction [39], [52].

Tableau N°V.6. Exemples de rendements obtenus en huile essentielle extraite des graines du fenouil dans différents pays [7].

Origine	Algérie	Pakistan	Brésil	Turquie	Inde
Méthode d'extraction	Entrainement à la vapeur	Hydrodistillation type Clevenger	Hydrodistillation de type Clevenger	Hydrodistillation de type Clevenger	Hydrodistillation de type Clevenger
Rendement	2,7%	3,8%	2,4%	6,01%	1,2%

V.3. Les propriétés organoleptiques

Les huiles essentielles sont responsables des senteurs émises par les plantes aromatiques, Les caractéristiques organoleptiques (couleur, odeur et aspect) de l'huile essentielle de fenouil comparés avec les normes standards sont regroupées dans le tableau N°V.3.

Tableau N°V.7 : propriétés organoleptique de l'huile essentielle de fenouil.

Caractéristiques	Aspect	Couleur	Odeur
Huile Ess de F.vulgare	Liquide	Incolore	Anisée, épicée et aromatique
AFNOR [48]	Liquide, limpide	Jaune pale	Anisée, épicée et légèrement camphré

Les composants chimiques des huiles essentielles sont responsables à caractériser chaque huile, le trans-anéthol compte pour le goût d'anis, l'estragole fournit la douceur, alors que le fenchone donne le goût amer. Le fenchone est un liquide sans couleur possédant une odeur et un goût piquant et camphré [40]. Ces substances sont reconnues comme étant responsables de l'activité pharmacologique [46].

V.4.Détermination des teneurs en métabolites secondaires

V.4.1.Les polyphénols totaux

La quantification des composés phénoliques a été faite en fonction d'une courbe d'étalonnage linéaire ($y=ax+b$) réalisé par une solution étalon (l'acide gallique), l'acide gallique a été utilisé comme standard à différentes concentration. La courbe d'étalonnage d'acide gallique est présentée dans la figure N°V.2.

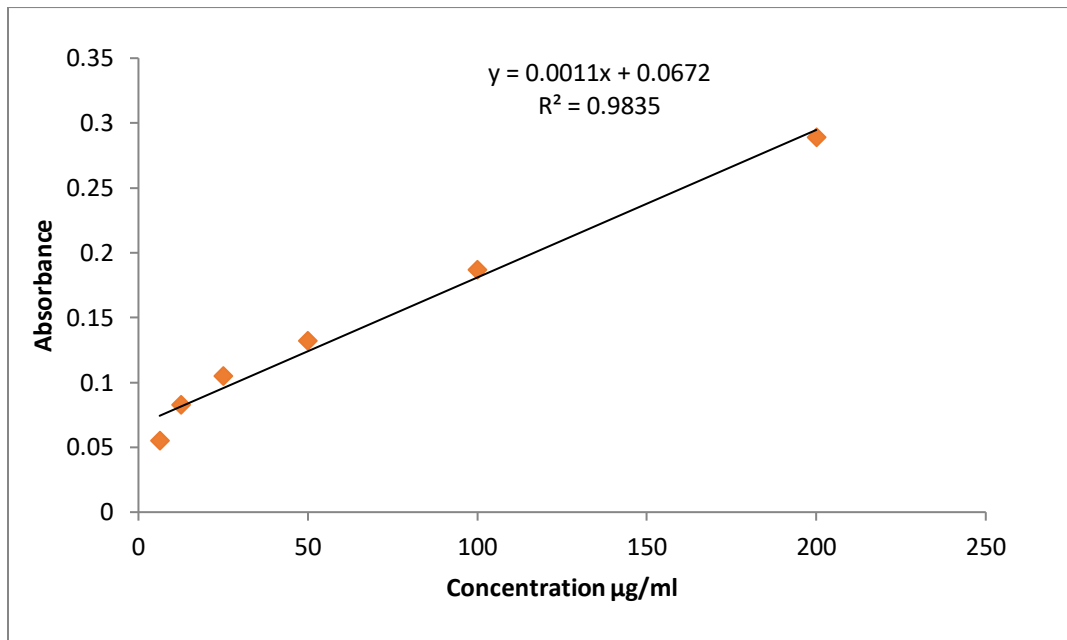


Figure N°V. 2 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique pour le dosage des phénols totaux

La concentration en composés phénoliques extractibles totaux est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage de l'acide gallique. Les résultats ont été exprimés en milligrammes équivalent d'acide gallique par gramme.

Les quantités des polyphénols correspondantes de l'huile essentielle est déterminé par l'équation de type : $y= 0,001x + 0,067$, sachant que $R^2=0,983$. La teneur en polyphénols dans l'huile essentielle de fenouil est de 204 en milligramme d'équivalent d'acide gallique par gramme de l'extrait. Les graines de fenouil provenant du Maroc ont enregistré les teneurs les plus élevés ayant atteint 959,24 mg EAG/ g MS [54]. Abdellaoui et al (2020), dans leurs étude comparative de fenouil sauvage et cultivé, ont montré que l'huile essentielle de graines de

Résultats et discussion

fenouil sauvage enregistré la teneur en polyphénols la plus élevée (222,24 mg EAG/ g MS) par rapport à celle du fenouil cultivé (139,68 mg EAG/ g MS) [55].

Les polyphénols sont très importants en raison de leurs effets bénéfiques sur la santé. Ils agissent en tant qu'antioxydants naturels et ont plus d'intérêt en tant qu'anti carcinogène, Les industries agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique utilisent également les polyphénols comme additifs [4],

V.4.2.Teneurs en flavonoïdes

Le dosage des flavonoïdes a été réalisé selon la méthode au trichlorure d'aluminium ($AlCl_3$) et la quercétine a été utilisée comme standard L'absorbance a été lue à une longueur d'onde de 430nm. Les valeurs ont été calculées selon la courbe d'étalonnage (Figure N°V.3), $y = 0,0074x + 0,0842$ et $R^2 = 0,989$. La teneur en flavonoïdes est de 138 mg EQ/g d'huile essentielle.

