

**FACULTE DES SCIENCES**  
**DEPARTEMENT MICROBIOLOGIE**  
**ET BIOCHIMIE**



**DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE**  
**FILIERE : SCIENCES ALIMENTAIRES**  
**OPTION : NUTRITION ET SCIENCES**  
**DES ALIMENTS**

N° :...../2021

**Mémoire présenté pour l'obtention**  
**Du diplôme de Master Académique**

**Par :**

**SOLTANI Saadia**  
**DJEGHDALI Amina**

**Intitulé**

**Evaluation de l'activité antioxydante de quelques huiles essentielles en vue de leur utilisation comme agent naturel conservateur et aromatique.**

**Soutenu devant le jury composé de :**

Dr. Yamina BEN MIRI

Université de M'sila

Président

Université de M'sila

Promotrice

Université de M'sila

Examineur

**Année universitaire : 2020-2021**

## Remerciements

En premier lieu et avant tout je tiens à remercier DIEU le tout puissant qui nous a donné le courage, la patience et la force de terminer ce travail.

Le travail a été réalisé sous la direction de **Dr. Ben Miri Yamina**. Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude pour nous avoir encadré pendant la durée de ce travail, pour sa confiance, sa gentillesse, son encouragement, son soutien qu'il nous a accordé, pour ses remarques pertinentes et son optimisme. Nous sommes reconnaissantes pour le temps qu'elle nous a consacré et toutes les opportunités qu'elle nous a offertes au cours de ce travail.

Nous remercions également les membres du jury d'avoir consacré leur temps à la lecture de ce manuscrit, et d'accepter de juger et d'évaluer ce travail Enfin nous tenons à exprimer mes profonds remerciements à tous ceux qui nous en soutenu de près ou de loin pour la réalisation de ce travail.

## **Dédicaces**

### *Je dédie ce Travail*

*A mes très chers parents, qui sont toujours près de moi pour m'encourager, me soutenir et me fournir tous le nécessaire pour réaliser ce mémoire, que se soit moralement ou matériellement.*

*A mon Frère : Alaa soltani*

*A mes oncles Ibrahim et Hamza Lakhdar Hamina et leurs familles.*

*À mes meilleures amies : Safer Amira et Hadji Yousra*

*A mon binôme, et à toute sa famille.*

*A toute la promo Nutrition et Sciences des Aliments 2021.*

*A ceux que j'ai eu la chance de connaître, dans les meilleurs et pires moments de ma vie.*

*A tous ceux que j'aime, à tous ceux qui m'aiment, je dédie ce modeste travail.*

**Saadia**

### *Je dédie ce travail*

*A mes chers parents*

*A mon chère frère : Hicham Djeghdali*

*A mes chères sœurs*

*A mon binôme, et à toute sa famille.*

*Enfin, je le dédie à tous mes amis que je n'ai pas cités et à tous ceux qui me*

*Connaissent et particulièrement mon promo NSA 2021.*

**Amina**

## Résumé

L'objectif principal de ce travail de travail est de tester la capacité antioxydante des huiles essentielles (HEs) de *C. cyminum*, *C. sativum*, *L. nobilis*, *L. steochas*, et *T. numidicus*. L'extraction des HEs a été réalisée par hydrodistillation. Les cinq plantes étudiées ont montré des rendements variables, allant de  $0,33 \pm 0,10$  % à  $1,72 \pm 0,30$  %. La teneur en phénols la plus élevée est constatée dans l'HE de *T. numidicus*, elle a été de l'ordre de  $71,3 \mu\text{g}/\text{mg}$  et pour *C. cyminum*., elle est de l'ordre de  $57,26 \mu\text{g} / \text{mg}$ , suivi par l'HE de *L. steochas* qui contient  $53,43 \mu\text{g} / \text{mg}$ . Les deux HEs de *L. nobilis* et de *C. sativum* ont présenté une teneur de  $21,45 \mu\text{g}/\text{mg}$  et  $13,33 \mu\text{g} / \text{mg}$ , respectivement. Les HEs testées jouissent d'un potentiel antiradicalaire appréciable. Il s'agit dans l'ordre de l'HE de *T. numidicus* ( $32,7 \mu\text{g}/\text{ml}$ ), *C. cyminum* ( $79,16 \mu\text{g}/\text{ml}$ ), *L. steochas* ( $91,08 \mu\text{g}/\text{ml}$ ), *L. nobilis* ( $163,81 \mu\text{g}/\text{ml}$ ), et *C. sativum* ( $333,6 \mu\text{g}/\text{ml}$ ). L'HE du *T. numidicus* a manifesté la plus forte aptitude à inhiber la formation des radicaux par l'acide linoléique avec un pourcentage d'inhibition égal à  $71,40$  %, suivie de l'HE du *C. cyminum* dont le taux est de  $54,08$  %. Les HEs de *L. nobilis*, *C. sativum*, et *L. steochas* ont manifesté une activité antioxydante modeste par rapport aux deux autres plantes testées avec un taux de  $40,36$  %,  $31,97$  %, et  $26,05\%$ , respectivement. Les absorbances du pouvoir réducteur des HEs des cinq plantes testées à savoir *C. cyminum*, *C. sativum*, *L. nobilis*, *L. steochas*, et *T. numidicus* se sont respectivement élevées à  $0,506$ ,  $0,267$ ,  $0,435$ ,  $0,629$  et  $0,849$  à la concentration  $0,6 \text{ mg}/\text{ml}$ . Ces HEs pourraient être considérée comme un agent conservateur très prometteur pour l'industrie alimentaire.

**Mots clés :** *C. cyminum*, *C. sativum*, *L. nobilis*, *L. steochas*, et *T. numidicus*, huile essentielle, activité antioxydante

## Abstract

The main objective of this work is to test the antioxidant capacity of essential oils (EOs) of *C. cyminum*, *C. sativum*, *L. nobilis*, *L. steochas*, and *T. numidicus*. The extraction of EOs was carried out by hydrodistillation. The five plants studied showed variable yields, ranging from  $0.33 \pm 0.10\%$  to  $1.72 \pm 0.30\%$ . The highest phenolic content is observed in the EO of *T. numidicus*, it is  $71.3 \mu\text{g} / \text{mg}$  and for *C. cyminum*., it is of the order of  $57.26 \mu\text{g} / \text{mg}$ , followed by the EO of *L. steochas* which contained  $53.43 \mu\text{g} / \text{mg}$ . The two EOs of *L. nobilis* and *C. sativum* showed a level of  $21.45 \mu\text{g} / \text{mg}$  and  $13.33 \mu\text{g} / \text{mg}$ , respectively. The EOs have an appreciable anti-free radical potential. It is in the order of the EO of *T. numidicus* ( $32.7 \mu\text{g} / \text{ml}$ ), *C. cyminum* ( $79.16 \mu\text{g} / \text{ml}$ ), *L. steochas* ( $91.08 \mu\text{g} / \text{ml}$ ), *L. nobilis* ( $163.81 \mu\text{g} / \text{ml}$ ), and *C. sativum* ( $333.6 \mu\text{g} / \text{ml}$ ). The EO of *T. numidicus* showed the strongest ability to inhibit the formation of radicals by linoleic acid with a percentage inhibition equal to 71.40%, followed by the EO of *C. cyminum*, the level of which is by 54.08%. The EOs of *L. nobilis*, *C. sativum*, and *L. steochas* showed modest antioxidant activity compared to the other two plants tested with a level of and 40.36%, 31.97%, and 26.05%, respectively. The absorbances of the reducing power of the EOs of the five plants, namely *C. cyminum*, *C. sativum*, *L. nobilis*, *L. steochas*, and *T. numidicus*, respectively amounted to 0.506, 0.267, 0.435, 0.629 and 0.849 at the concentration 0.6 mg / ml. These HEs could be considered a very promising preservative for the food industry.

**Key words:** *C. cyminum*, *C. sativum*, *L. nobilis*, *L. steochas*, *T. numidicus*, essential oil, antioxidant activity.

## ملخص

الهدف الرئيسي من هذا العمل هو دراسة القدرة المضادة للأكسدة للزيوت الأساسية لكل من *C. cyminum* و *C. sativum* و *L. nobilis* و *L. steochas* و *T. numidicus*. تم استخراج الزيوت الأساسية عن طريق التقطير المائي. أظهرت النباتات الخمسة التي تمت دراستها مردود متفاوت يتراوح بين  $0.33 \pm 0.10\%$  إلى  $1.72 \pm 0.30\%$ . لوحظ أعلى مستوى من إجمالي الفينولات في زيت الـ *T. numidicus* (71.3 ميكروغم / ملغ) و *C. cyminum* (57.26 ميكروغم / ملغ)، يليه زيت الـ *L. steochas* (53.43 ميكروغم / ملغ). أظهر كل من زيت الأساسي من *L. nobilis* و *C. sativum* مستوى قدر ب: 21.45 ميكروغم / ملغ و 13.33 ميكروغم / ملغ على التوالي. اختبار الزيوت الأساسية لدي إمكانات ملحوظة ضد الجذور الحرة بترتيب *T. numidicus* (32.7 ميكروغم / مل) ، *C. cyminum* (163.81 ميكروغم / مل) ، *L. nobilis* (91.08 ميكروغم / مل) ، *L. steochas* (333.6 ميكروغم / مل). أظهر زيت *T. numidicus* أقوى قدرة على تثبيط تكوين الجذور بواسطة حمض اللينوليك مع نسبة تثبيط تعادل 71.40% ، يليه زيت *C. cyminum* بمستوى 54.08%. أظهرت الزيوت *L. nobilis* و *C. sativum* و *L. steochas* نشاطاً متواضعاً مضاداً للأكسدة مقارنة بالنبتين الأخرين اللذان تم اختبارهما بمستوى 40.36% و 31.97% و 26.05% على التوالي. بلغت الامتصاصيات لطاقة الاختزال من الزيوت للنباتات الخمسة المختبرة ، وهي *C. cyminum* و *C. sativum* و *L. nobilis* و *L. steochas* و *T. numidicus* على التوالي 0.506 و 0.267 و 0.435 و 0.629 و 0.849 عند تركيز 0.6 ملغ/مل. يمكن اعتبار هذه الزيوت الأساسية وإدراجها كمادة حافظة واعدة لصناعة الأغذية.

**الكلمات المفتاحية :** *C. cyminum* ، *C. sativum* ، *L. nobilis* ، *L. steochas* ، *T. numidicus* زيت أساسي ، نشاط مضاد الأكسدة.

## Liste des abréviations

**AFNOR** : Association Française de Normalisation.

**BHA** : Butylhydroxyanisole.

**BHT** : Butylhydroxytoluène.

**CCM** : Chromatographie sur couche mince.

**DMSO** : Diméthyl sulfoxyde.

**DO** : Densité optique.

**DPPH** : 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl.

**ERN** : Espèces réactives nitrogénées.

**GC/SM ou GC/IRFT** : Chromatographie en phase gazeuse avec la spectrométrie de masse ou l'infrarouge.

**HE** : Huile essentielle.

**I%** : Pourcentage d'inhibition.

**IC<sub>50</sub>** : Concentration à 50% de DPPH perdu.

**MDGC** : Chromatographie gazeuse multidimensionnelle.

**NOS** : NO synthases.

**PR** : Pouvoir réducteur.

**RMN** : Résonance magnétique.

**ROS** : Espèces réactives de l'oxygène.

**SPME** : Micro-extraction en phase solide.

**TBHQ** : Tert-butylhydroquinone.

## Liste des tableaux

<b>Tableau I:</b> Différent types de structures rencontrées dans les HEs.....	6
<b>Tableau II:</b> Molécules du stress oxydatif.....	22
<b>Tableau III:</b> Sites de collecte, partie utilisée, et date de prélèvement de 5 plantes qui ont servi de source d'HE dans la présente étude. ....	36
<b>Tableau IV:</b> Rendements d'extractions par hydro-distillation des HEs.....	44
<b>Tableau V:</b> Caractéristiques organoleptiques des HEs étudiées. ....	44
<b>Tableau VI:</b> Résultats du contenu phénolique total. ....	45
<b>Tableau VII:</b> Résultats du piégeage du radical libre DPPH, exprimés par la concentration efficace IC50 en µg/ml. ....	47
<b>Tableau VIII:</b> Le pourcentage d'inhibition de la peroxydation lipidique.....	50

## Liste des figures

<b>Figure 1:</b> Localisation des structures sécrétoires dans les plantes aromatiques communes.....	5
<b>Figure 2:</b> Schéma de la distillation par entraînement à la vapeur d'eau. ....	8
<b>Figure 3:</b> Montage d'hydrodiffusion. ....	9
<b>Figure 4:</b> Montage d'hydrodistillation.....	9
<b>Figure 5:</b> Schématisation du processus d'extraction solide-liquide par solvant organique.....	12
<b>Figure 6:</b> Montage d'extraction assistée par micro-ondes.....	13
<b>Figure 7:</b> Schéma du principe de la technique d'extraction par le CO <sub>2</sub> supercritique .....	14
<b>Figure 8:</b> Montage d'extraction par ultrasons. ....	15
<b>Figure 9:</b> Expression à froid. ....	16
<b>Figure 10:</b> Système de microextraction. ....	16
<b>Figure 11:</b> Réaction du DPPH• avec un antioxydant. ....	24
<b>Figure 12:</b> <i>Cuminum cyminum</i> L. ....	28
<b>Figure 13:</b> <i>Coriandrum sativum</i> L. ....	29
<b>Figure 14:</b> <i>Laurus nobilis</i> L. ....	32
<b>Figure 15:</b> <i>Lavandula stoechas</i> L. ....	34
<b>Figure 16:</b> <i>Thymus numidicus</i> Poiret. ....	34
<b>Figure 17:</b> Montage expérimentale de l'hydrodistillation des HEs.....	37
<b>Figure 18:</b> Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.....	44
<b>Figure 19:</b> Activité antiradicalaire des HEs .....	46
<b>Figure 20:</b> Pouvoir réducteur des HEs des plantes étudiées et du BHT.....	51