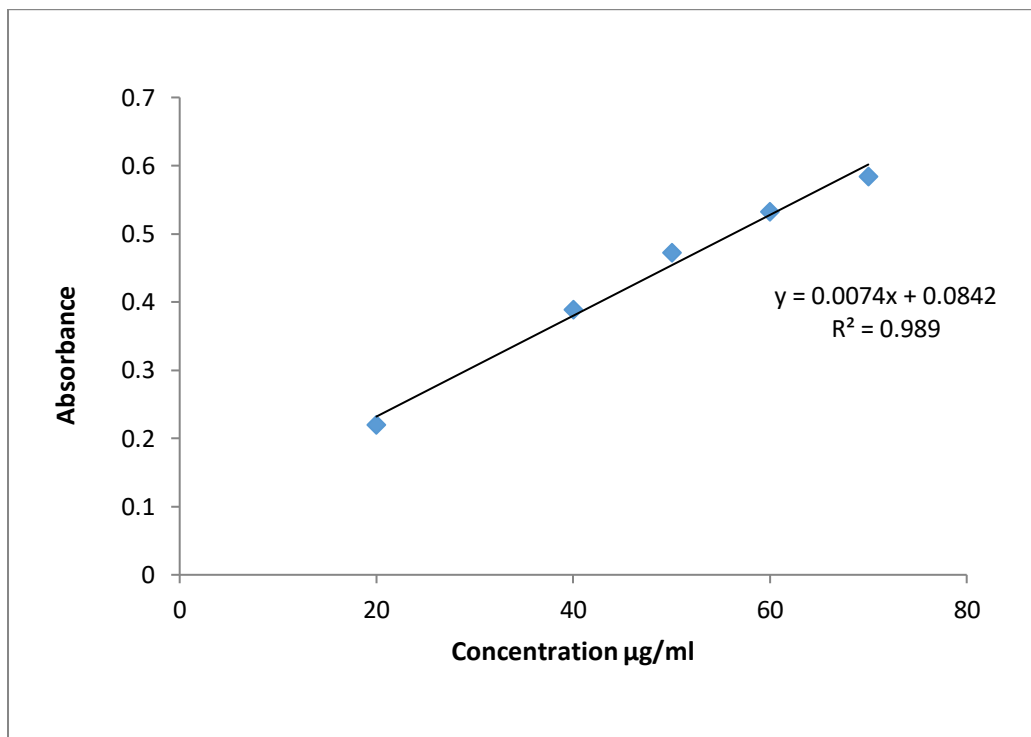


Figure N°V.3 : Courbe d'étalonnage de la quercétine.

V.5. L'analyse de l'huile essentielle de fenouil par CPG

Le profil chromatographique de l'essence des graines du fenouil reporté sur la Figure N°V.4 révèle 11 pics.

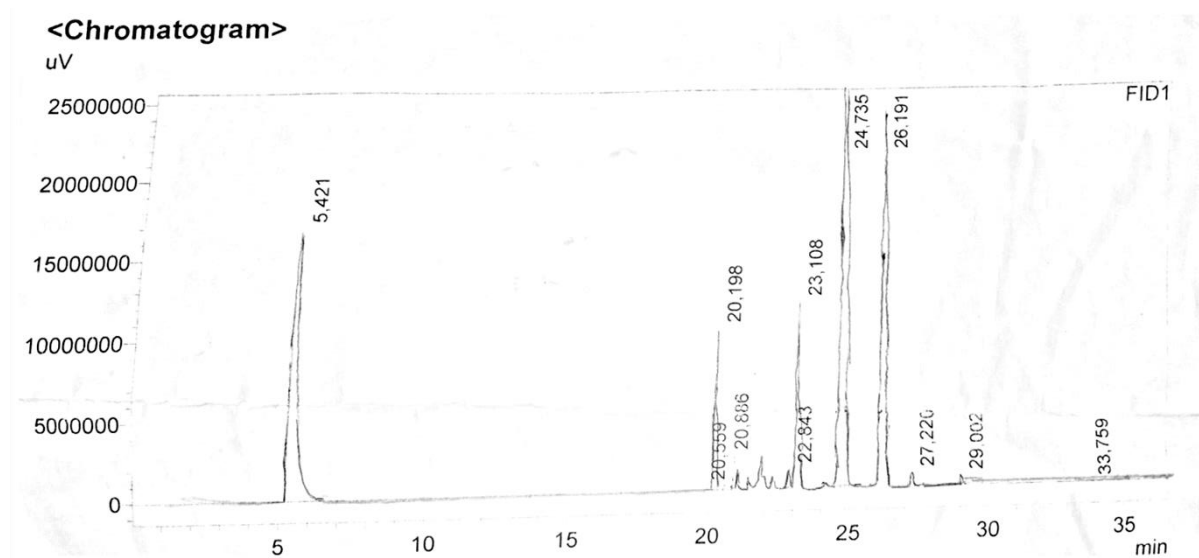


Figure N°V.4 : Profil chromatographique de l'H.E des graines de fenouil.

L'identification des composés contenus dans l'essence de fenouil a été réalisée par comparaison des temps de rétention des résultats obtenus et ceux qui sont cités dans la littérature et les températures d'ébullition de chaque composés, en prendre en considération leurs masses moléculaires et leurs polarités.

Le tableau suivant regroupe le temps de rétention de chaque pic obtenu, son surface spécifique dans l'HE étudiée.

Tableau N°V.8 : Regroupement des résultats de la CPG de l'HE de fenouil.

Pics	Temps de rétention (min)	Surface spécifique (en %)
1	5,421	23,506
2	20,198	4,446
3	20,559	0,120
4	20,886	0,783
5	22,843	0,532
6	23,108	7,207
7	24,735	36,553
8	26,191	26,156
9	27,220	0,419
10	29,002	0,272
11	33,759	0,08

Les résultats de l'analyse de l'huile essentielle par Chromatographie en phase gazeuse (CPG) a permis d'obtenir 11 pics dont 5 sont majoritaires avec des pourcentages des surfaces spécifiques varié de 5 à 36 %.

En raison de non disponibilité de la série d'alcane, on n'a pas pu identifier quantitativement les composées de notre huile essentielle.

En se basant sur les recherches antécédentes, les chercheurs ont communiqués les constatations suivantes :

Comparant les résultats rapportés en Turquie, en Algérie en Egypte dans l'étude de l'huile essentielle de *F.vulgare*, Ozcan et Chalchat (2006) [56], Ouis et al (2014) [54] et Shahat et al (2011) ont identifiés l'estragole comme étant le produit dominant dans l'essence extraite (40,29%, 83,28%, 58%), suivi par le limonène (17,66%, 8,65%, 20,64%) et la fenchone

Résultats et discussion

(16,90%, 5,37%, 7,22%) respectivement. Tandis que, l'H.E de la même espèce cultivé au Bangladesh a révélé que les constituants majeurs sont l'anéthole 58,54 %, le limonène 19,6%, le fenchone 7.72% [57], une autre étude sur l'H.Ess des graines de fenouil cultivées à Sétif (Est d'Algérie) constitué majoritairement de trans-anéthol (72,86%), de la fenchone (12,93%), de limonène (6,37%) et seulement de 3,41% d'estragole [11].

Cette variation de la composition chimique de l'essence des graines de fenouil d'un pays à l'autre pourraient être attribuées à plusieurs facteurs : conditions agroclimatiques : la situation géographique, le climat, au stade de maturité et au métabolites adaptif des plantes [52], [57].

V.6.Les activités biologiques

V.6.1. L'activité antioxydante :

Les résultats de l'absorbance de l'acide ascorbique et de l'huile essentielle sont présentés dans le tableau N°V.6.

Tableau N°V.9 : Variation de l'absorbance de l'acide ascorbique en fonction de la concentration.

Concentration (µg/ml)	50	250	500	1000	1500	2500
Absorbance acide ascorbique	0,192	0,165	0,128	0,094	0,052	0,014

L'absorbance de blanc est de 0,352.

Résultats et discussion

Les graphes suivants représentent le piégeage du DPPH par l'acide ascorbique (Figure N°V.5) et par l'huile essentielle de *F. vulgare* (Figure N°V.6).