# TABLE DES MATIERES

## Résumé

## Abstract

## ملخص

## Liste des abréviations

## Liste des tableaux

## Liste des figures

## Introduction générale.....1

### Chapitre I. Synthèse Bibliographique

#### I.1. Définition, localisation et composition chimique..... 4

#### I.2. Méthode d'extraction des huiles essentielles..... 7

#### I.2.1. Distillation..... 7

##### I.2.1.1. Entraînement à la vapeur..... 7

##### I.2.1.2. Hydrodiffusion ..... 8

##### I.2.1.3. Hydrodistillation ..... 9

#### I.2.2. Enfleurage des graisses ou macération à saturation ..... 10

##### I.2.2.1. Enfleurage à froid..... 10

##### I.2.2.2. Enfleurage à chaud..... 10

#### I.2.3. Extraction par solvant organique..... 11

##### I.2.3.1. Macération ..... 11

#### I.2.4. Extraction par micro-ondes ..... 12

#### I.2.5. Extraction au fluide supercritique ..... 13

#### I.2.6. Extraction assistée par Ultrasons..... 15

#### I.2.7. L'expression à froid ..... 15

#### I.2.8. Extraction par espace de tête de –SPME..... 16

#### I.3. Méthodes d'analyses des huiles essentielles..... 17

#### I.4. Paramètres influençant la composition quantitative et qualitative des huiles essentielles..... 17

##### I.4.1 Facteurs intrinsèques ..... 18

##### I.4.2 Facteurs extrinsèques ..... 18

#### I.5. Données toxicologiques..... 19

#### I.6. Validation de l'activité biologique des plantes médicinales ..... 19

#### I.7. Activité antioxydante..... 20

##### I.7. 1. Stress et Radicaux libres ..... 20

I.7. 1.1. Définition du stress .....	20
I.7. 1.2. Radicaux libres.....	20
I.7.2. Antioxydants .....	21
I.7.2. 1. Mécanismes d'action des antioxydants.....	22
I.7.3. Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante .....	23
I.8. Les domaines d'utilisations des huiles essentielles.....	25
I.8.1. Utilisation pharmacologique .....	25
I.8.2. En parfumerie.....	25
I.8.3. Dans les industries agro-alimentaires.....	26
I.8.4. Dans diverses industries .....	26
I.8.5. En agriculture .....	26
I.9. Limitations de l'utilisation des huiles essentielles.....	26
I.10. Présentation et description botanique des plantes utilisées dans la présente étude.....	27
I.10.1. <i>Cuminum cyminum</i> .....	27
I.10.1.1. Position systématique.....	28
I.10.2. <i>Coriandrum sativum</i> .....	28
I.10.2.1. Position systématique.....	29
I.10.3. <i>Laurus nobilis</i> .....	30
I.10.3.1. Position systématique.....	30
I.10.4. <i>Lavandula steochas</i> .....	31
I.10.4. 1. Position systématique.....	32
I.10.5. <i>Thymus numidicus</i> .....	33
I.10.5. 1. Position systématique.....	33

## **Chapitre II. Matériel et Méthodes**

II.1. Matériel végétal.....	36
II.2. Appareillage et produits chimiques .....	36
II.3. Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation .....	36
II.4. Calcul du rendement d'extraction.....	37
II.5. Détermination de la teneur en composés phénoliques totaux .....	38
II.6. Evaluation de l'activité antioxydante des huiles essentielles .....	38
II.6.1. Evaluation de l'activité de piégeage du radical libre par la méthode de DPPH .....	38
II.6.2. Evaluation de l'activité antioxydante par la méthode $\beta$ -carotène/acide linoléique .....	39
II.6.3. Pouvoir réducteur (PR) .....	40

## **Chapitre III. Résultats et discussion**

III.1. Rendements en huile essentielle.....	42
III.2. Caractéristiques organoleptiques des huiles essentielles extraites .....	43
III.3. Le contenu phénolique total.....	43

III.4. Etude de l'activité antioxydante.....	45
III.4.1. Effet scavenger du radical DPPH .....	46
III.4.2. Test du blanchissement du $\beta$ -carotène.....	49
III.4.3. Test au FRAP .....	50
<b>Conclusion et Perspectives</b> .....	<b>52</b>
<b>Références Bibliographiques</b> .....	<b>55</b>
<b>Annexes</b>	

***INTRODUCTION*** |  
***GENERALE***

Le monde des végétaux est plein de ressources et de vertus d'où l'homme puise non seulement sa nourriture mais aussi des substances actives qui procurent souvent un bienfait à son organisme parfois affecté de troubles insidieux (**Burt, 2004**).

Les plantes aromatiques médiévales traditionnellement ont été utilisées par nos ancêtres pour l'aromatization des aliments, les arts culinaires et pour leurs vertus médicinales (**Burt, 2004 ; Şahin et al., 2004**).

Actuellement, les plantes aromatiques possèdent un atout considérable grâce à la découverte progressive des applications de leurs huiles essentielles dans les soins de santé, ainsi que leurs utilisations dans d'autres domaines d'intérêt économique. Leurs nombreux usages font qu'elles connaissent une demande de plus en plus forte sur les marchés mondiaux (**Ownagh et al., 2010**).

Différentes plantes aromatiques sont caractérisées par la biosynthèse de molécules odorantes qui constituent ce qu'on appelle les huiles essentielles (HE) connues depuis longtemps pour leur activité antiseptique et thérapeutique dans la médecine traditionnelle (**Wang et al., 2010**). La composition chimique des HE est assez complexe, les composés monoterpènes ( $C_{10}$ ) et sesquiterpènes ( $C_{15}$ ) représentent les principaux constituants. On y trouve également, en faibles concentrations des acides, des cétones et alcools. La nature de la fonction chimique du composé majoritaire (phénol, alcool, aldéhyde, cétone...) joue un rôle prépondérant dans l'efficacité de leurs activités biologiques (**Haddouchi et al., 2009**).

Les plantes aromatiques sont prometteuses et constituent une grande source d'antioxydants naturels pour l'industrie agroalimentaire (Nessrien et Mohamed, 2007). En effet, l'oxydation des lipides dans les produits alimentaires induit non seulement une diminution de la valeur nutritive de l'aliment, mais aussi des effets reconnus nuisibles pour le consommateur et qui peuvent être associés à des risques de maladie du siècle chez l'homme (cancer, diabète, hyper-tension) (**Ho et al., 2009 ; Chahardehi et al., 2010**). La présence d'antioxydants dans l'alimentation est devenue essentielle pour la qualité et la sécurité de l'aliment. Les effets négatifs des antioxydants synthétiques encouragent à leur substitution par des agents naturels (**Gachkar et al., 2007 ; Rasooli et al., 2008**).

Le choix de nos cinq plantes s'est basé sur leurs utilisations fréquentes dans nos traditions locales culinaires et médicinales, afin de revaloriser et redécouvrir notre patrimoine national.

L'objectif de notre travail est la valorisation de la biodiversité de notre région à travers l'étude des HEs de cinq plantes aromatiques (*Cuminum cyminum* L., *Coriandrum sativum* L., *Laurus nobilis* L., *Lavandula steochas* L., *Thymus numidicus* Poiret).

La revue bibliographique de cette étude est articulée en trois parties. La première aborde des généralités sur les HEs. La deuxième traite l'activité antioxydante. La troisième est dédiée à une description botanique générale des espèces étudiées. Cet aperçu bibliographique nous a permis d'appuyer la partie expérimentale et à l'interprétation de nos résultats.

La mise en évidence *in vitro* du potentiel antioxydant des HEs extraites est présentée dans le deuxième chapitre. Ainsi, nous avons employé quatre méthodes : le test du piégeage du radical libre DPPH, le test de blanchiment de  $\beta$ -carotène, la réduction du fer, et la détermination de la teneur en composés phénoliques totaux.

Le troisième chapitre expose les résultats obtenus suivis des interprétations et quelques fois des comparaisons sont faites avec certains travaux réalisés dans le même contexte et d'une conclusion générale avec des perspectives.

***SYNTHESE***  
***BIBLIOGRAPHIQUE***



## I. Généralités sur les huiles essentielles

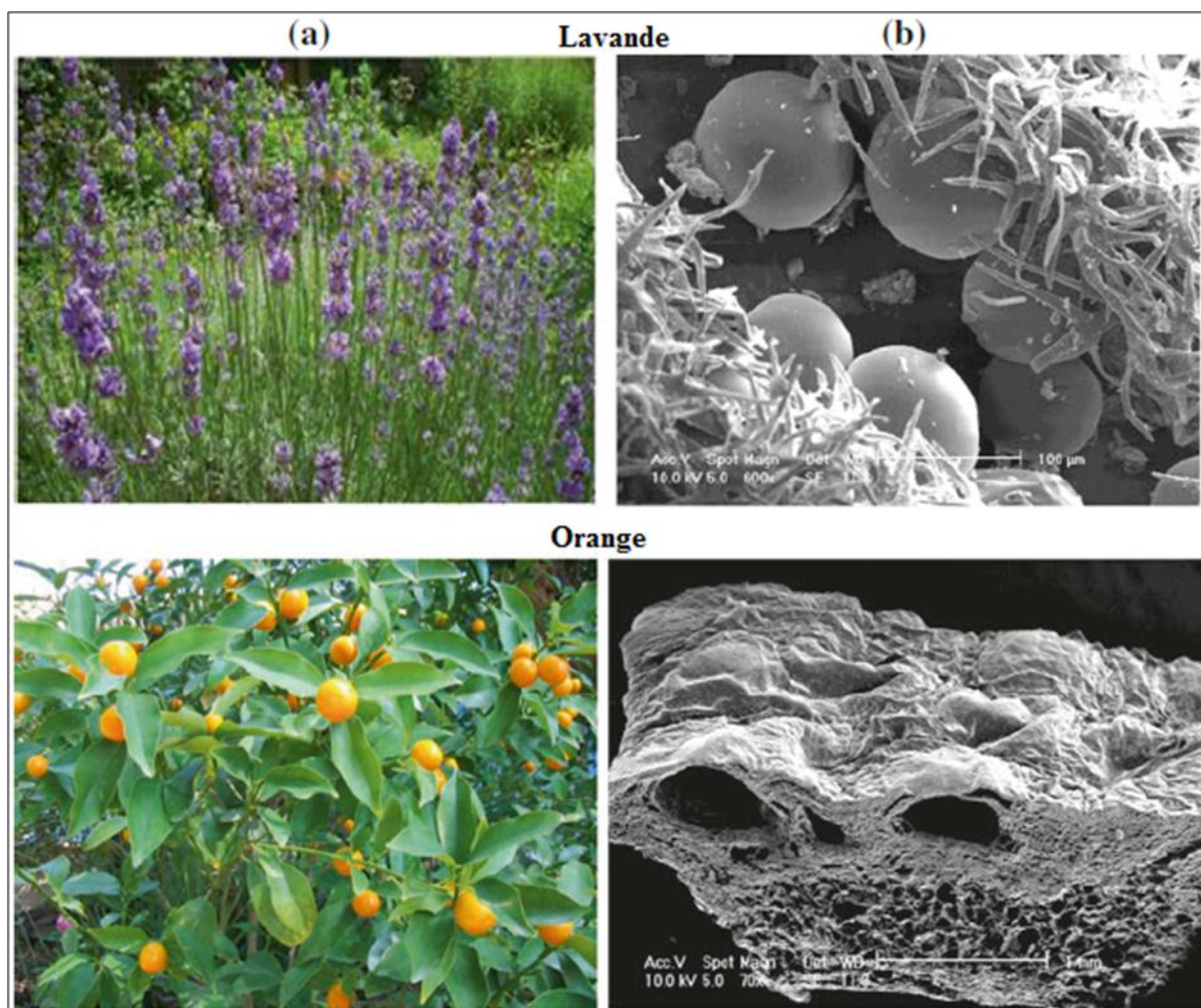
### I.1. Définition, localisation et composition chimique

L'huile essentielle (HE) est le produit obtenu à partir d'une matière première d'origine végétale au moyen de la distillation. Le terme "essence" définit les parfums exhalés qui sont des sécrétions naturelles produites par différents organes de la plante. Ces parfums sont dus à la présence de composés volatiles aromatiques dans les cellules végétales. Le terme "huile" désigne le lipophile (c'est-à-dire hydrophobe) et la nature visqueuse de ces substances alors que le terme "essentiel" signifie leur préciosité et leur parfum typique de plantes (**Li et al., 2014 ; Tabet, 2016**).

Les HEs peuvent être trouvées dans divers organes de plantes de différentes familles, dont les familles des Lamiacées, des Myrtacées (*Eucalyptus*) et des Rutacées (*Citrus*) ont un niveau élevé de composés aromatiques volatils (**Figure 1**) (**Chemat et al., 2013**). Elles se retrouvent dans toutes les parties de la plante comme les fleurs (lavande, bergamote, jasmin, rose), les feuilles (lavande, citronnelle, laurier, romarin, sauge, mélisse), les tiges (citronnelle), les racines (vétiver, angélique), les rhizomes (gingembre, acorus), le bois (bois de cèdre, santal), l'écorce (cannelier), les fruits (citron, orange) et les graines (muscade, cardamome, coriandre) (**Benabdelkader, 2012 ; Chemat et al., 2013**). La teneur des plantes en HE est faible, voire infime : pour obtenir un litre d'HE, il faut par exemple 10 kg de clous de girofle, de 4 à 10 tonnes de pétales de rose, 150 kg de fleurs de lavande ou encore 10 ares de surfaces cultivées de chanvre (**Degryse et al., 2008 ; Desmares et al., 2008**).

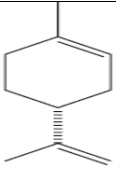
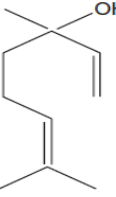
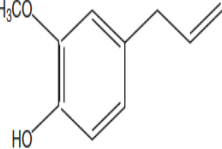

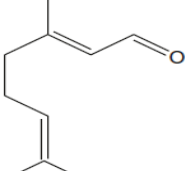
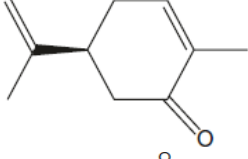
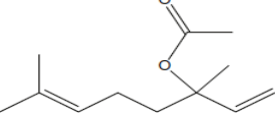
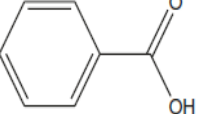
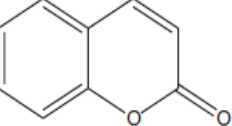
En général, la plupart des HEs sont des liquides incolores, lucides et mobiles à température ambiante. Cependant, l'ensemble du spectre de couleurs des HEs va du jaune au noir brun avec toute l'échelle intermédiaire de couleurs. De plus, des solides tels que des cristaux (par exemple stéaroptènes) se trouvent dans les HEs de rose, camomille et certaines espèces d'*Eucalyptus*. L'odeur typique des HEs est dépendante des organes, des espèces et de l'origine des plantes et de chémotype. Contrairement aux huiles végétales, les HEs sont des huiles volatiles avec un indice de réfractons élevées et une rotation optimale à la suite de nombreux composés asymétriques. La densité relative des HEs est généralement inférieure à celle d'eau alors qu'il existe plusieurs exceptions. Elles sont généralement reconnues comme hydrophobes mais elles sont largement solubles dans les graisses, les alcools et la plupart des solvants organiques. Elles sont constituées de composés ayant diverses structures chimiques, qui sont produit dans toutes les plantes aromatiques et les arbres par la photosynthèse à travers deux voies. La première est la multiplication de l'isoprène activé (isopentényl pyrophosphate

C<sub>5</sub>) produits d'addition uniformes et inégaux. L'autre est la biosynthèse de l'acide shikimique, en dont certaines déviations de biomolécules sont responsables des composés aromatiques dérivés du phénylpropane tel que l'eugénol, l'anéthole, l'aldéhyde cinnamique, etc. Tous les composés des HEs peuvent être divisés en deux catégories principales, les hydrocarbures principalement les composés mono-, sesqui- et di-terpènes et oxygénés, pour les alcools, les oxydes, les aldéhydes, les cétones, les phénols, les acides et les esters / lactones (**Fernandez et al., 2013 ; Li et al., 2014**). Les molécules des HEs sont classées dans le **Tableau I** sur la base de leurs fonctions chimiques.