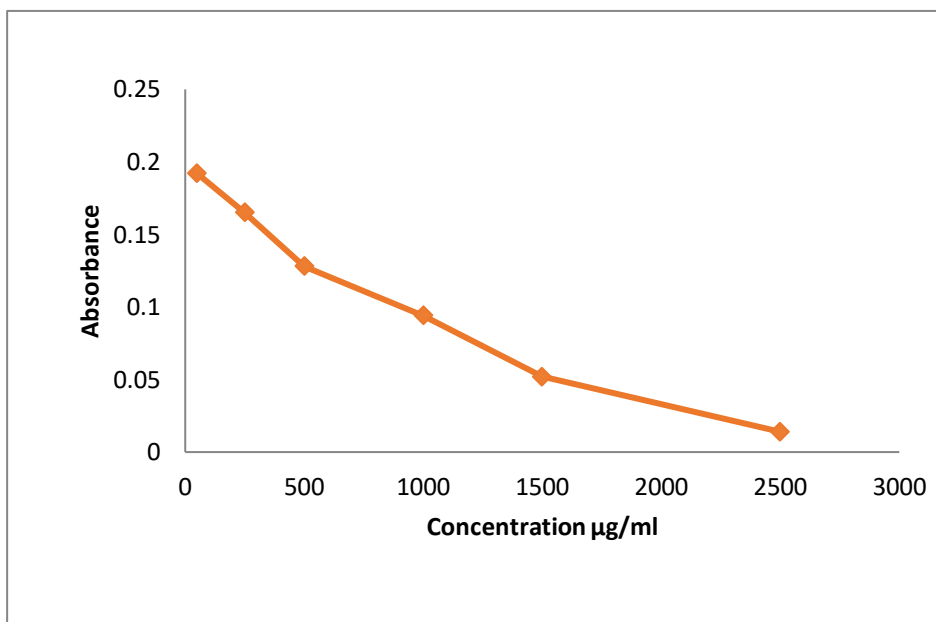


Figure N°V.5 : Piégeage de DPPH par l'acide ascorbique.

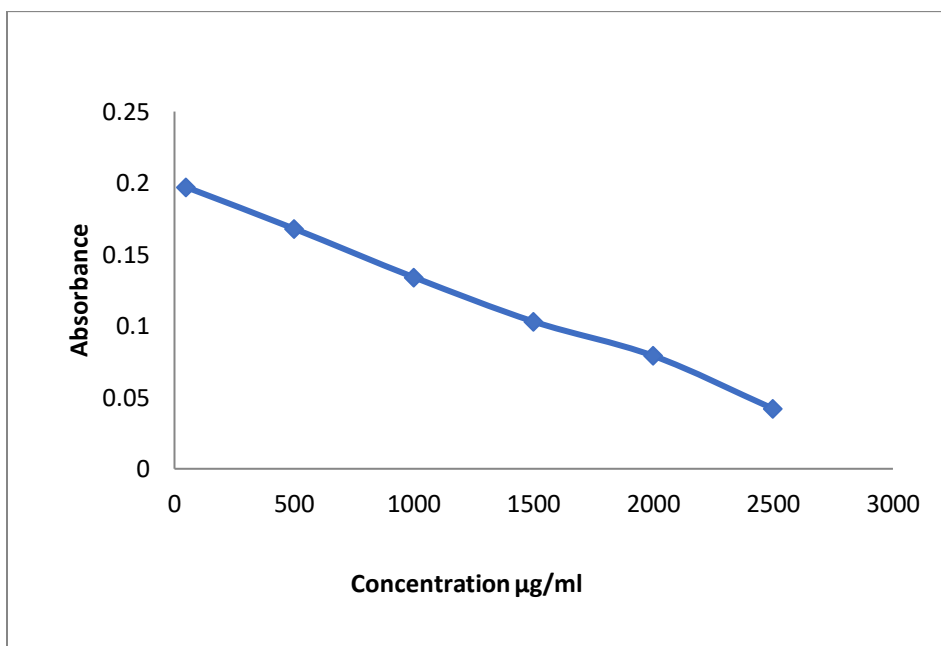


Figure N°V.6 : Piégeage du DPPH par l'huile essentielle.

Résultats et discussion

V.6.1.1. Détermination de L'IC50 :

L'IC50 est un paramètre utilisé pour estimer l'activité antioxydante, ce paramètre définit la concentration efficace du substrat qui cause la perte de 50% de l'activité du DPPH, requise pour diminuer la concentration initiale du radical DPPH° de 50%. Elle est inversement liée à la capacité antioxydante. Plus la valeur de l'IC50 est faible plus l'effet antioxydant est très élevé. Les IC 50 ont été déterminées à partir de l'équation (p : 54) qui détermine le pourcentage de réduction en fonction de la concentration de l'extrait en question.

Les résultats de l'activité anti-radicalaire de l'acide ascorbique et de l'huile essentielle de F.vulgare sont représentés dans les tableaux ci-dessous.

Tableau N°.V.10 : Variation de l'inhibition en fonction de la concentration de L'acide ascorbique :

C (µg/ml)	50	250	500	1000	1500	2500
I%	45,47	53,045	63,613	73,465	85,318	96,022

Tableau N°.V.11 : Variation de l'inhibition en fonction de la concentration de l'huile essentielle des graines du fenouil.

C (µg/ml)	50	250	500	1000	1500	2500
I%	44,03	52,15	61,93	70,70	77,64	88,03

Les IC50 sont déterminées graphiquement par les régressions linéaires des pourcentages d'inhibition de DPPH* en fonction des différentes concentrations des échantillons testées.

Résultats et discussion

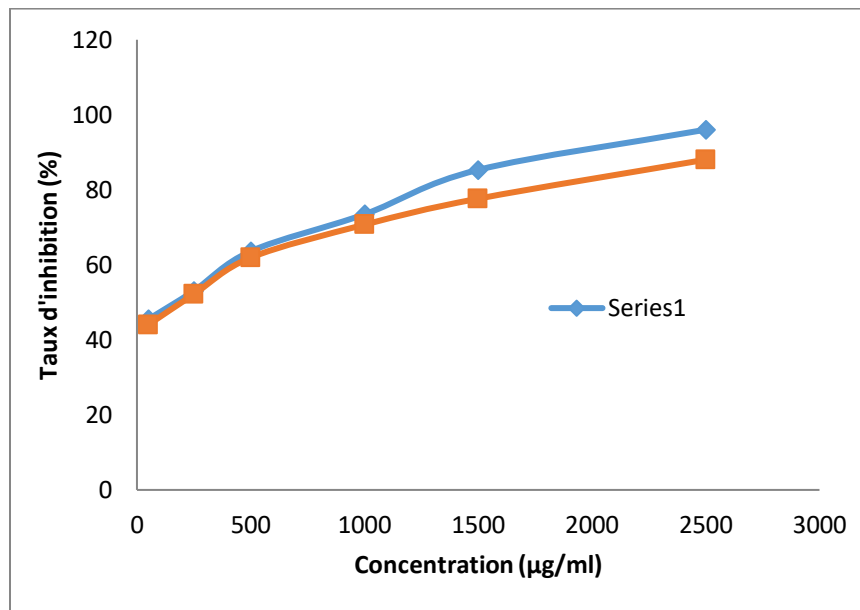


Figure N° V.7 : Courbes représentatives de l'activité inhibitrice de l'acide ascorbique (série 1) et de l'huile essentielle (série 2) en fonction de la concentration.

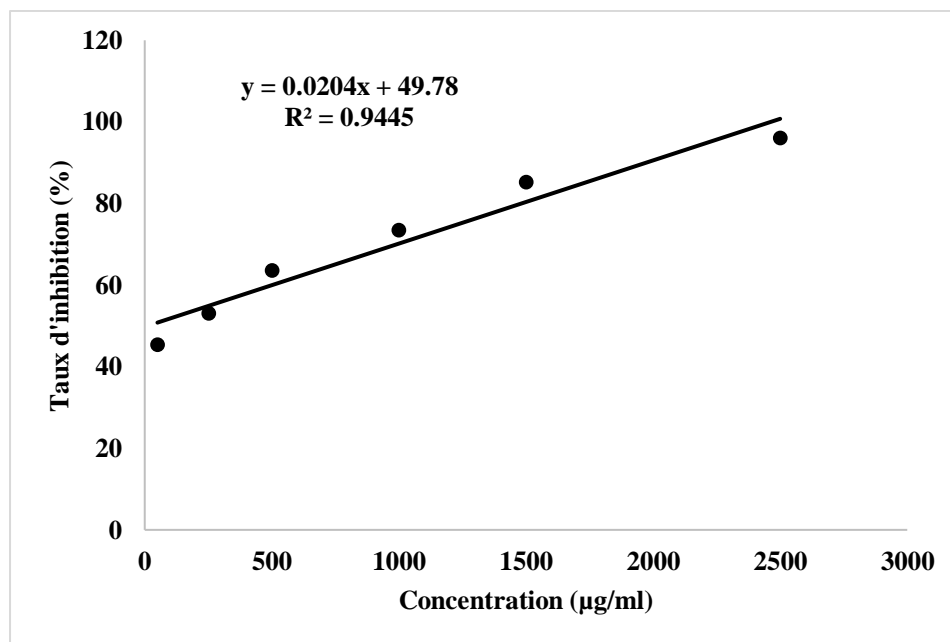


Figure N°V.8 : Variation du pourcentage de réduction du DPPH en fonction de la concentration du l'acide ascorbique.

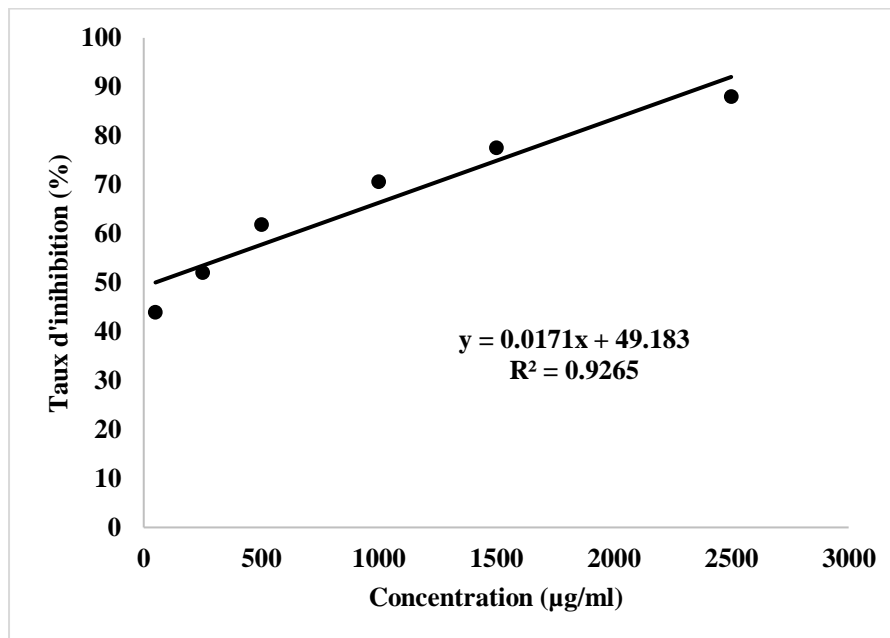


Figure N°V.9 : Variation du pourcentage de réduction du DPPH en fonction de la concentration de l'huile essentielle de fenouil.

Les graphes montrent que l'huile essentielle de *F.vulgare* a une efficacité de piéger le radical de DPPH avec une IC₅₀ de 47,77 (µg/ml), par contre l'IC₅₀ de l'acide ascorbique est de l'ordre de 10,78 (µg/ml). Ces résultats montrent que l'acide ascorbique a une efficacité de piégeage plus que l'huile essentielle de fenouil, Abdellaoui et al (2020), ont évalués l'activité antioxydante de l'HE de fenouil sauvage par la méthode de BCBA (beta carotene bleaching assay), ont trouvés un résultat de IC₅₀ = 0,63 mg/ ml, qui est très intéressant et plus important par rapport à le notre.

D'une part, Une étude effectuée par Shahat et al (2011), sur l'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile essentielle extraites de 3 variétés de fenouil i.e.azoricum et dulce ont montrés des résultats intéressante par rapport au fenouil vulgare, IC₅₀(0,35, 0,41, 15,33), respectivement, selon eux cette différence du à la composition chimique de l'huile essentielle et principalement à la concentration du trans-anéthol qui a la capacité de réduire des radicaux libres, qui est le composé majoritaire d' azoricum et dulce, (61%, 46%), par contre 5% et 58% en estragole [58]. De nombreux effets biologiques ont déjà été signalés, tels que des propriétés anti inflammatoires, antivirales, antibactériennes, antiradicalaires et anti-carcinogènes[4].

Résultats et discussion

V.6.2.L'activité antimicrobienne

L'activité antimicrobienne des HE a été évaluée par la méthode des puits décrit par

La sensibilité aux différentes HE est classifiée [59] selon le diamètre des zones d'inhibition comme suit :

- non sensible pour le diamètre moins de 8 mm,
- sensible pour un diamètre entre 9 et 14 mm,
- très sensible pour un diamètre entre 15 et 19 mm,
- extrêmement sensible pour un diamètre plus que 20 mm.

V.6.2.1.L'activité antibactérienne

Les résultats de l'activité antibactérienne sont représentés dans le tableau N°V.9.

Tableau N°V.12 : Résultats des diamètres des zones d'inhibition des bactéries testées.

Bactéries tests	Diamètre des zones d'inhibition (mm)							
	A	B	C	D	E	F	M (témoin négatif)	
Bactéries à gram positif	<i>Bacillus subtilis</i> (Bs)	10	11	12	12	12	12	12
	<i>Staphylococcus aureus</i> (Sa)	10	0	0	0	0	0	0
Bactéries à gram négatif	<i>Escherichia coli</i> (Ec)	0	0	0	0	0	0	0
	<i>Pseudomonas aeruginosa</i> (Pa)	0	0	0	0	0	0	0

Résultats et discussion

Les résultats obtenus dans le tableau Tableau N°V.12 et la figure N°V.10 illustre les antibiogrammes obtenus pour les bactéries à Gram positif. Nous remarquons que les seules bactéries qui ont montrés de sensibilité contre l'huile essentielle de fenouil sont *Staphylococcus aureus* (Sa) qui est sensible uniquement d'une concentration importante (250 µg/ml), et *Bacillus subtilis* (Bs) qui a montrée une augmentation des diamètres d'inhibition décroissante avec les concentrations testés. Tandis que les bactéries à gram négatif, *Escherichia coli* (Ec) et *Pseudomonas aeruginosa* (Pa) n'ont montré aucune sensibilité, c'est-à-dire résistante aux HE de fenouil.