**Figure 1:** Localisation des structures sécrétoires dans les plantes aromatiques communes (**Li et al., 2014**).

Tableau I: Différent types de structures rencontrées dans les HEs (Fernandez *et al.*, 2013).

fonctions chimiques	Exemple de structure	Molécules	plantes
Hydrocarbure		Limonène $\alpha$ -pinène Phellandrène $\beta$ -caryophyllène $\alpha$ -camphorène	Orange, citron, Géranium, anis, <i>Eucalyptus</i> , Clou de girofle,
Alcool		Linalol Prenol Menthol Farnesol Vetise linelol Phytol $\alpha$ -terpinéol	Ylang ylang, Menthe, Lavande, Cardamome, Camomille, Vétiver, Jasmin, <i>Citrus</i>
Phénol		Eugénol Thymol Anéthol Safrol	Thym, Clou de girofle, Anis, Safran
Ether-oxyde		1,8-cinéole Géranyl butyl éther	Rose, <i>Eucalyptus</i>
Aldéhyde		Géraniale Cinnamaldehyde Néral	Cannelle, <i>Citrus</i> , <i>Pelargonium</i>
Cétone		Carvone $\alpha$ - et $\beta$ -vétivone Menthone	Vétiver, Carvi, Poivre noir
Esters		Acétate de linalyl Acétate de géranyl Neryl et $\alpha$ -de terpinyl	<i>Pélargonium</i> , Lavande, <i>Citrus</i>
Acide		Acid benzoïque Acide cinnamique	Pomme, Cannelle
Autres composés (molécule nitrogène et sulfuré, lactone, acides gras,...)		Coumarine Indole Diméthyl trisulfure	Gardénia, Jasmin, Rose, Lavande.

## I.2. Méthode d'extraction des huiles essentielles

Les matières premières végétales utilisées pour obtenir les HE sont des plantes ou parties de plantes qui sont à divers états de siccité (forme sèche, flétrie, fraîche) (Desmares *et al.*, 2008). Cependant, de nombreux procédés sont utilisés pour l'extraction des substances aromatiques contenues dans ces matières premières. Cette opération est des plus difficiles et délicates puisqu'elle a pour but de capter les produits les plus subtils et les plus fragiles élaborés par le végétal et cela, sans en altérer la qualité (Lardry et Haberkorn, 2007).

Le choix de la technique dépend principalement de l'état originel et la nature de la matière première. Cette dernière conditionne le profil chimique et les caractéristiques de l'huile essentielle, en particulier la viscosité, la couleur, la solubilité, la volatilité, l'enrichissement où l'appauvrissement en certains constituants ainsi que son utilisation (Desmares *et al.*, 2008).

### I.2.1. Distillation

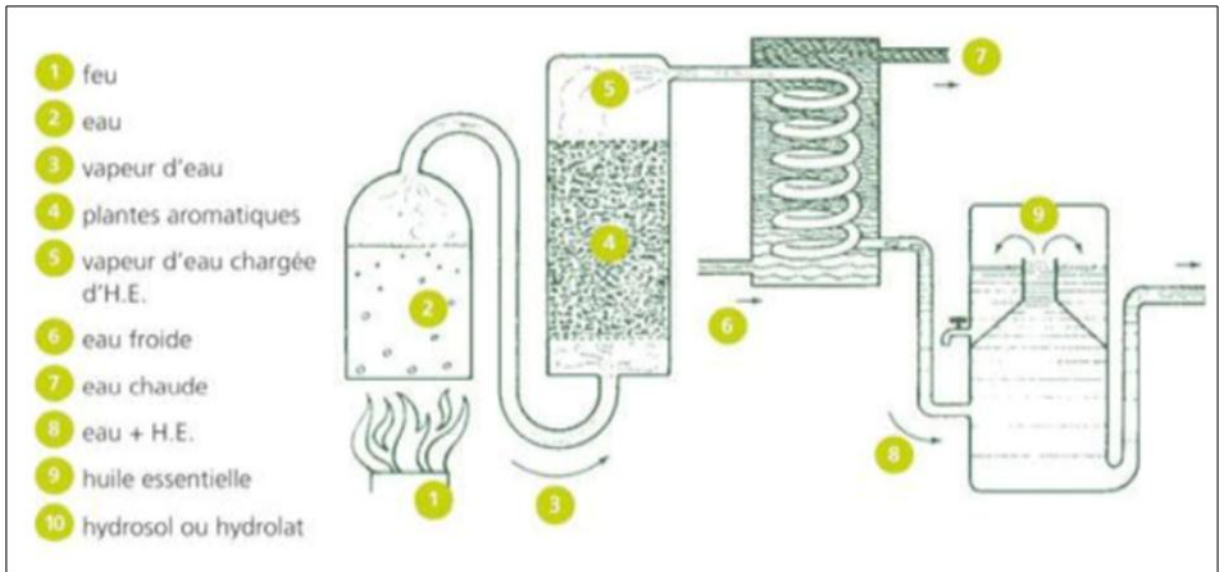
La technique de distillation est fort ancienne, elle nous a été transmise par les grands savants arabes (Al-Kindi ; Avicenne) et l'étymologie du mot alambic vient directement de : al-Inbic, vase à distillation (Silo *et al.*, 2004).

Elle est applicable aux composés peu ou pas solubles dans l'eau, dotés d'une tension de vapeur assez importante vers 100 °C. La simplicité de sa technologie et son coût relativement bas font de ce procédé ancestral la méthode la plus utilisée qui inclut trois variantes : l'entraînement à la vapeur, l'hydrodistillation et l'hydrodiffusion (Desmares *et al.*, 2008).

#### I.2.1.1. Entraînement à la vapeur

Cette technique a l'avantage d'éviter le contact direct de la matière végétale, fraîche ou sèche, à traiter avec l'eau. La technique consiste à injecter de la vapeur d'eau, fournie par une chaudière, au bas de la charge végétale placée dans un alambic au-dessus d'une grille (Figure 2). Lors du passage de la vapeur d'eau à travers le végétal, les cellules oléifères éclatent et libèrent leur contenu d'huile essentielle. La vapeur d'eau chargée en composés volatils, de la plante est récupérée et ensuite condensée au niveau d'un serpentin qui sert de condenseur où circule de l'eau froide avant d'être acheminée vers un essencier ou un vase florentin. On obtient alors deux phases, l'une aqueuse (eau florale) et l'autre hydrophobe (organique) qui est l'huile essentielle. La séparation se fait par différence de densité après

décantation du distillat refroidi. Cette extraction peut être rapide ou lente suivant la localisation des cellules sécrétrices d'HE (Saidj, 2007).

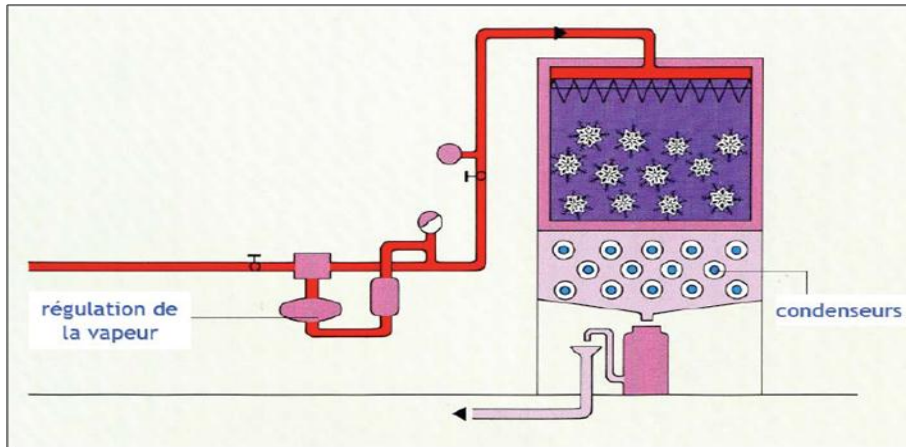


**Figure 2:** Schéma de la distillation par entraînement à la vapeur d'eau (Pranarôm, 2016).

### I.2.1.2. Hydrodiffusion

L'hydrodiffusion est une variante de la distillation à la vapeur (**Figure 3**). Elle est basée sur une pulsion de haut en bas de la vapeur d'eau à travers la matière végétale. Son originalité réside dans l'utilisation de la pesanteur pour entraîner et condenser le mélange « vapeur d'eau, HE » dispersé dans la matière végétale. En effet, la vapeur d'eau est injectée dans le sens de la gravité, le flux de vapeur est donc descendant. Par ailleurs cette vapeur est pleinement saturée mais non surchauffée. L'huile essentielle s'écoule vers un collecteur permettant un équilibre avec la pression atmosphérique (Li *et al.*, 2014).

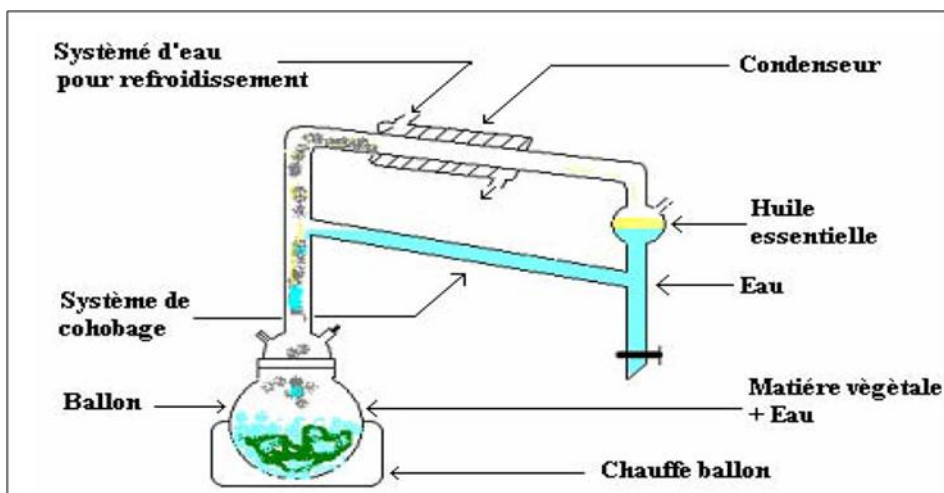
Comme pour l'entraînement à la vapeur, l'hydrodiffusion présente l'avantage de ne pas mettre en contact le matériel végétal et l'eau. De plus, l'hydrodiffusion est plus rapide que l'entraînement à la vapeur d'eau ce qui permet une économie d'énergie, et un rendement en huiles essentielles plus élevé (Bassereau *et al.*, 2007; Bruneton, 2009).



**Figure 03:** Montage d'hydrodiffusion (Pranarôm, 2016).

### I.2.1.3. Hydrodistillation

L'hydrodistillation comme son nom l'indique, la matière première est en contact direct avec l'eau (**Figure 4**). Le procédé consiste à immerger la matière première végétale, qui peut être fraîche ou sèche, dans un bain d'eau. En fonction de la densité du feuillage et de la quantité de matériel par charge, le végétal peut être immergé complètement ou flotter à la surface de l'eau. L'ensemble est ensuite porté à ébullition, généralement à pression atmosphérique, soit par chauffage direct à la base de l'alambic par des combustibles divers, soit par de la vapeur surchauffée injectée dans une double enveloppe conçue à cet effet, entourant l'alambic (Lucchesi, 2005).



**Figure 4:** Montage d'hydrodistillation (Pranarôm, 2016).

## I.2.2. Enfleurage des graisses ou macération à saturation

L'enfleurage est habituellement réservé aux fleurs qui contiennent de très faibles concentrations en essences. Cette technique met à profit la solubilité des huiles essentielles dans les corps gras, elle repose sur le pouvoir de ces derniers à absorber naturellement les arômes. Elle est pratiquée à chaud ou à froid, selon la fragilité et l'aptitude des plantes à résister à la chaleur (**Degryse *et al.*, 2008**).

### I.2.2.1. Enfleurage à froid

Cette technique plus coûteuse que les procédés classiques de distillation, est généralement réservée aux fleurs (telles que le jasmin, la tubéreuse, la jonquille ou l'oeillet) particulièrement fragiles qui conservent leur odeur après la cueillette mais ne supportent pas d'être chauffées (les molécules à extraire sont dénaturées par distillation).

La méthode consiste à mettre les pétales au contact de graisses raffinées (souvent animales) inodores, et absorbantes, étalées sur des parois en verre soutenues par un châssis en bois.

L'extraction se fait par diffusion à froid des composés exhalés par les fleurs vers la graisse qui se sature progressivement en essences en retenant ainsi les éléments odorants. Les fleurs sont éliminées au fur et à mesure de leur épuisement et renouvelées périodiquement par des fleurs fraîches jusqu'à ce que la graisse soit complètement saturée en parfum.

A la fin de l'enfleurage, on obtient une sorte de pommade parfumée (pommade florale) qui peut être utilisée en l'état pour la fabrication de produits cosmétiques, sinon traitée à l'alcool dans des batteuses pour la décharger de sa graisse. Elle permet d'obtenir l'absolue, après une évaporation sous vide de l'alcool (**Desmares *et al.*, 2008**).

### I.2.2.2. Enfleurage à chaud

Cette technique d'extraction connue depuis l'antiquité fut développée au cours des siècles avec les progrès réalisés dans les autres méthodes d'extraction. Elle est réservée à une catégorie de fleurs moins fragiles que celles extraites par enfleurage à froid, c'est le cas de la violette, la cassis et des fleurs d'oranger (**Bruneton, 2009**).

L'enfleurage à chaud ou macération consiste à faire infuser des fleurs dans de la matière grasse, généralement de la graisse préalablement chauffée. Après refroidissement et saturation de celle-ci en composés odorants, le mélange obtenu est chauffé puis filtré afin d'éliminer la matière première épuisée, on obtient là aussi une pommade florale. Le lavage à

froid de celle-ci avec de l'alcool absolu permet de séparer les graisses et les composés odorants. Après évaporation de l'alcool on obtient là aussi une absolue. Elle est très peu utilisée de nos jours (**Bruneton, 2009**).