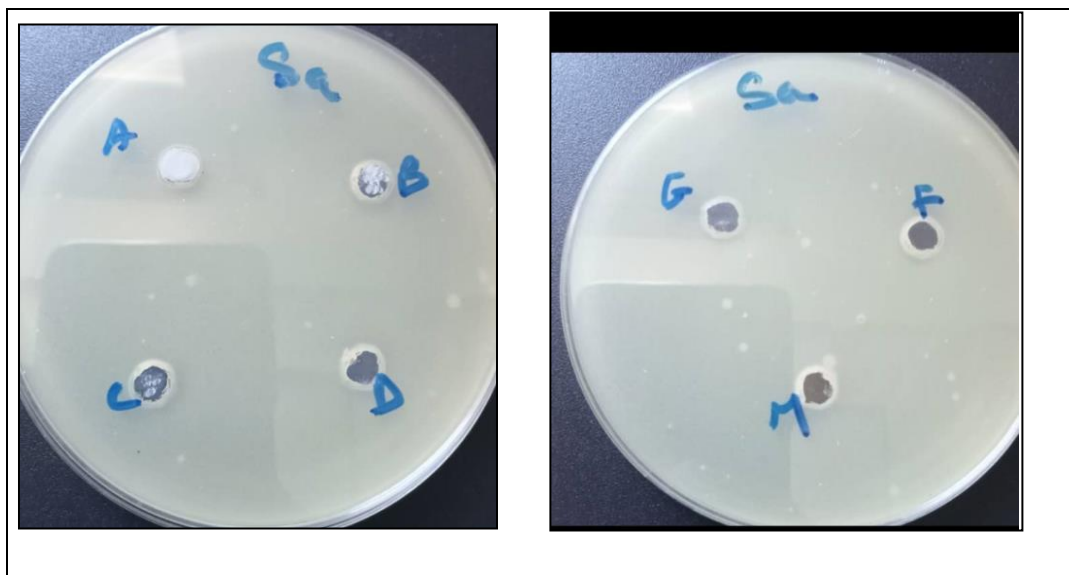


Figure N°V.10 : Antibiogramme de l'HE de *Foeniculum vulgare* vis-à-vis de *Staphylococcus aureus* (Sa).

D'une part, des études menées au Maroc par barrahi et al (2020) [53], ont observés une inhibition de croissance de toutes les bactéries testés *S. aureus* et *E.coli* sont inclus, *S.aureus* a été plus sensible au HE de fenouil, Harrak et al (2022) [12], ont montrés que seul *Staphylococcus aureus* qui a présenté une sensibilité à l'action de l'HE des échantillons de fenouil étudiés. D'autre part Abdellaoui et al (2020) [55], ont montré que l'HE des graines du fenouil sauvage et cultivé au Maroc a présenté un effet antibactérien qui a varié entre les échantillons et les bactéries utilisées avec une différence significative pour l'inhibition de *S. aureus*. Par contre, ces

auteurs ont trouvé que le fenouil cultivé a montré l'activité antibactérienne la plus élevée notamment contre *E. coli* qui était la plus sensible en enregistrant la zone d'inhibition la plus large avec un diamètre de 18,35 mm.

Comparant nos résultats à ceux trouvés par harrak et al (2020), les HE des graines de fenouil de deux régions différentes ont enregistré les zones de sensibilité de (et 11,33 et 10,67 mm), respectivement, on constate que ces résultats sont similaires à le diamètre d'inhibition qu'on a trouvé dans notre étude.

V.6.2.2. L'activité antifongique

Levures

La figure N°V.11 montre que l'huile essentielle de *F.vulgare* n'a enregistré aucune activité antifongique contre la levure testée *Candida albicans* Ca, par contre L'huile essentielle de *F. vulgare* Algérien étudié par bellabdelli et al (2020) [45], a révélé des activités antifongiques plus élevées, en particulier contre les espèces de *C. albicans* et d'*Aspergillus*, avec des valeurs de CMI de 0,16 à 0,2 mg/ml.

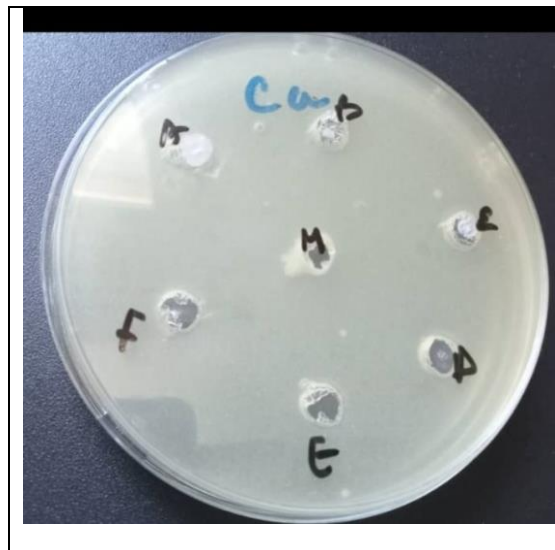


Figure N°V.11 : Antibiogramme de l'HE de fenouil vis-à-vis de levure C.a

Champignons :

Le seul champignon qui a montré de sensibilité contre l'huile essentielle de fenouil est *Aspergillus carbonarius*, les diamètres d'inhibition pour chaque concentration sont présentés dans le tableau N°V.10 et dans la figure N°V.12, aucune sensibilité contre *Umbelopsis ramanniana* et *Penicillium expansum* comme c'est mentionnés dans la figure N°V.13.

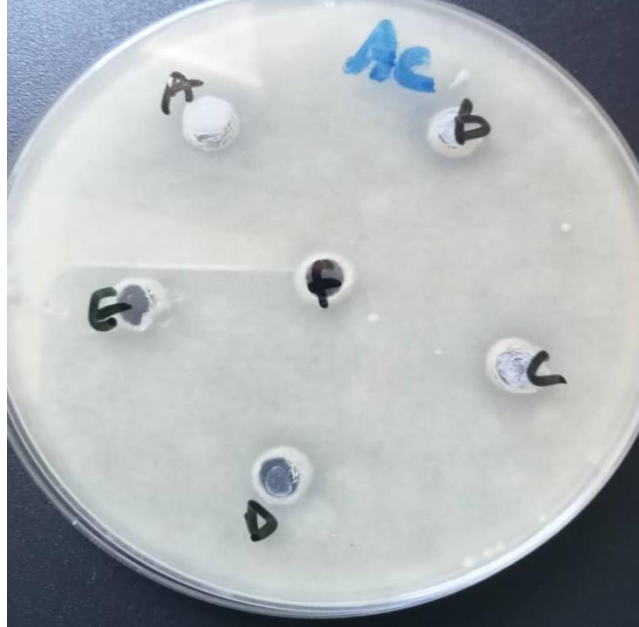


Figure N°V.12 : Antibiogramme de l'action antifongique de l'HE de *Foeniculum vulgare* vis-à-vis de *Aspergillus carbonarius*

Tableau N°V.13 : Mesures des diamètres d'inhibition pour *Aspergillus carbonarius*.