### **I.2.3. Extraction par solvant organique**

L'extraction par solvant consiste à placer dans un extracteur un solvant et la matière végétale à traiter. Grâce à des lavages successifs, le solvant va se charger en molécules aromatiques, avant d'être envoyé au concentrateur pour y être distillé à pression atmosphérique. Le produit ainsi obtenu est appelé « concrète ». Cette concrète pourra être par la suite brassée avec de l'alcool absolu, filtrée et glacée pour en extraire des cires végétales. Après une dernière concentration, on obtient une absolue. Les rendements sont généralement plus importants par rapport à la distillation et cette technique évite l'hydrolyse par l'eau (**Proust, 2006**).

Le solvant choisi, doit posséder une certaine stabilité face à la chaleur, la lumière ou l'oxygène. Sa température d'ébullition sera de préférence basse afin de faciliter son élimination, et il ne devra pas réagir chimiquement avec l'extrait.

Parmi les solvants les plus utilisés, on recense : le méthanol, l'éthanol, l'éther de pétrole ou encore le dichlorométhane. Cependant, depuis quelques décennies, l'extraction par solvant a connu d'intéressantes améliorations (**Lardry et Haberkorn, 2007**).

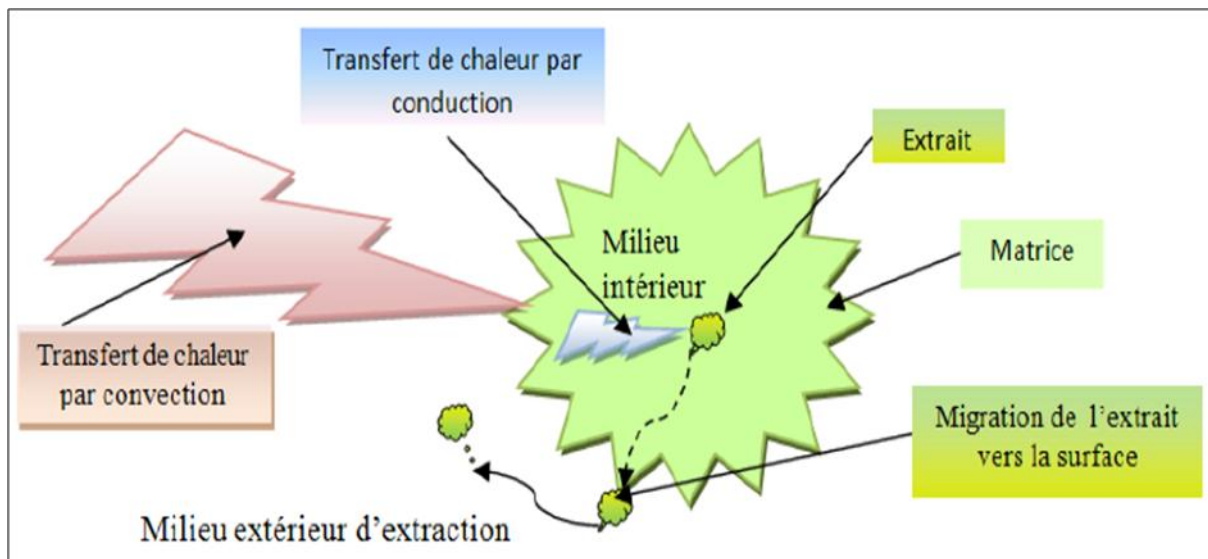
#### **I.2.3.1. Macération**

Au cours d'une extraction solide –liquide par solvant organique, on a dans un premier temps un transfert de chaleur qui se fait par conduction à partir d'une paroi chaude puis dans un deuxième temps par convection dans le milieu d'extraction (très souvent par convection forcée par agitation) (**Li et al., 2014**).

Il s'établit alors un gradient de température au sein de la matrice solide dont la plus basse est au coeur de celle-ci. Au contact de la chaleur apportée par le milieu extérieur avec la totalité de la matière végétale, il s'ensuit un transfert de matière qui se fait essentiellement en quatre étapes :

- Pénétration du solvant dans la matière végétale
- Solubilité des divers composés volatils et non volatils dans le solvant intracellulaire (au sein de la matière végétale).

- Diffusion des composés extraits (volatils et non volatils) de l'intérieur de la matière végétale jusqu'à la surface de celle-ci.
- Transfert des composés extraits de la surface végétale jusqu'au solvant dans lequel baigne la matière végétale (en dehors de la matière végétale).



**Figure 5:** Schématisation du processus d'extraction solide-liquide par solvant organique

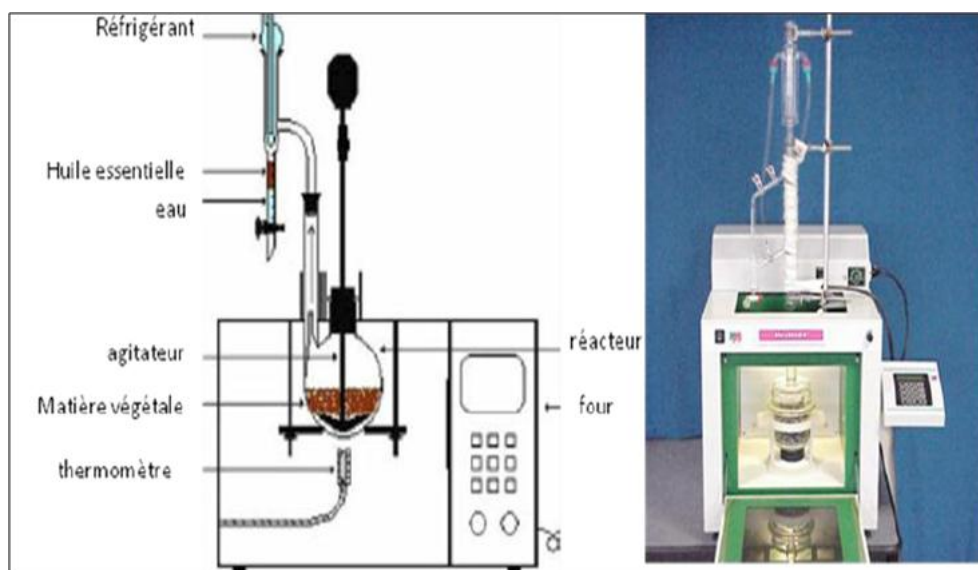
L'ensemble du processus schématisé par la **figure 5** se fait avec une vitesse qui dépend d'une part des conditions opératoires (température, agitation, nature du solvant...) et d'autre part de la morphologie de la matière végétale (organe considéré, structure du végétale, propriétés thermiques, polarité, affinité des molécules à extraire par rapport au solvant extractant...).

#### I.2.4. Extraction par micro-ondes

Les micro-ondes sont des ondes électromagnétiques dans la gamme 300MGH-300GHz. Néanmoins, dans le but d'éviter des interférences avec les radio communication et les radars, les micros ondes domestiques et industriels sont généralement utilisées à une fréquence de 2.45GHz (**Bousbia et al., 2009**).

Le principe de chauffage de la matière par les micros- ondes est de deux phénomènes qui interviennent simultanément : la condition ionique et la rotation dipolaire. La conduction ionique est due à la migration électrophorétique des ions dans un champ électromagnétique. La résistance du milieu à ces courants ioniques induit des frictions libérant de la chaleur par effet de Joule.

La rotation dipolaire correspond au phénomène d'alignement /réalignement des molécules possédant un dipôle dans un champ électrique alternatif de haute fréquence. En l'absence de champ électrique, les molécules constituées d'un dipôle diélectrique sont orientées aléatoirement. Sous l'effet d'un champ électrique continu, les molécules sont orientées aléatoirement. Sous l'effet d'un champ électrique continu, les molécules s'orientent dans la direction du champ électrique et lorsque les molécules dipolaires sont soumises à l'effet d'un champ électrique de haute fréquence, elles s'orientent dans la direction du champ, se désorientent lorsque le champ s'annule puis se réorientent dans l'autre sens du champ. Les mouvements de réalignement vont être perturbés par les liaisons qui existent entre les molécules (liaisons hydrogène, liaisons de Van der Waals) induisant des frictions entre molécules et par conséquent et par une libération d'énergie thermique. Avec une fréquence de travail de 2.4GHz, ce phénomène intervient 4,9.10<sup>9</sup> fois par seconde ce qui traduit par un échauffement de la matière très rapide voire quasi instantané (**Figure 6**) (**Hemwimon *et al.*, 2007 ; Boukroufa *et al.*, 2015 ; Aboudaou *et al.*, 2019**).



**Figure 6:** Montage d'extraction assistée par micro-ondes (**Boukroufa *et al.*, 2015** )

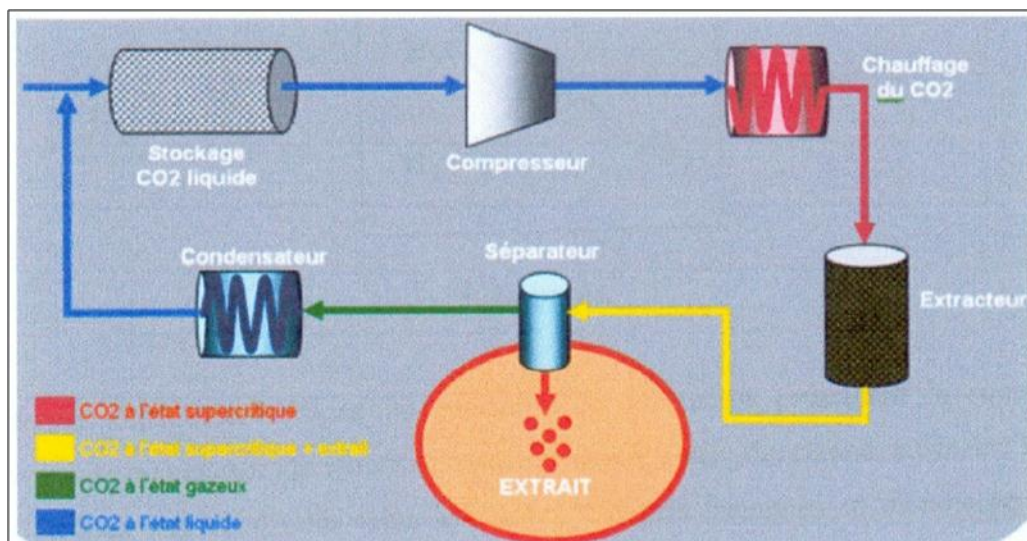
### I.2.5. Extraction au fluide supercritique

L'état supercritique était connu depuis 1822. Les travaux de Hannay et Hogarth [1879] avaient rapporté que les fluides supercritiques avaient un grand pouvoir solvant.

L'originalité de cette méthode repose sur le fait que pour certains solvants, elle est facile de mettre en oeuvre une variation continue du pouvoir solvant. Il existe un grand nombre de solvants pouvant être utilisés à l'état supercritique, cependant le CO<sub>2</sub> est le plus

utilisé en raison de ses faibles valeurs de pression et de température pour avoir cet état supercritique.

A l'état supercritique la température et la pression sont relativement basses, elles se situent respectivement à  $T_c = 31,3 \text{ °C}$  et  $P_c = 7,4 \text{ MPa}$  (**Figure 7**), le  $\text{CO}_2$  liquide a la particularité de se comporter comme un solvant apolaire, légèrement plus polaire que l'hexane. Ce mode d'extraction consiste à comprimer le  $\text{CO}_2$ , et le faire passer à travers la matière première végétale placée dans l'extracteur. Le  $\text{CO}_2$ , à l'état liquide possède alors un grand pouvoir solvant (apolaire) ce qui lui permet d'extraire et de se charger en composés. A la fin de l'extraction, une simple détente, provoque le passage du gaz carbonique de l'état supercritique à l'état gazeux ce qui lui permet de se séparer complètement de l'extrait obtenu. Cette opération a lieu dans un séparateur. L'extrait est récupéré par décantation et le  $\text{CO}_2$  est recyclé pour être stocké par la suite sous forme liquide. L'extraction au  $\text{CO}_2$ , permet d'obtenir un extrait et non une huile essentielle. L'extraction au  $\text{CO}_2$ , est essentiellement utilisée par l'industrie alimentaire (**King, 2004 ; Turner, 2006**).



**Figure 7:** Schéma du principe de la technique d'extraction par le  $\text{CO}_2$  supercritique (**Pourmortazavi, 2007**).

### I.2.6. Extraction assistée par Ultrasons

Elle est apparue en 1954, avec un appareillage du type laboratoire, puis a évolué en s'imposant avec des réacteurs industriels. Cette technique présente l'avantage de réduire d'une manière conséquente les temps d'extraction (**Porto *et al.*, 2009 ; Asfaw *et al.*, 2005**).

Les ultrasons sont des ondes vibrationnelles mécaniques de fréquence allant de 16MHz à 1GHz pouvant se propager dans les solides, les liquides et les gaz. Dans le milieu liquide, la propagation des ondes va générer des cycles successifs de compression (haut pression) et de raréfaction (basse pression). Cette différence de pression va générer des mouvements moléculaires au sein du milieu. Lors d'un cycle de raréfaction, la distance entre molécule est augmentée et au –dessus d'une certaine distance, dépendant de chaque milieu, des bulles de cavitation vont se former. Ces bulles vont croître pendant les phases de raréfaction et diminuer pendant les phases de compression. La répétition de ces cycles va conduire à l'implosion des bulles de cavitation, libérant ainsi une grande quantité d'énergie (**Figure 8**) (**Mason *et al.*, 2011**).



**Figure 8** : Montage d'extraction par ultrasons (**Mason *et al.*, 2011**).

### I.2.7. L'expression à froid

Les huiles essentielles sont aussi obtenues par expression à froid dans le cas particulier des agrumes (*Citrus spp*), on parle alors d'essence et non pas d'huile essentielle (**Couic-Marinier et Lobsteine, 2013**). Elle constitue le plus simple des procédés et consiste à broyer, à l'aide de presses, les zestes frais pour détruire les poches afin d'en libérer l'essence (**Figure 9**). Cette technique uniquement mécanique limite l'oxydation car elle conserve les

antioxydants naturels contenus dans la fraction non volatile de l'essence (**Roux-Sitruk *et al.*, 2008**).