Concentrations	A	B	C	D	E	F	M
Diamètre d'inhibition (mm)	15	15	12	0	0	0	0

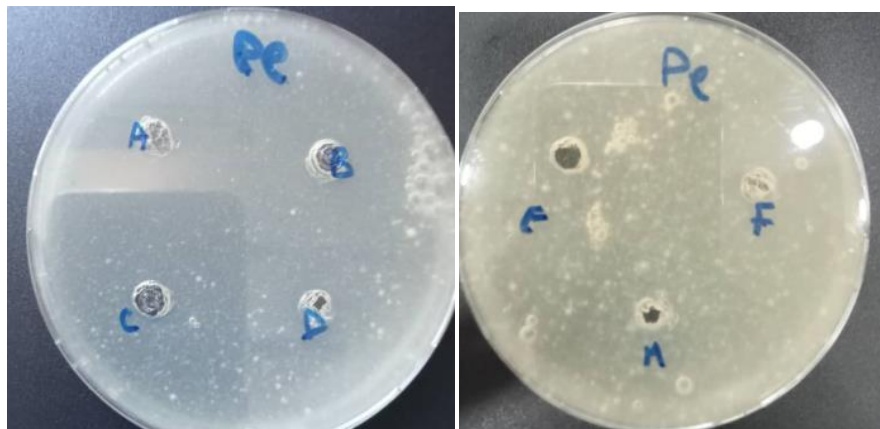


Figure N°V.13 : Antibiogramme de l'action antifongique de l'HE de *Foeniculum vulgare* vis-à-vis de *Penicillium expansum*

On constate que la concentration de l'huile essentielle affectue sur sa sensibilité contre *Aspergillus carbonarius*. Singh et al (2006) ont rapportés que l'huile essentielle de *foeniculum vulgare* présente une zone complète de 100% d'inhibition contre *Aspergillus niger*, *Aspergillus flavus*, *Fusarium graminearum* et *Fusarium moniliforme* à une dose de 6 μ l [60]. Ferhat et al (2018) ont rapportés que l'huile essentielle de *Foeniculum vulgare* Mill a présenté une forte activité antifongique envers *Candida albicans* [9].

Selon Singh et Maurya (2006) [60], le trans- anéthole dans l'huile essentielle de fenouil contribue à une activité antifongique importante, ce qui concorde avec le résultat obtenu pour l'HE de fenouil dont le trans-anéthol dans notre étude occupe une proportion de 26,15%

Conclusion

Conclusion

Les plantes aromatiques possèdent des milliers de substances bioactives, ces molécules naturelles issues des plantes peuvent se substituer à certaines substances chimiques, qui présentent moins d'effets secondaires. Plusieurs travaux de recherche ont été focalisés sur ces molécules thérapeutiques.

Le présent travail a pour but de valoriser une plante médicinale et aromatique. Il s'agit de *foeniculum vulgare*.

Au cours de la première partie de notre travail qui est consacrée à la caractérisation de la poudre des graines de fenouil sèches, cette dernière a présenté une faible teneur en humidité qui indique une bonne conservation de matière, les graines de fenouil sont riches en sucres et en cendres atteignent 16%,9,59% respectivement.

Dans la deuxième partie de ce travail nous nous sommes intéressés à l'extraction et l'étude de l'huile essentielle des graines de fenouil, l'extraction de l'HE a été réalisée par hydrodistillation type Clevenger, a montré un rendement important de 2,88%, ce qui confirme l'efficacité de la méthode d'extraction utilisée.

L'étude photochimique des métabolites secondaires a révélé la richesse de l'huile essentielle de fenouil par les composés phénoliques, polyphénols et flavonoïdes (208, 138 µg/ml) respectivement.

Les résultats de l'analyse de l'huile essentielle par Chromatographie en phase gazeuse (CPG) a permis d'obtenir 11 pics dont 5 sont majoritaires avec des pourcentages des surfaces spécifiques varié de 5 à 36 %.

En raison de non disponibilité de la série d'alcane, on n'a pas pu identifier quantitativement les composés de notre huile essentielle.

Quant à l'évaluation des activités biologiques nous avons étudiés l'activité antioxydante en utilisant la méthode de piégeage du radical libre DPPH*. L'huile essentielle de fenouil sauvage a donné une efficacité à réduire le radical DPPH* avec une IC₅₀ de 47,77 µg/ml.

Pour l'activité antimicrobienne, la méthode des puits a été utilisé pour évaluer l'activité antibactérienne et antifongique qui nous a permet de mettre en évidence le pouvoir antibactérien

Conclusion

vis-à-vis de seulement deux bactéries parmi l'ensemble des bactéries testés (*Bacillus subtilis* (Bs) et *Staphylococcus aureus* (Sa)) avec des zones d'inhibition qui varient de 10 à 12 mm. Concernant l'activité antifongique, l'huile essentielle de *F.vulgare* a montré une activité antifongique contre le champignon d'*Aspergillus carbonarius* avec un diamètre d'inhibition de 15 mm.

En fin, nos résultats indiquent que l'huile essentielle des graines du *foeniculum vulgare* n'a pas une activité antibactérienne et antifongique intéressante. En revanche, elle a montré de bonne activité antioxydante. Nous pouvons conclure que l'huile essentielle des graines du fenouil peut être considérée comme un agent conservateur très prometteur pour l'industrie alimentaire capable d'empêcher l'oxydation des aliments

Ce genre d'étude nous permet d'avoir une aide sur la qualité des huiles essentielles des plantes aromatiques et médicinales et élargie à d'autres espèces végétales pourrait trouver sa pleine valorisation par son application dans les industries alimentaires, pharmaceutiques et cosmétiques.

En perspectives ; il serait intéressant d'élargir l'étude des extractions à d'autres variations et d'autres parties de *F.vulgare*, et d'étudier les activités antimicrobiennes (autres souches

bactériennes) et anti-inflammatoires.