**Figure 9:** Expression à froid (**Benabdelkader, 2012** ).

#### I.2.8. Extraction par espace de tête de –SPME

La SPME a été développée à la fin des années 1980 par Arthur et Pawliszyn (1990), (**Pawliszyn 1997**). Sa commercialisation date de 1993 par Supelco (Bellefonte, PA, USA) (pour les fibres et les supports), son automatisation a été réalisée en 1996 par Varian, grâce à un système spécifique de passeur automatique d'échantillons (**Berka-Zougali *et al.*, 2012**).

Le système de micro-extraction en phase solide est très simple, il s'articule autour de deux éléments essentiels (**Figure 10**) : un piston en acier inoxydable et une fibre fixée à l'extrémité de celui-ci. Cette fibre en silice fondue d'une épaisseur de 7 à 100  $\mu\text{m}$  est revêtue d'une phase polymérique.



**Figure 10:** Système de microextraction.

La facilité et la rapidité de sa mise en œuvre, son faible coût, la disponibilité d'un grand nombre de fibres et surtout son automatisation ont contribué pour que la SPME s'impose dans un grand nombre de laboratoires et ce dans différents domaines d'applications y compris celui des huiles essentielles (**Odeh et al., 2007**).

### I.3. Méthodes d'analyses des huiles essentielles

La détermination de la composition chimique des HEs est généralement réalisée par la combinaison de la chromatographie en phase gazeuse avec la spectrométrie de masse ou l'infrarouge (GC/SM ou GC/IRFT) sur deux colonnes de polarité différente (**Hedges et Wilkins, 1991**). Les composés sont alors identifiés d'après leur indice de rétention et leur spectre de masse. Suite aux travaux innovants de **Formáček et Kubeczka (1982)**, une troisième méthode consiste à identifier les composants individuels d'une HE sur la base d'un spectre RMN  $^{13}\text{C}$  de l'HE, sans séparation préalable de ses constituants.

Pour permettre la séparation de deux énantiomères, la GC chirale est la méthode généralement utilisée. Différentes approches peuvent être distinguées: l'injection directe du mélange dans la colonne chirale (l'identification nécessite souvent un système SM pour confirmer l'identité des pics), la séparation sur colonne chirale des deux composés énantiomères purifiés au préalable par une technique chromatographique achirale (**Casabianca et Graff, 1994**) et l'utilisation de la chromatographie gazeuse multidimensionnelle (MDGC) qui permet l'injection directe de l'échantillon dans le chromatographe; la première colonne achirale conduit à une pré-séparation des composés, qui sont transférés vers la deuxième colonne chirale en utilisant la technique coupe-cœur (heart-cutting) (**Benabdelkader, 2012**).

Les propriétés physiques et la composition chimique d'une HE sont déterminées dès leur obtention. Ces données seront utilisées pour authentifier une HE en vue de son exploitation industrielle.

### I.4. Paramètres influençant la composition quantitative et qualitative des huiles essentielles

Les HEs présentent une très grande variabilité, tant au niveau de leur composition, qu'au plan du rendement des plantes d'origine. Cette variabilité est fondamentale car les activités biologiques qui découlent des HEs peuvent être très différentes (**Benini, 2007**). Cette variabilité peut s'expliquer par 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.

#### I.4.1 Facteurs intrinsèques

Une HE doit avant tout autre chose être rapportée au matériel botanique d'où elle est issue pour éviter toutes dénominations trompeuses du matériel végétal (**Bruneton, 1999**).

L'influence du stade végétatif (**Stefanini et al., 2006; Aprotosoia et al., 2010**), l'organe de la plante (**Barry, 2001 ; Stefanini et al., 2006; Chowdhury et al., 2009**), les hybridations, les facteurs de mutation, la polyploïdie ( **Aprotosoia et al., 2010**) et le polymorphisme chimique « chimiotypes ou formes physiologiques » (**Anton et Lobstein, 2005; Belyagoubi, 2006**) sont les principaux facteurs intrinsèques qui influencent la composition et le rendement des HEs.

#### I.4.2 Facteurs extrinsèques

Les conditions environnementales influencent aussi la composition des HEs. La température, la quantité de lumière, la pluviométrie et les conditions édaphiques représentent autant de causes potentielles de variations de la composition chimique d'une plante aromatique donnée (**Mohammad et al., 2009; Olle et Bender, 2010; Aprotosoia et al., 2010**). Il n'y a pas eu mal des travaux ayant mis en évidence l'influence de l'origine géographique de la matière première (**Barry, 2001; Mohammedi, 2006; Marzoukia et al., 2009**), les conditions culturelles telles que la date de semis, la date de récolte, les traitements phytosanitaires, l'emploi d'engrais, ainsi que les techniques de récolte influencent aussi la composition et le rendement des huiles essentielles (**Barry, 2001; Lahlou, 2004; Stefanini et al., 2006; Benini, 2007; Aprotosoia et al., 2010**).

L'instabilité des constituants des HEs explique que la composition du produit obtenu par hydrodistillation soit, le plus souvent, différente de celle du mélange initialement présent dans les organes sécréteurs du végétal. Au cours de l'hydrodistillation, l'eau, l'acidité et la température peuvent induire l'hydrolyse des esters mais aussi des réarrangements, des isomérisations, des racémisations, des oxydations, etc. (**Silou, 2003 ; Lucches, 2005**).

La méthode d'extraction (**Mohamed, 2005 ; Abramson et al., 2007 ; Benini, 2007 ; Silano et Delbò, 2008**) et l'état du matériel végétal (**Pinto et al., 2006 ; Hettiarachichi, 2008**) influent aussi sur la composition et le rendement des HEs. Il faut aussi signaler que le

stockage des matières premières avant distillation peut également influencer la composition et le rendement des HEs (**Besombes, 2008**).

### **I.5. Données toxicologiques**

Les HEs sont présentées, généralement comme « sans danger ». Mais ces substances naturelles sont aussi des composés puissants (Degryse *et al.*, 2008). Par leur composition chimique complexe, les HEs doivent être utilisées avec une extrême prudence, du fait qu'elles peuvent présenter de très graves dangers lors d'une utilisation aléatoire autonome (**Benzeggouta, 2005**).

Les effets toxiques d'une HE varient considérablement selon sa nature (**Traoré, 2006**). Certaines HEs se révèlent cytotoxiques. Les HEs du thym et de la lavande, selon la phase dans laquelle elles sont mises en contact ; à titre d'exemple, elles sont avérées cytotoxiques pour des cellules de hamster chinois. Par ailleurs, des huiles essentielles de différentes variétés d'origan ont montré une forte cytotoxicité sur des cellules humaines dérivées du cancer (**Pibiri, 2006**).

En règle générale, les huiles essentielles ont une toxicité aiguë faible ou très faible par voie orale: une DL<sub>50</sub> comprise entre 2 et 5 g/kg pour la majorité des huiles couramment utilisées (anis, eucalyptus, girofle, etc.) ou le plus fréquemment supérieure à 5 g/kg (camomille, citronnelle, lavande, marjolaine, vétiver, etc.) ; d'autres ont une DL<sub>50</sub> inférieure à 1g/kg : l'huile essentielle de boldo (0.13 g/kg) ; l'essence de moutarde (0.34 g/kg) ; les essences d'origan et de la sarriette (1.37 g/kg) ; les HEs du basilic, de l'estragon et de l'hysope (1.5 ml/kg). Tandis que la toxicité chronique est assez mal connue (**Benzeggouta, 2005**).

### **I.6. Validation de l'activité biologique des plantes médicinales**

Les outils du chercheur se sont tellement perfectionnés et ce d'une manière exponentielle, que toutes les méthodes ont été bouleversées. Tant en chimie qu'en pharmacologie des substances naturelles, que dans le domaine des biotechnologies, les récents développements techniques ont déterminé trois approches différentes, ce sont celles de la chimie, de la pharmacologie et des biotechnologies (**Mohammedi, 2009**).

Les recherches chimiques sur les substances naturelles s'appuient sur des techniques de séparation des constituants (chromatographie) et de leur détermination structurale (spectrographie). Aujourd'hui, les multiples possibilités de chromatographie sur des supports de plus en plus différenciés permettent d'isoler sans difficultés insurmontables des produits

autrefois inaccessibles. Il y a eu accroissement considérable de la puissance et de la finesse d'analyse. La détermination de structure des molécules est donc de plus en plus facile, mais elle devient aussi, et de plus en plus, l'affaire de spécialistes maîtres de tous petits créneaux techniques, et nantis d'un matériel très onéreux (Mohammedi, 2009 ; Mohammedi, 2013).

Le chercheur doit aussi étudier l'activité des plantes médicinales et de leurs extraits et donc, tenter de plus en plus de sélectionner les plantes en fonction de leur activité biologique, ensuite se préoccuper de garantir à l'utilisateur une source permanente et suffisante de principes actifs, sans détruire les gîtes naturels productifs (Mohammedi, 2013).

## **I.7. Activité antioxydante**

Les vertus des HEs sont connues et utilisées depuis longtemps, mais cette utilisation se basait sur des pratiques traditionnelles et des applications sans bases scientifiques précises. De nos jours, leur emploi se fait sur des bases scientifiques et rationnelles puisque de nombreux travaux de recherche ont porté sur les activités antimicrobiennes et antioxydantes des HEs des plantes aromatiques.

### **I.7. 1. Stress et Radicaux libres**

#### **I.7. 1.1. Définition du stress**

Le stress oxydant apparaît dans une cellule quand l'équilibre entre les espèces pro-oxydantes et anti-oxydantes est rompu en faveur de l'état pro-oxydant (Hettiarachichi, 2008).

#### **I.7. 1.2. Radicaux libres**

Un radical libre est une espèce chimique, atome ou molécule, contenant un électron non apparié. Extrêmement instable, ce composé peut réagir avec les molécules les plus stables pour appairer son électron. L'appellation ROS inclut les radicaux libres de l'oxygène (Tableau II) : anion superoxyde ( $O_2^{\cdot-}$ ), radical hydroxyle ( $OH^{\cdot}$ ) mais aussi certains dérivés oxygénés non radicalaires dont la toxicité est importante tels que le peroxyde d'hydrogène ( $H_2O_2$ ).

A côté des ROS, il existe des ERN (espèces réactives nitrogénées) dont le représentant majeur le  $NO^{\cdot}$ . C'est un agent vasodilatateur. Il est synthétisé par les NO synthases (NOS). Le  $NO^{\cdot}$  est un radical peu réactif mais peut se lier aux radicaux libres oxygénés pour former des molécules plus toxiques comme les peroxynitrites.

Tableau II: Molécules du stress oxydatif (Mohammedi, 2013).

Nomenclature	Structure	Principales réactions
Superoxyde	$\bullet\text{O}=\text{O}\cdot$	Catalyseur de la réaction de Haber-WeiB par recyclage de $\text{Fe}^{2+}$ et $\text{Cu}^+$ ; formation du peroxyde d'hydrogène et peroxynitrite
Peroxyde d'hydrogène	$\text{HO}=\text{OH}$	Formation du radical hydroxyle ; inactivation d'enzymes ; oxydation de biomolécules
Radical hydroxyle	$\bullet\text{OH}$	Abstraction de l'hydrogène, production de radicaux libres et peroxydes lipidiques, oxydation des thiols
Ozone	$\cdot\text{O}=\text{O}^+=\text{O}$	Oxydation de biomolécules, spécialement celles contenant des doubles liaisons, formations des ozonides et des aldéhydes cytotoxiques
Oxygène singulet	$\bullet\text{O}=\text{O}$	Réaction avec les doubles liaisons, formation de peroxydes, décomposition des aminoacides et nucleotides
Oxyde nitrique	$\bullet\text{N}=\text{O}$	Formation de peroxynitrite, réaction avec autres Radicaux
Oxyde nitrique	$\bullet\text{N}=\text{O}$	Formation de peroxynitrite, réaction avec autres Radicaux
Peroxynitrite	$\text{O}=\text{N}=\text{O}=\text{O}\cdot$	Formation du radical hydroxyle, oxydation des groupements thiols et aromatiques, conversion de la xanthine déshydrogénase en xanthine oxydase, oxydation des biomolécules
Hypochlorite	$\text{ClO}\cdot$	Oxydation des groupements amine et sulfure, formation de chlore
Radical	$\text{R}\cdot$	Abstraction de l'hydrogène, formation des radicaux peroxy et autres radicaux, décomposition de lipides et autres biomolécules
Radical peroxy	$\text{R}=\text{O}=\text{O}\cdot$	Abstraction de l'hydrogène, formation des radicaux, décomposition de lipides et autres biomolécules
Hydroperoxyde	$\text{R}=\text{O}=\text{OH}$	Oxydation de biomolécules, destruction de membranes biologiques
ions fer et cuivre	$\text{Cu}^{2+}, \text{Fe}^{3+}$	Formation du radical hydroxyle par la réaction de Fenton et Haber-WeiB

### I.7.2. Antioxydants

Le progrès de l'oxydation a comme conséquence la détérioration complète des aliments. La dégradation oxydative des constituants de nature lipidique de nos aliments présente des inconvénients à la fois aux plans organoleptique, nutritionnel, fonctionnel, économique et hygiénique (Alais *et al.*, 2003, 2008; Rolland, 2004; Jeantet *et al.*, 2006 ; Sani, 2006; Nessrien & Mohamed, 2007; Rashid *et al.*, 2010). La lutte contre l'oxydation des lipides représente donc un enjeu considérable pour les industriels alimentaires. Pour

supprimer ou ralentir l'oxydation des lipides, deux voies sont envisageables : tenter de réduire les facteurs favorables à cette oxydation et/ou trouver un réactif qui ralentit l'oxydation : c'est le rôle de l'antioxydant (**Moll, 1998; Jeantet *et al.*, 2006**). Ce dernier est défini comme une substance qui, à de faibles concentrations comparées à celles des substrats oxydables, prévient significativement ou retarde l'initiation du processus d'oxydation (**Beirão et Bernardo-Gil, 2006**).

L'anhydride sulfureux et ses combinaisons minérales ont été utilisés comme premiers antioxydants, mais ces composés possèdent un caractère fortement allergisant (**Portes, 2008**). On trouve aussi d'autres composés comme le gallate de propyle, le gallate d'octyle, le butylhydroxyanisole (BHA), le butylhydroxytoluène (BHT) et le tert-butylhydroquinone (TBHQ). Le plus grand avantage de ces derniers est lié à leur coût bas d'une part, leurs propriétés chimiques et technologiques bien étudiées, qui satisfont dans la plupart des cas la demande des producteurs d'autre part. En revanche, le BHA et le BTH ont été avérés cancérogènes (**Nessrien et Mohamed, 2007 ; Gachkar *et al.*, 2007 ; Ho *et al.*, 2009 ; Rashid *et al.*, 2010; Olivero-Verbel *et al.*, 2010**). Le TBHQ a été interdit au Japon, au Canada et en Europe. De même, le BHA a été également éliminé de la liste des composés GRAS (**Rashid *et al.*, 2010**). Par conséquent, il y a grand intérêt mondial pour la recherche de nouvelles sources d'antioxydants, naturelles et sûres (**Kulevanova & Panovska, 2001 ; Caldefie-Chezet *et al.*, 2003; Bouhdid *et al.*, 2006; Pamphile *et al.*, 2009; Raza *et al.*, 2009; Dongmo *et al.*, 2010**).

### I.7.2. 1. Mécanismes d'action des antioxydants

Les antioxydants sont des agents de prévention, ils bloquent la phase d'initiation du processus d'oxydation en complexant les catalyseurs, en réagissant avec l'oxygène, ou des agents de terminaison capables de dévier ou de piéger les radicaux libres. Ils agissent en formant des produits finis non radicalaires. Ils peuvent également chélater des traces métalliques responsables de la production des espèces réactives oxygénées ou encore interrompre la réaction en chaîne de peroxydation, en réagissant rapidement avec un radical d'acide gras avant que celui-ci ne puisse réagir avec un nouvel acide gras. Tandis que d'autres, absorbent l'énergie excédentaire de l'oxygène singulet pour la transformer en chaleur (**Favier, 2006**). Les antioxydants visent également à protéger les systèmes cellulaires des effets des processus potentiellement nocifs qui causent l'oxydation excessive (**Hale, 2003**).

### I.7.3. Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante

Les méthodes utilisées pour évaluer l'activité antioxydante des huiles essentielles sont relativement peu nombreuses et font intervenir en général la coloration ou la décoloration d'un réactif spécifique en présence d'agent antioxydant (huile essentielle). Selon la bibliographie, les méthodes les plus utilisées sont celles de la réduction du 2,2-diphényl-1-picryl-hydrazyl (DPPH•), de l'inhibition de la peroxydation de l'acide linoléique, de la chélation des métaux et de blanchiment du  $\beta$ -carotène dans l'acide linoléique.

La mesure de l'inhibition de la peroxydation d'acide linoléique est une méthode efficace pour l'évaluation de l'activité antioxydante des huiles essentielles. Cette activité est déterminée par le pourcentage d'inhibition de la peroxydation d'acide linoléique (**Hussain et al. 2008**). Cette méthode est utilisée par beaucoup des auteurs pour évaluer le potentiel antioxydant des huiles essentielles (**Iqbal et al., 2005 ; Yassa et al., 2009; Hussain et al. 2008, 2010 ; Dongmo et al., 2010**).

La méthode de chélation des métaux est employée pour déterminer la puissance de réduction des huiles essentielles où les réductants (huiles essentielles) ramènent le complexe de  $\text{Fe}^{3+}$ /ferricyanide [ $\text{FeCl}_3/\text{K}_3\text{Fe}(\text{NC})_6$ ] à la forme ( $\text{Fe}^{2+}$ ) ferreuse (**Wang et al., 2010**). Par conséquent, selon la puissance de réduction des HEs, la couleur jaune de la solution d'essai change en vert ou en bleu (**Nikhat et al., 2009**). Cette méthode a été utilisée par beaucoup d'auteurs pour déterminer la puissance de réduction des HEs (**Faria et al., 2006 ; Wangcharoen et Morasuk, 2007; Chairgulprasert et al., 2008; Chua et al., 2008; Nikhat et al., 2009; Aiyegoro & Okoh, 2010; Wang et al., 2010; Loganathan et al., 2010; Ho et al., 2010**).

Le blanchiment du  $\beta$ -carotène dans l'acide linoléique et de la réduction de DPPH• sont des méthodes efficaces, simples, reproductibles et rapides pour évaluer les propriétés antioxydantes des HE (**Mayachiew et Devahastin, 2008 ; Hussain, 2009**). L'analyse de balayage de DPPH• est la fréquemment utilisée pour la détermination de l'activité antioxydante des huiles essentielles (**Burits et Bucar, 2000; Burits et al., 2001; Gramza et al., 2005; Gachkar et al., 2006; Simionatto et al., 2007; Shin et Baek, 2007; Ho et al., 2008; Yen et Chang, 2008; Hussain et al., 2008; Chairgulprasert et al., 2008; Ho et al., 2009; Nikhat et al., 2009; Fayed, 2009; Dongmo et al., 2010; Džamić et al., 2010; Hussain et al., 2010; Ho et al., 2010; Imelouane et al., 2010**).

Le 2,2-diphényl-1-picryl-hydrazyl (DPPH<sup>•</sup>) est un radical organique stable, coloré et centré sur l'azote. Le maximum de son absorption se situe vers 515 nm dans le méthanol et l'éthanol (Portes, 2008). Les antioxydants donneurs d'atome H (RH) sont capables de réduire DPPH<sup>•</sup>, ce qui conduit au 1,1-diphényl-2-picrylhydrazyl (DPPH-H) et au radical R<sup>•</sup> (Desmier, 2016 ; Evenamede et al., 2017).

Le DPPH<sup>•</sup> a une couleur violette ou rouge pourpre mais cette couleur disparaît lorsqu'il est réduit par un capteur de radicaux (Figure 11) (Hubert, 2006 ; Prakash, 2001 ; Garcia et al., 2012).

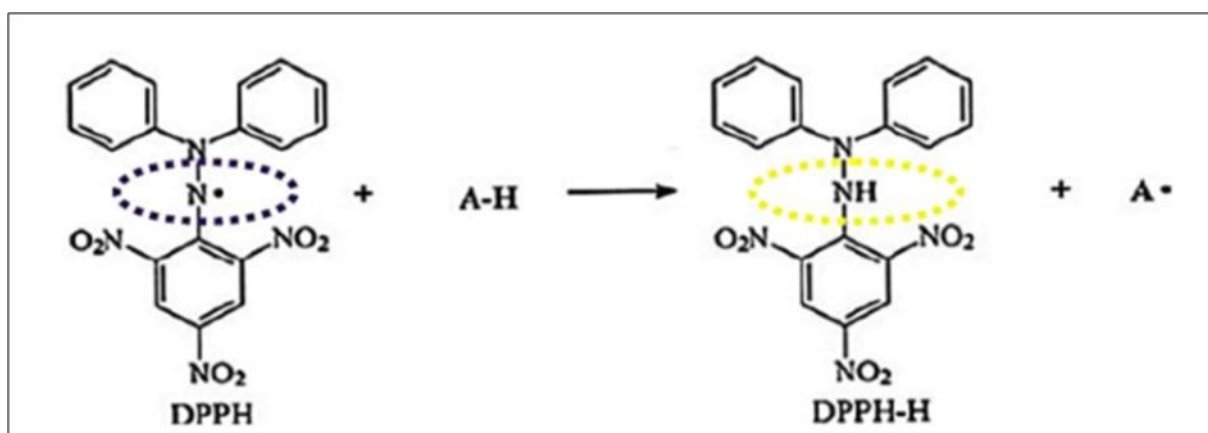


Figure 11: Réaction du DPPH<sup>•</sup> avec un antioxydant (Prakash, 2001 ; Molyneux, 2004).

Le rapport DPPH<sup>•</sup>/antioxydant doit être adapté à la stœchiométrie du composé (nombre de radicaux réduits par molécule d'antioxydant) et le DPPH<sup>•</sup> doit être en excès. Ce test, largement utilisé, est rapide et facile à réaliser ; il permet de comparer un grand nombre de composés ou un seul composé à plusieurs dilutions. De plus, contrairement aux autres tests, les conditions utilisées (solvants organiques et faible température) évitent l'autooxydation des molécules testées (Portes, 2008). Le test du DPPH<sup>•</sup> permet aussi de déterminer un paramètre cinétique : la constante de vitesse du premier transfert d'atome H, et un paramètre statique : la stœchiométrie. Ces paramètres définissent l'activité antioxydante intrinsèque des molécules testées (Goupy et al., 2003 ; Roche et al., 2005).

Les résultats peuvent être exprimés en pourcentage de réduction de DPPH<sup>•</sup>, pour une concentration en extrait donné et un temps donné. Le test de réduction du DPPH<sup>•</sup> permet aussi de calculer la CE<sub>50</sub> (Dongmo et al., 2010). La valeur CE<sub>50</sub> est définie comme étant la concentration du substrat qui cause la réduction de 50% du DPPH<sup>•</sup> (Simionatto et al., 2007). Ce test peut se faire sur Chromatographie sur couche mince ; les extraits à tester sont déposés

sur des CCM de gel de silice GF254 en aluminium et développés dans des systèmes appropriés. Après le séchage, les CCM sont giclées avec une solution méthanolique à 2 mg/ml de DPPH<sup>•</sup>. Les activités antiradicalaires apparaissent sous forme de spots de couleur jaune blanc sur fond violet (Calvin, 2001; Braca *et al.* 2002; Raza *et al.*, 2009; Dramane *et al.*, 2010). Ce test a été utilisé par beaucoup d'auteurs pour évaluer le potentiel antioxydant d'huiles essentielles (Simionatto *et al.*, 2007; Salazar-Aranda *et al.*, 2009; Paramapojn & Gritsanapan, 2009; Ho *et al.*, 2009, 2010).

Cependant, le test de réduction au DPPH<sup>•</sup> peut poser des difficultés d'interprétation lorsque les composés testés possèdent une bande d'absorption dans le visible vers 515 nm, interférant avec celle du DPPH<sup>•</sup>. Le test avec l'ABTS<sup>+</sup> est alors recommandé car on peut interpréter les résultats sur la bande à 734 ou 815 nm (Schlesier *et al.*, 2002), n'interférant plus avec celle du composé testé, tandis que le DPPH<sup>•</sup> ne possède pas d'autres bandes d'absorption à plus grande longueur d'onde. De plus, ce radical est instable à la lumière et son absorbance à 515 nm décroît sans l'intervention d'un quelconque antioxydant ; c'est pourquoi les tests réalisés avec le DPPH<sup>•</sup> doivent impérativement se faire à l'obscurité (Portes, 2008).

## I.8. Les domaines d'utilisations des huiles essentielles

### I.8.1. Utilisation pharmacologique

Leurs propriétés pharmacologiques leur confèrent une utilisation médicale. Les HHs ont :

- **Un pouvoir antiseptique** : contre des bactéries variées ainsi que des champignons et levures.
- **Des propriétés spasmolytiques et sédatives** : certaines drogues à HEs sont réputées efficaces pour diminuer les spasmes gastro-intestinaux. L'amélioration de certaines insomnies et de troubles psychosomatiques divers est également notée (Bruneton, 1993).
- **Des propriétés irritantes** : de nombreuses crèmes, pommades à base d'HEs, sont destinées à soulager entorses, courbatures ou claquages musculaires en augmentant la microcirculation, induisent une sensation de chaleur et dans certains cas une légère anesthésie locale (Bruneton, 1993).

### I.8.2. En parfumerie

C'est le principal débouché des HEs. La cosmétologie et le secteur des produits d'hygiène sont aussi consommateurs, même si le coût élevé des produits naturels conduit à privilégier parfois les produits synthétiques (Bruneton, 1993).

### I.8.3. Dans les industries agro-alimentaires

Certaines drogues sont utilisées en nature (épices et aromates), d'autres sous forme d'HEs ou de rétinoides dispersés, encapsulés ou complexés. On note l'intégration de ces derniers dans : les boissons non alcooliques, les confiseries, les produits laitiers ou carnés, les soupes, les sauces, les snacks, les boulangeries, ainsi que la nutrition animale (**Bruneton, 1993**).

### I.8.4. Dans diverses industries

Ce sont surtout des industries chimiques qui utilisent des isolats (substances pures isolées des HEs) comme matières premières pour la synthèse de principes actifs médicamenteux, de vitamines, de substances odorantes, etc... (**Bruneton, 1993**).

### I.8.5. En agriculture

L'utilisation des HEs dans le domaine de l'agriculture est encore débutante mais est appelée à se développer. En effet, le contexte réglementaire actuel incite fortement à développer des produits phytosanitaires d'origine naturelle comme alternative aux moyens de lutte chimique. Les HEs sont actuellement testées sur différentes cibles : les insectes, les champignons, les bactéries, les adventices et également pour la conservation des semences. L'utilisation des HEs en agriculture biologique nécessite également leur inscription sur une liste dite « positive » de produits autorisés (**Furet et al, 2013 ; Chavassieux, 2014**).

## I.9. Limitations de l'utilisation des huiles essentielles

Les HEs sont utilisées comme agents naturels de conservation dans le domaine agroalimentaire : le poisson, les viandes, les ovoproduits (**Djenane et al., 2019**) et, dans plusieurs d'autres produits. Bien que l'utilisation des HEs en fumigation sur des grains en stockage puisse constituer une stratégie intéressante, elle se heurte à plusieurs contraintes :

- **Phytotoxicité** : L'altération de l'intégrité de la membrane cellulaire suite à l'exposition aux HEs (responsable de leur effet anti-fongique) pourrait aussi affecter les plantes et induire une phytotoxicité à des concentrations légèrement plus élevées que celles utilisées pour lutter contre les champignons (**Isman et Machial, 2006**).
- **Toxicité pour les mammifères** : une exposition à des HEs ou bien à leurs composants peut-être toxique pour les mammifères. (**Hartnoll et al. 1993**), ont reporté un cas d'ingestion de 5 ml d'huile essentielle de clou de girofle chez un enfant qui a entraîné une hépatotoxicité sévère et un coma. D'autres effets toxiques des HEs ont été rapportés

comme, par exemple, une photosensibilisation entraînant des irritations dermiques et des brûlures lors d'exposition à la lumière (HE avec une teneur élevée de furanocoumarins) (Tisserand, 1997). Le linalool, présent dans les HE de thym et de lavande est également toxique pour des cellules dermiques humaines (Prashar *et al.*, 2004).

- **Volatilisation rapide** : Les composés des HEs sont hautement volatiles et peuvent également se dégrader par oxydation suite à une exposition à la lumière ou une élévation de température. Cette perte d'activité nécessiterait donc leur réintroduction de manière continue pour maintenir l'effet protecteur (Kedia *et al.*, 2015).
- **Altération des qualités organoleptiques** : Les HEs sont constituées de substances aromatiques très fortes et sont souvent utilisées en industrie cosmétique pour leur odeur agréable. Leur application sur des aliments pourrait en changer les qualités organoleptiques et altérer le goût de ces derniers (Kumar *et al.*, 2010).