Références

Références

- [1] M. Dallel, « Isolement et élucidation structurale d'une flavanone, d'un acide phénolique et d'un hétéroside stéroïdique des fleurs de la plante *Anacyclus cyrtolepidioides* (Pomel) », 2010, doi: 10.13140/2.1.4260.0320.
- [2] N. SAHRAOUI, « Mise au point d'un nouveau procédé d'extraction d'huiles essentielles assisté par micro-ondes : application à la valorisation de plantes locales et comparaison avec les procédés conventionnels », Ecole Nationale Polytechnique, 2012.
- [3] M. et S. Kfoury et Fourmentin, « Les huiles essentielles : renaissance d'ingrédients naturels et durables Essential oils: the renaissance of natural and sustainable ingredients. Technologie et innovation, Les filières de production dans la bioéconomie, » 2024.
- [4] M. MOUSAVI, « ISOLEMENT DE MÉTABOLITES SECONDAIRES & CARACTERISATION DE COMPOSÉS BIOACTIFS ISSUS DE MATRICES VÉGÉTALES », Lorraine-Metz, 2019.
- [5] M. Lang, . « Évaluation des huiles essentielles en complémentation animale préventive. », Alimentation et Nutrition. Université de Bretagne Sud, 2018. Français, 2018.
- [6] J. Kaloustian et F. Hadji-Minaglou, *La connaissance des huiles essentielles : qualilogie et aromathérapie*. in Collection Phytothérapie pratique. Paris: Springer Paris, 2012. doi: 10.1007/978-2-8178-0309-8.
- [7] M. Bouguerra Ali, « Etude des activités biologiques de l'huile essentielle extraite des graines de *Foeniculum vulgare* Mill. en vue de son utilisation comme conservateur alimentaire ». 1 janvier 2012. [En ligne]. Disponible sur: <http://depot.umc.edu.dz/handle/123456789/10054>
- [8] M. Miara, M. A. Hammou, et S. H. Aoul, « Phytothérapie et taxonomie des plantes médicinales spontanées dans la région de Tiaret (Algérie) », *Phytothérapie*, vol. 11, n° 4, p. 206-218, 2013.
- [9] Z. Ferhat, S. Houacine, et M. Yessad, « Huiles essentielles de *Laurus nobilis* L. et de *Foeniculum vulgare* Mill : Composition chimique et activités antimicrobienne et antioxydante », *Algerian Ann. Agron. – Ex Ann. L'Institut Natl. Agron. El-Harrach*, vol. 40, n° 1 & 2, p. 19-30, 2018.
- [10] S. B. Badgajar, V. V. Patel, et A. H. Bandivdekar, « *Foeniculum vulgare* Mill: a review of its botany, phytochemistry, pharmacology, contemporary application, and toxicology », *BioMed Res. Int.*, vol. 2014, p. 842674, 2014, doi: 10.1155/2014/842674.
- [11] S. Zoubiri, A. Baaliouamer, N. Seba, et N. Chamouni, « Chemical composition and larvicidal activity of Algerian *Foeniculum vulgare* seed essential oil », *Arab. J. Chem.*, vol. 7, n° 4, p. 480-485, sept. 2014, doi: 10.1016/j.arabjc.2010.11.006.
- [12] H. Harrak, A. El Antari, H. Ben Hilal, S. Zantar, et M. Y. Lalaoui Rachidi, « Evaluation of physical, physicochemical and biochemical criteria, and biological activities of fennel seeds and seed oils (*Foeniculum vulgare* Mill.) », *Afr. Mediterr. Agric. J. - Al Awamia*, p. 150-176 Pages, avr. 2022, doi: 10.34874/IMIST.PRSM/AFRIMED-I134.31673.
- [13] S. Noreen, T. Tufail, H. Badar Ul Ain, et C. G. Awuchi, « Pharmacological, nutraceutical, functional and therapeutic properties of fennel (*foeniculum vulgare*) », *Int. J. Food Prop.*, vol. 26, n° 1, p. 915-927, sept. 2023, doi: 10.1080/10942912.2023.2192436.
- [14] Ch. F. Vienna, R. B. Graz, R. C. Hohenheim, D. T. Milano, A. T. Trieste, et K. Z.-E. Wien, « Study on the assessment of plants/herbs, plant/herb extracts and their naturally or synthetically produced

Références

- components as 'additives' for use in animal production », 28 août 2007. [En ligne]. Disponible sur: <https://efsa.onlinelibrary.wiley.com/toc/23978325/2007/4/4>
- [15] P. Filliat, « Les plantes de la famille des Apiacées dans les troubles digestifs », 2012.
- [16] M. A. Rather, B. A. Dar, S. N. Sofi, B. A. Bhat, et M. A. Qurishi, « Foeniculum vulgare: A comprehensive review of its traditional use, phytochemistry, pharmacology, and safety », *Arab. J. Chem.*, vol. 9, p. S1574-S1583, nov. 2016, doi: 10.1016/j.arabjc.2012.04.011.
- [17] Besombes, « Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydro-thermo-mécanique d'herbe aromatiques : applications généralisées. Génie des procédés. Université de La Rochelle, 2008. Français . », 2008.
- [18] TalebKarima. Taleb-Toudert, « Extraction et caractérisation des huiles essentielles de dix plantes aromatiques provenant de la région de Kabylie (Nord Algérien): évaluation de leurs effets sur la bruche de niébé *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera: Bruchidae). Diss. », Université Mouloud MAMMERI, 2015.
- [19] S. Fontanay, M.-E. Mougenot, et R. E. Duval, « Évaluation des activités antibactériennes des huiles essentielles et/ou de leurs composants majoritaires », *Hegel*, vol. N° 2, n° 2, p. 109-118, avr. 2015, doi: 10.3917/heg.052.0109.
- [20] V. Lecompte, « LES HUILES ESSENTIELLES : MÉTHODES DE PRODUCTION, COMPOSITION ET APPLICATIONS. 28 mars 2022 . Ecotoxicologie.fr. », 2022.
- [21] M.-E. Lucchesi, « Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles. », Université de la Réunion, 2005.
- [22] M. N. BOUKHATEM et A. KAMELI, « MÉTHODES D'EXTRACTION ET DE DISTILLATION DES HUILES ESSENTIELLES : REVUE DE LITTÉRATURE », *Revue Agrobiologia*, vol. 9, p. 1653-1659, 2019.
- [23] N. Bousbia, « Extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires. Autre. », Université d'Avignon, 2011.
- [24] M. ABOUDAOU, « Application de technique innovante de type micro-onde à l'extraction des huiles essentielles des citrus d'Algérie. », ECOLE NATIONALE SUPERIEURE AGRONMIQUE, 2017.
- [25] R. Deschepper, « Variabilité de la composition des huiles essentielles et intérêt de la notion de chémotype en aromathérapie. », 2015.
- [26] V. Ninkuu, L. Zhang, J. Yan, Z. Fu, T. Yang, et H. Zeng, « Biochemistry of Terpenes and Recent Advances in Plant Protection », *Int. J. Mol. Sci.*, vol. 22, n° 11, p. 5710, mai 2021, doi: 10.3390/ijms22115710.
- [27] M. L. Del Prado-Audelo *et al.*, « Therapeutic Applications of Terpenes on Inflammatory Diseases », *Front. Pharmacol.*, vol. 12, p. 704197, août 2021, doi: 10.3389/fphar.2021.704197.
- [28] J.-J. Macheix, A. Fleuriet, et C. Jay-Allemand, *Les composés phénoliques des végétaux: un exemple de métabolites secondaires d'importance économique*. PUR presses polytechniques, 2005.
- [29] F. Couic-Marinié et A. Lobstein, « Composition chimique des huiles essentielles », *Actual. Pharm.*, vol. 52, n° 525, p. 22-25, avr. 2013, doi: 10.1016/j.actpha.2013.02.006.
- [30] M. Yahyaoui, « Application des huiles essentielles dans le domaine des emballages alimentaires. », 2020. [En ligne]. Disponible sur: <http://hdl.handle.net/10810/45866>

Références

- [31] M. Daglia, « Polyphenols as antimicrobial agents », *Curr. Opin. Biotechnol.*, vol. 23, n° 2, p. 174-181, 2012.
- [32] S. Krief, « Métabolites secondaires des plantes et comportement animal: surveillance sanitaire et observations de l'alimentation des chimpanzés (*Pan troglodytes schweinfurthii*) en Ouganda. Activités biologiques et étude chimique de plantes consommées », 2003.
- [33] Y. Kim, J. B. Keogh, et P. M. Clifton, « Polyphenols and glycemic control », *Nutrients*, vol. 8, n° 1, p. 17, 2016.
- [34] B. Zghari, F. Benyoucef, et A. Boukir, « Impact environnemental des margines sur les eaux d'oued oussefrou: caracterisation physico-chimique et evaluation par chromatographie gazeuse couplee a la spectrometrie de masse (CPG-SM) the environmental impact of olive mill wastewater in oussefrou », *Am. J. Innov. Res. Appl. Sci.*, vol. 2429, p. 5396, 2018.
- [35] S. Melkontan et A. Koulik, « CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE », Institut national des hydrocarbures et de la chimie, Algérie Boumerdes, 1984.
- [36] R. Denayer, « Pour une analyse des huiles essentielles », *Chim. Nouv.*, vol. 11.
- [37] A. Labidi, « Chromatographie en Phase Gazeuse CPG », 2020, doi: 10.13140/RG.2.2.17580.41604.
- [38] J.-F. Cavalli, « Caractérisation par CPG/IK, CPG/SM et RMN du carbone-13 d'huiles essentielles de Madagascar », 2002.
- [39] M. LAMAMRA, « Activités biologiques et composition chimique des huiles essentielles d'*Ammiopsis aristidis* Coss. (Syn. *Daucus aristidis* Coss.) et d'*Achillea santolinoides* Lag. », Université Ferhat Abbas Sétif 1 Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, 2017.
- [40] D. ALILI, O. BRAHIM, A. DOUMANDJI, et N. BOUCHENAK, « OBTENTION ET CARACTÉRISATION PHYSICOCHIMIQUE ET CHROMATOGRAPHIQUE DE L'HUILE ESSENTIELLE DES GRAINES DE *FOENICULUM VULGARE* MILL. (FENOUIL SAUVAGE) », 2022.
- [41] Y. Shebis, D. Iluz, Y. Kinel-Tahan, Z. Dubinsky, et Y. Yehoshua, « Natural Antioxidants: Function and Sources », *Food Nutr. Sci.*, vol. 04, n° 06, p. 643-649, 2013, doi: 10.4236/fns.2013.46083.
- [42] M. Di Napoli *et al.*, « Antimicrobial, Antibiofilm, and Antioxidant Properties of Essential Oil of *Foeniculum vulgare* Mill. Leaves », *Plants*, vol. 11, n° 24, p. 3573, déc. 2022, doi: 10.3390/plants11243573.
- [43] E. N. S. A. E. H. Badi et E.-H. Alger, « Huiles essentielles de *Laurus nobilis* L. et de *Foeniculum vulgare* Mill: Composition chimique et activités antimicrobienne et antioxydante ».
- [44] M. H. H. Roby, M. A. Sarhan, K. A.-H. Selim, et K. I. Khalel, « Antioxidant and antimicrobial activities of essential oil and extracts of fennel (*Foeniculum vulgare* L.) and chamomile (*Matricaria chamomilla* L.) », *Ind. Crops Prod.*, vol. 44, p. 437-445, 2013.
- [45] F. Belabdelli, A. Piras, N. Bekhti, D. Falconieri, Z. Belmokhtar, et Y. Merad, « Chemical Composition and Antifungal Activity of *Foeniculum vulgare* Mill », *Chem. Afr.*, vol. 3, n° 2, p. 323-328, juin 2020, doi: 10.1007/s42250-020-00130-x.
- [46] H. A. LAZOUNI, « Contribution à l'étude de la dégradation des huiles essentielles de *Foeniculum Vulgare* Mill. (fenouil). Application de la C.P.G/S.M », Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, 2007.
- [47] H. Hadbaoui et F. Bourbia, « Pratique du biomimétisme dans l'architecture bioclimatique : Essai sur la performance énergétique des enveloppes architecturales autonomes responsives dans un climat aride », 2018, doi: 10.13140/RG.2.2.17409.97126.

Références

- [48] Association of Official Analytical Chemists, *Official Methods of Analysis*, 17 e. Gaithersburg, MD, USA, 2000.
- [49] J. H. Lane et L. Eynon, « Determination of Reducing sugars by Means of Fehlings Solution with Methylene Blue indicator », vol. 42, n° 32, p. 32T-36T, 1923.
- [50] M. S. Blois, « Antioxidant Determinations by the Use of a Stable Free Radical », *Nature*, vol. 181, n° 4617, p. 1199-1200, avr. 1958, doi: 10.1038/1811199a0.
- [51] Conseil de l'Europe, European Directorate for the Quality of Medicines & HealthCare (EDAM), Éd., *Pharmacopée européenne*, 11^e éd. Strasbourg, France, 2023. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.edqm.eu/fr/pharmacopee-europeenne-et-monographies>
- [52] F. Anwar, M. Ali, A. I. Hussain, et M. Shahid, « Antioxidant and antimicrobial activities of essential oil and extracts of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) seeds from Pakistan », *Flavour Fragr. J.*, vol. 24, n° 4, p. 170-176, juill. 2009, doi: 10.1002/ffj.1929.
- [53] M. Barrahi *et al.*, « Chemical composition and evaluation of antibacterial activity of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill) seed essential oil against some pathogenic bacterial strains », vol. 18, n° 4, p. 295~307, juin 2020, doi: DOI: 10.22124/cjes.2020.4276.
- [54] N. Ouis, A. Hariri, et A. Dharmyaa, « Composition chimique de l'huile essentielle du Fenouil (*Foeniculum vulgare*) de la région de Mascara VL - ER - », 10 février 2014.
- [55] M. Abdellaoui, E. dine T. Bouhlali, M. Derouich, et L. El-Rhaffari, « Essential oil and chemical composition of wild and cultivated fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.): A comparative study », *South Afr. J. Bot.*, vol. 135, p. 93-100, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.sajb.2020.09.004>.
- [56] M. Özcan et J.-C. Chalchat, « Effect of collection time on chemical composition of the essential oil of *Foeniculum vulgare* subsp. *piperitum* growing wild in Turkey », *Eur. Food Res. Technol.*, vol. 224, p. 279-281, déc. 2006, doi: 10.1007/s00217-006-0309-x.
- [57] J. Chowdhury, M. H. Mobarok, M. Nazrul, et M. Bhuiyan, « Constituents of essential oils from leaves and seeds of *Foeniculum vulgare* Mill. cultivated in Bangladesh », *Bangladesh J. Bot.*, vol. 38, p. 181-183, mai 2010, doi: 10.3329/bjb.v38i2.5144.
- [58] A. A. Shahat *et al.*, « Chemical composition, antimicrobial and antioxidant activities of essential oils from organically cultivated fennel cultivars », *Molecules*, vol. 16, n° 2, p. 1366-1377, 2011.
- [59] J. GARNERO, *Huiles Essentielles*. Techniques de l'ingénieur.
- [60] G. Singh, S. Maurya, M. P. De Lampasona, et C. Catalan, « Chemical constituents, antifungal and antioxidative potential of *Foeniculum vulgare* volatile oil and its acetone extract », *Food Control*, vol. 17, n° 9, p. 745-752, sept. 2006, doi: 10.1016/j.foodcont.2005.03.010.

Annexes