## I.10. Présentation et description botanique des plantes utilisées dans la présente étude

### I.10.1. *Cuminum cyminum*

**Nom commun** : Cumin

**Noms scientifique** : *Cuminum cyminum* L.

Le cumin est une plante herbacée annuelle de la famille des *Apiacées*, d'une hauteur de 30 cm (Vican, 2001), à feuilles parfumées, finement divisées, ombelles de petites fleurs blanches ou roses en été (Bremness, 2002). Le fruit est fusiforme, d'une couleur jaune clair, qui devient plus foncée au contact de l'air, velu, strié variant du vert au gris-brun (Bremness, 2002; Saha *et al.*, 2016), d'une odeur aromatique et un goût épicé et amer (Figure 12). Il est considéré comme l'une des épices les plus importantes et se classe le deuxième après le poivre noir. Il est utilisé comme épice pour son effet aromatique spécial, communément dans les cuisines de l'Inde, du Pakistan, de l'Afrique du Nord, du Moyen-Orient, du Sri Lanka, de Cuba, du nord du Mexique et de la Chine occidentale.

Le cumin est connu pour ses propriétés stimulantes, diurétiques, emménagogues, antispasmodiques et astringentes (Thippeswamy et Naidu, 2005). Il est également utilisé dans le traitement de la diarrhée, de la dyspepsie et de la jaunisse (Sultana *et al.*, 2006). Il a été signalé avoir des propriétés antimicrobiennes et antioxydantes (Shahidi *et al.*, 2000;

Hajlaoui *et al.*, 2010 ; Khosravi *et al.*, 2011; Naveen *et al.*, 2011; Mohammadpour *et al.*, 2012).

#### I.10.1.1. Position systématique

D'après Quezel et santa (1963), la classification de *C. cyminum* L.

**Règne :** Végétale

**Embranchement :** Spermaphytes

**Classe :** Dicotyledones

**Ordre :** Apiales

**Famille :** Apiaceae

**Genre :** *Cuminum*

**Espèce:** *Cuminum cyminum* L.



**Figure 12:** *Cuminum cyminum* L.

#### I.10.2. *Coriandrum sativum*

**Nom commun :** coriandre

**Noms scientifique :** *Coriandrum sativum* L.

La coriandre est une plante annuelle élançée, ramifiée, mesurant généralement en floraison de 30 à 60 cm mais pouvant atteindre 1,40 m. Le feuillage et la tige sont verts ou vert clair tirant parfois sur le rouge ou le violet pendant la floraison, glabres, luisants (notamment les faces inférieures des feuilles) (Bhat *et al.*, 2014). L'inflorescence, blanche ou rose-mauve très pâle, est typique des *Apiacées* (Nadeem *et al.*, 2013).

Les fruits sont globuleux, parfois légèrement allongés, de 3 à 6 mm de diamètre. Les fruits frais sont verts et dégagent la même odeur que les feuilles. Ils deviennent beiges, puis

ore-brun clair au cours de leur maturation et développent une odeur plus aromatique (**Figure 13**). Ce sont des schizocarpes constitués de deux méricarpes hémisphériques accolés, surmontés de ce qui reste du stylopoide (parfois des styles) et des dents du calice, ne se séparant qu'une fois très secs (**Emamghoreishi et al., 2005**).

La coriandre est une plante originaire des régions méditerranéennes et du Moyen-Orient, cultivée pour son usage culinaire, aromatique et médicinal (**Mildner-Szkudlarz et al., 2009**). Cette plante est d'importance économique puisqu'elle est utilisée comme agent aromatisant dans les produits alimentaires, les parfums, les cosmétiques et les médicaments (**Neffati et al., 2011**). Il a été démontré que l'HE et divers extraits de coriandre possèdent des propriétés antibactériennes, antidiabétiques, anticancéreuses, antimutagènes, antioxydantes et anti-radicalaires (**Sreelatha et al., 2009 ; Zoubiri et Baaliouamer, 2010**).

#### **I.10.2.1. Position systématique**

La classification botanique de *C. sativum* L. d'après **Quezel et santa (1963)** :

**Règne** : Végétale

**Embranchement** : Spermaphytes

**Classe** : Dicotyledones

**Ordre** : Apiales

**Famille** : Apiaceae

**Genre** : *Coriandrum*

**Espèce** : *Coriandrum sativum* L.



**Figure 13:** *Coriandrum sativum* L.

### I.10.3. *Laurus nobilis*

**Nom commun :** Laurier

**Noms scientifique :** *Laurus nobilis* L.

Le laurier est un arbuste mesurant de 2 à 6 m et jusqu'à 15 m de haut, à tige droite et grise dans sa partie basse, verte dans le haut. Les feuilles de forme lancéolée, alternes, coriaces, à bord ondulé, sont vert foncé sur leur face supérieure et plus clair à la face inférieure. Elles dégagent une odeur aromatique quand on les froisse. Les fleurs, blanchâtres, groupées par 4 à 5 en petites ombelles, apparaissent en mars-avril. C'est une plante dioïque : les fleurs mâles et femelles sont sur des pieds séparés. Le fruit est une petite drupe ovoïde, noir violacé et nue (**Pariente, 2001**).

Le laurier est la seule espèce représentant la famille *lauraceés* dans la région méditerranéenne d'où elle est originaire, y compris des pays tels que l'Algérie, le Maroc, l'Italie, l'Espagne, le Portugal, la Turquie et la France (**Demir et al., 2004; Barla et al., 2007, Dias et al., 2014 ; Snuossi et al., 2016**) (**Figure 14**). Il est largement utilisé comme agents de saveur pour la préparation des aliments (**Camejo-Rodrigues et al., 2003; Ouchikh et al., 2011**). Ses feuilles sont utilisées pour supprimer l'hypoglycémie, les infections fongiques et bactériennes, pour traiter l'éructation, flatulences et des problèmes gastro-intestinaux. Il présente également des propriétés anti-inflammatoires, anti-convulsivantes, antiépileptiques, antimicrobiennes et antioxydantes (**Conforti et al., 2006; Ferreira et al., 2006; Ouchikh et al., 2011; Ozcan et al., 2010; Polovka et Suhaj, 2010; Speroni et al., 2011; Chmit et al., 2014 ; Djenane et al.2015; Taoudiat et al., 2018**).

#### I.10.3.1. Position systématique

La classification botanique de *L. nobilis* L. d'après **Quezel et santa (1963)** :

**Règne :** Végétale

**Embranchement :** Spermaphytes

**Classe :** Dicotylédone

**Ordre :** Laurales

**Famille :** Lauraceae.

**Genre :** *Laurus*

**Espèce:** *Laurus nobilis* L.



**Figure 14:** *Laurus nobilis* L.

#### **I.10.4. *Lavandula stoechas***

**Nom commun :** Lavande papillon

**Noms scientifique :** *Lavandula stoechas* L.

La *Lavandula Stoechas* est communément appelée Lavande Française, Lavande Italienne, Lavande Espagnole, Lavande des Stoechades, Lavande maritime, Lavande papillon ou Lavande à toupet (**Chu et Kemper, 2001**). Elle a été historiquement la première lavande à être formellement décrite et elle est aussi la lavande dont le territoire géographique est le plus vaste. Elle est répandue dans tout le bassin méditerranéen (Europe méridionale, l’Afrique du Nord et le Moyen Orient) (**Chu et Kemper, 2001**).

C’est un sous arbrisseau qui préfère les endroits ensoleillés et les sols riches. Les tiges étroites sont quadrangulaires à feuilles opposées. Elles tendent à être plus vertes que grises, à son extrémité une inflorescence terminée par un toupet de longues bractées violettes. L’ensemble fleurs et feuilles est très aromatique (**Figure 15**)(**Chu et Kemper, 2001**).

Selon Mastelic et Kustrak (1997), les principaux constituants chimiques potentiellement actifs qu’on peut trouver dans le genre *Lavandula* sont les monoterpènes, monoterpènes alcools, monoterpènes aldéhydes, Monoterpènes éthers monoterpènes esters, monoterpènes cétones, benzénoides, sesquiterpènes et quelques traces d’autres composés tels que les flavonoïdes.

Par ailleurs ; les composants majoritaires des huiles essentielles de la *Lavandula Stoechas* sont l’ $\alpha$ -pinène, le fenchone, le camphre et l’acétate de myrtenyl (**Dob et al, 2006**). Les autres constituants sont le bêta pinène, le limonène, le bêta santalène, le bornéol, le

camphre, la caryophyllène, la coumarine, le géraniol, le limonène, le linalol, le lutéoline, le 1,8-cinéole, l'acide rosmarinique, le tannin, l'umbelliférone et l'acide ursolique (**Esiyok et al. 2004**).

La *Lavandula Stoechas* est une espèce végétale bien connue et utilisée à travers toute la région méditerranéenne pour ses vertus médicinales principalement attribués à sa teneur en huile essentielle (**Festy et Dupin, 2012**).

Elle est utilisée comme antispasmodique dans les douleurs des coliques, expectorant, stimulant, et pour les différentes maladies du système nerveux central, comme l'épilepsie et la migraine (**Giray et al. 2008**).

L'huile essentielle de la lavande a aussi des effets positifs sur les plaies, les infections urinaires, les maladies cardiaques et l'eczéma. Elle possède également des propriétés antimicrobiennes et anti-carcinogènes (**Gören et al. 2002**). Elle renferme aussi des propriétés sédatives, anxiolytique, analgésique, antidépresseur, antioxydant, antiinflammatoire et insecticide (**Chu et Kemper, 2001**).

En cosmétique, la *Lavandula Stoechas* était à l'honneur chez les Romains et reprend aujourd'hui du galon, portée par l'engouement retrouvé pour les produits nature (**Festy et Dupin, 2012**). Son huile essentielle (HE) est largement employée dans l'industrie du parfum savons, eaux de Cologne, lotions pour la peau, vernis, démaquillants... (**Schauenberg et Paris, 2010**).

#### **I.10.4. 1. Position systématique**

D'après **Quezel et Santa (1963)**, la systématique de *Lavandula Stoechas* est la suivante :

**Embranchement** : Spermaphytes

**Sous-embranchement** : Angiospermes

**Classe** : Dicotylédones

**Sous-classe** : Dialypétales

**Ordre** : Lamiales (Labiales)

**Famille** : Lamiaceae

**Genre** : *Lavandula*

**Espèce** : *Lavandula stoechas* L.



**Figure 15:** *Lavandula stoechas* L.

#### **I.10.5.** *Thymus numidicus*

**Nom commun :** Thym de Numidie.

**Noms scientifiques :** *Thymus numidicus* Poiret.

C'est un très petit arbuste, haut, de cinq à six pousses au plus, dont les racines font grêles, ses branches font chargées presque dès leurs base de rameaux nombreux, épars, presque'opposés, étalés, un peu anguleux, droit, légèrement pubescents à leur partie supérieure, garnis de feuilles opposées, presque sessiles, plus longues que les entre-nœuds très ouvertes, étroites, linéaires, très- entières, glabres à leurs deux faces, rétrécis à leur base, aigues à leurs sommet, longues de quatre à cinq lignes, larges d'un peu plus d'une demi-ligne. Les fleurs font réunies à l'extrémité des rameaux en épis courts, capité, garnis de bractées ovales, lancéolées, aigues, élargies à leur base, ciliées, ponctuées, le calice très velu coloré, à cinq dents sétacées, fortement ciliées de longs poils blanchâtres, la corolle petite, de couleur rose ou un peu purpurine les étamines plus longues que la corolle, les anthères un peu globuleuses, à deux loges, le style presque de la même longueur que les étamines, deux stigmates aigus. Assez rare : dans le sous-secteur de l'atlas tellien, la grande et la petite Kabylie de Skikda à la frontière tunisienne, Tell constantinois. Il existe en Algérie et en Tunisie (**Figure 16**) (**Noual et Madi, 2018**)

##### **I.10.5. 1. Position systématique**

D'après **Quezel et Santa (1963)**, la systématique de *Thymus numidicus* Poiret est la suivante :

**Règne :** Plante

**Division :** Spermaphytes

**Subdivision :** Angiospermes

**Classe :** Dicotylédone

**Ordre :** Lamiales

**Famille :** Lamiacées

**Genre:** *Thymus*

**Espèce:** *Numidicus* Poiret



**Figure 16:** *Thymus numidicus* Poiret.

***MATERIELS***  
***ET METHODES***

Ce travail a été réalisé au laboratoire d'Essais et d'Analyses de la Qualité à Blida.

### II.1. Matériel végétal

L'ensemble du matériel végétal a été récolté de différentes régions de l'Algérie durant la période allant de Mars-Juin 2020 et 2021 (**Tableau III**). L'identification botanique des différentes espèces a été réalisée au Département de botanique (Ecole Nationale d'Agronomie, d'Alger). L'identité des espèces a été également confirmée selon les clés botaniques dans la "Flore d'Algérie" (**Quezel et Santa, 1963**).

Avant toute extraction, un prétraitement adéquat est effectué, les espèces ont été triées, séparées et séchées à l'ombre dans un endroit bien aéré, ensuite les parties végétales ont été bien conservées jusqu'à leur utilisation.

**Tableau III:** Sites de collecte, partie utilisée, et date de prélèvement de 5 plantes qui ont servi de source d'HE dans la présente étude.

espèce	Sites de collecte	Partie utilisée	Date de prélèvement
<i>C. cyminum</i>	Alger	Grains	07/03/2021
<i>C. sativum</i>	Alger	Feuilles	12/03/2021
<i>L. nobilis</i>	Tizi –Ouzou	Grains	01/03/2021
<i>L. steochas</i>	Médéa	Fleurs	14/03/2021
<i>T. numidicus</i>	Tizi –Ouzou	Feuilles	25/05/2019

### II.2. Appareillage et produits chimiques

Tous les appareils et les produits chimiques utilisés au cours de ce travail sont cités dans l'annexe I.

### II.3. Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation

Les HEs des différentes parties du végétal sont alors extraites par hydrodistillation à l'aide d'un appareil de Clevenger préconisé par la pharmacopée européenne (**Kedia et al., 2014**)

Le procédé consiste à immerger la matière végétale (200 g) dans un bain d'eau distillée selon la durée de distillation qui en fonction de la matière végétale.

Le mélange est porté à ébullition par un chauffe-ballon. Le réfrigérant sert à condenser la vapeur en distillat (hydrolat) et l'extraction débute lorsque les premières gouttes tombent dans le collecteur. Le distillat est séparé en deux phases : l'HE constitue la phase supérieure et l'eau la phase inférieure. L'HE se concentre alors dans la phase organique. La solution organique d'HE ainsi obtenue est séchée par du sulfate de sodium anhydre ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) puis récupérée, pesée et conservée dans des vials opaques colorés en brun, hermétiquement fermés et stockés dans un endroit frais ( $\sim 4\text{ }^\circ\text{C}$ ) pour éviter toute dégradation. Les différentes caractéristiques organoleptiques (aspect, couleur, odeur) des HEs ont été répertoriées.



**Figure 17:** Montage expérimentale de l'hydrodistillation des HEs.

#### II.4. Calcul du rendement d'extraction

Selon la norme **AFNOR (2000)**, le rendement en HE est défini comme étant le rapport entre la masse de l'HE obtenue après extraction et la masse de la matière végétale utilisée. Le rendement exprimé en pourcentage est calculé par la formule suivante (**Benabdelkader, 2012**):

$$\text{RHE (\%)} = [M/M_0] \times 100$$

Où : **RHE** : rendement de l'extraction d'HE ;  
**M** : masse de l'HE obtenue en gramme ;  
**M<sub>0</sub>** : masse de la matière végétale sèche utilisée en gramme.

## II.5. Détermination de la teneur en composés phénoliques totaux

Le dosage des polyphénols totaux a été effectué avec le réactif colorimétrique Folin-Ciocalteu selon la méthode citée par **Dewanto *et al.* (2002)**. 125 µl de chaque HE dissous dans 500 µl d'eau distillée et 125µl de réactif de Folin- Ciocalteu 10 fois dilué. Les solutions ont été mélangées et incubées pendant 3 minutes. Après l'incubation 1,25mL de la solution de carbonate de sodium Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (7%) a été ajoutée. Le mélange final a été secoué et puis incubé pendant 2 heures dans l'obscurité à température ambiante. L'absorbance de chaque mélange a été mesurée par un spectrophotomètre à 760 nm.

La concentration des polyphénols totaux a été calculée à partir de l'équation de régression de la gamme d'étalonnage, établie avec le standard étalon l'acide gallique (25-200 µg/ml) et exprimée en mg d'équivalents d'acide gallique par mg d'HE.

## II.6. Evaluation de l'activité antioxydante des huiles essentielles

### II.6.1. Evaluation de l'activité de piégeage du radical libre par la méthode de DPPH

Ce test vise à mesurer la capacité de l'huile à piéger le radical relativement stable, 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH<sup>•</sup>). Le piégeage de ce radical provoque un changement de couleur de la solution initiale du violet foncé au jaune suite à la réaction de sa réduction (diphényl-picrylhydrazine).

Le protocole suivi est celui décrit par **Dung *et al.* (2008)** et **Nikhat *et al.* (2009)**. Dans des tubes à essai secs, une quantité de 2,9 ml de chaque dilution d'HE (400 µg/ml ; 200 µg/ml ; 100 µg/ml ; 50 µg/ml ; 25 µg/ml ; 12,5 µg/ml) a été mélangée avec 100 µl de la solution méthanolique au DPPH<sup>°</sup> de 0,004% (p/v). Après agitation, les tubes sont placés à l'obscurité à température ambiante pendant 30 minutes. La lecture est effectuée par la mesure de l'absorbance à 517 nm.

Dans le contrôle négatif, les différentes dilutions d'HE ont été remplacées par 100µl de méthanol et dans le contrôle positif par des dilutions du Butyl-hydroxytoluène ((BHT) (400 µg/ml ; 200 µg/ml ; 100 µg/ml ; 50 µg/ml ; 25 µg/ml ; 12,5 µg/ml).

- **Expression des résultats**

Les résultats ont été exprimés en tant qu'activité anti-radicalaire où l'inhibition des radicaux libres (DPPH°) en pourcentages (I %) a été calculée par la formule suivante (**Prakash *et al.*, 2012**) :

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

Où: **A<sub>blanc</sub>**: absorbance de la réaction de contrôle contenant tous les réactifs sauf l'huile;  
**A<sub>échantillon</sub>**: absorption de l'échantillon contenant une dose d'HE testée.

D'après **Djenane *et al.* (2019)**, la valeur de la concentration inhibitrice IC<sub>50</sub> représente la dose de l'HE qui cause la neutralisation de 50% des radicaux de DPPH. L'IC<sub>50</sub>, utilisée comme une estimation de l'activité antioxydant, a été estimée par extrapolation en traçant la courbe des pourcentages d'inhibition (I%) en fonction des concentrations.

### **II.6.2. Evaluation de l'activité antioxydante par la méthode $\beta$ -carotène/acide linoléique**

C'est l'une des méthodes complémentaires utilisées pour le criblage de substances antioxydantes. Elle est basée sur le principe que l'acide gras insaturé, acide linoléique, s'oxyde spontanément avec les espèces réactives de l'oxygène "Reactive Oxygen Species" (ROS) présentes dans l'eau riche en oxygène. Alors, les produits de réaction déclenchent la transformation du  $\beta$ -carotène en sa forme incolore. Le degré de décoloration est mesuré par spectrophotométrie et utilisé comme une estimation de l'activité antioxydante (**Benabdelkader, 2012**). La méthode utilisée est celle décrite par Miraliakbari and Shahidi (2008). Une solution stock de mélange émulsion  $\beta$ -carotène/acide linoléique a été préparée comme suit : 0,5 mg de cristaux de  $\beta$ -carotène a été dissous dans 1 ml de chloroforme et 1 ml de cette solution a été transféré dans un ballon contenant 25  $\mu$ l d'acide linoléique et 200  $\mu$ l de Tween-40. Après l'élimination complète de chloroforme par évaporation, 100 ml d'eau distillée enrichie en oxygène a été ajoutée sous agitation vigoureuse. Des aliquotes de 2.5 ml de ce mélange ont été transférés dans une série de tubes à essai contenant 350  $\mu$ l d'HE diluée dans le DMSO. Après une agitation vigoureuse, les tubes ont été incubés à 50 °C pendant 2 h. Un tube témoin négatif a été construit en remplaçant l'HE par DMSO. L'absorbance a été finalement mesurée à 470 nm contre un blanc (émulsion sans  $\beta$ -carotène).

- **Expression des résultats**

Les activités antioxydantes (I %) ont été calculés en utilisant la formule suivante (**Shukla *et al.*, 2012**) :

$$I\% = (A_t/A_0) \times 100$$

Où :  $A_0$  : absorbance respective de l'échantillon et du contrôle à  $t = 0$  min ;

$A_t$  : absorbance respective de l'échantillon et du contrôle à  $t = 2$  h.

### II.6.3. Pouvoir réducteur (PR)

Le pouvoir réducteur a été déterminé selon la méthode d'Oyaizu (1986), elle est basée sur la réduction de l'ion ferrique ( $Fe^{3+}$ ) en ion ferreux ( $Fe^{2+}$ ). Cette réaction se manifeste par l'apparition d'une coloration verte dont l'intensité est proportionnelle au potentiel réducteur.

Les HEs diluées dans du méthanol (0,5ml) ont été mélangées avec 1,25ml de la solution tampon phosphate 0,2 M (pH 6,6) et 1,25ml de ferricyanure de potassium ( $(K_3Fe(CN)_6)$  à 1%). L'ensemble a été incubé à  $50^\circ C$  pendant 20 min. Ensuite, 1,25ml d'acide trichloroacétique (TCA) (10%) a été additionné au mélange, le tout centrifugé pendant 10 min à 3000 rpm. L'eau distillée (1,25ml) et le chlorure ferrique ( $FeCl_3$ ) (250  $\mu l$  à 0,1%) ont été ajoutés à 1,25 ml du surnageant. L'absorbance a été mesurée à 700 nm contre un blanc. L'acide ascorbique a été utilisé comme contrôle positif et dont l'absorbance a été mesurée dans les mêmes conditions que les échantillons.

***RESULTATS***  
***ET DISCUSSION***

### III.1. Rendements en huile essentielle

Les rendements d'extraction des échantillons étudiés sont calculés par rapport à la masse et sont rassemblés dans le **tableau IV**.

Les rendements obtenus pour les HEs de *C. cyminum* et *C. sativum* sont 1,72 % et 0,33 %, respectivement. Ces rendements sont comparables à ceux obtenus par d'autres auteurs. En effet, **Ramy et al. (2010)** ont indiqué que les rendements en HEs de *C. cyminum* et *C. sativum* étaient de l'ordre de 3,20 et 0,31%. Cependant, **Benrejdal et al. (2012)** et **Ravi et al. (2007)** ont indiqué des rendements de 2,25 et 0,82%, respectivement.

Les HEs de *L. nobilis* et *L. steochas* ont donné des rendements de l'ordre de 0,77 % et 1,37 %, respectivement. Le rendement de l'HE extraite à partir de *L. nobilis* est plus élevé que celui de laurier originaire d'El Kala (Algérie) : 0,6% et par contre est inférieure à ceux signalés par **Yilmaz et al. (2013)** et **Verdian-Rizi et Hadjiakhoondi (2008)** (2,5% et 1,1%, respectivement). Concernant le rendement de l'huile de *L. steochas*, **Benabdelkader et al. (2011)** ont trouvé que les rendements d'extractions en HE de onze populations algériennes sauvages de *L. steochas* ont présenté une variabilité remarquable de 0,34 % à 1,63 %.

Le rendement d'extraction de *T. numidicus* estimé à 0,66 % est plus faible que celui poussant dans la même région été qui a été évalué à 1,83% (**Adrar et al., 2015**) et *T. numidicus* cultivée dans la région du Maroc (1,3%) (**Dob et al., 2006**).

Ces différences de rendement en HE peuvent être expliquées par les divers paramètres appartenant à deux catégories. Ceux intrinsèques qui correspondent aux espèces, aux organes et à la maturité des plantes, ainsi qu'aux méthodes culturales, à la récolte, les interactions temporelles et environnementales (climat, sol, etc.) et, ceux extrinsèques comprenant l'extraction, le stockage et le conditionnement. Selon **Vekiari et al. (2002)**, la période de récolte, l'organe de la plante, la durée de séchage et la méthode d'extraction sont des facteurs parmi d'autres qui peuvent aussi avoir un impact direct sur les rendements en HE.

**Tableau IV:** Rendements d'extractions par hydro-distillation des HEs.

HE	Rendement (%)
<i>C. cyminum</i>	1,72 ± 0,30
<i>C. sativum</i>	0,33 ± 0,10
<i>L. nobilis</i>	0,77 ± 0,11
<i>L. steochas</i>	1,37 ± 0,35
<i>T. numidicus</i>	0,66 ± 0,14

### III.2. Caractéristiques organoleptiques des huiles essentielles extraites

Les HEs ont présenté un aspect liquide, limpide et couleur jaune pâle pour *C. sativum* et *C. cyminum*, jaune pour *T. numidicus*, tandis que l'HE de *L. nobilis* a présenté un aspect liquide, limpide et incolore. Les HEs de *C. sativum* et *C. cyminum* étaient caractérisées par une odeur épicée, caractéristique. Les HEs de *L. nobilis* et *L. steochas* ont montré une odeur aromatique typique. L'HE de *T. numidicus* a présenté une odeur typique très forte. Le **Tableau V** regroupe les différentes caractéristiques organoleptiques de toutes ces HEs.

**Tableau V:** Caractéristiques organoleptiques des HEs étudiées.

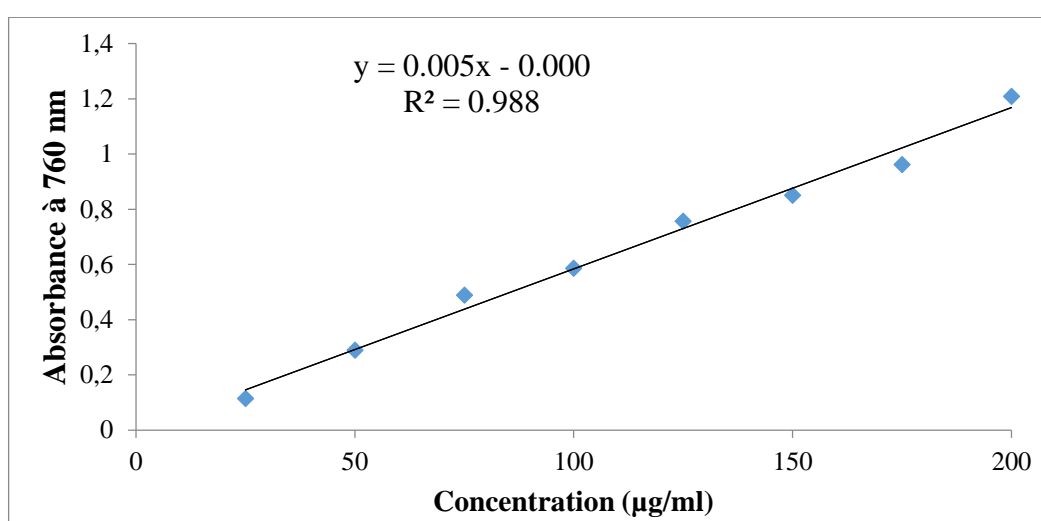
Nom de la plante	Aspect	Odeur	Couleur
<i>C. cyminum</i>	Liquide limpide	Épicée, caractéristique : anisée et amère	Jaune pâle
<i>C. sativum</i>	Liquide limpide	Épicée, caractéristique	Jaune pâle
<i>L. nobilis</i>	Liquide limpide	aromatique, agréable	Incolore
<i>L. steochas</i>	Liquide limpide	Caractéristique	Incolore
<i>T. numidicus</i>	Liquide Limpide	Chaude	Jaune

### III.3. Le contenu phénolique total

Les phénols sont capables de donner des atomes H de groupes phénol hydroxyle en réaction avec des radicaux peroxydes qui peuvent produire des radicaux phénoxydes stabilisés, terminant ainsi les réactions en chaîne de peroxydation des lipides. L'activité antioxydante des phénols dépend des effets électroniques et stériques du cycle, des substituants et de la

force des interactions de liaison hydrogène entre le phénol et le solvant (Lucarini *et al.*, 2002).

La teneur en phénols a été estimée par la méthode colorimétrique de Folin-Ciocalteu. C'est l'une des méthodes les plus anciennes conçue pour déterminer la teneur en phénols, des plantes médicinales et les nourritures. Les teneurs obtenues ont été exprimées en microgramme, équivalent acide gallique par milligramme de matière végétale sèche ( $\mu\text{g}$  GAE/mg), en utilisant l'équation de la régression linéaire de la courbe d'étalonnage tracée de l'acide gallique (Figure 18).



**Figure 18:** Courbe d'étalonnage de l'acide gallique (Chaque valeur représente la moyenne de trois essais  $\pm$  SD).

Pour les cinq HEs, nous avons remarqué une variabilité des teneurs en phénols totaux (Tableau VI). La teneur la plus élevée est constatée dans l'HE de *T. numidicus*, elle est de l'ordre de  $71,3 \mu\text{g}/\text{mg}$  et pour *C. cyminum.*, elle est de l'ordre de  $57,26 \mu\text{g}/\text{mg}$ , suivi par l'HE de *L. steochas* qui contient  $53,43 \mu\text{g}/\text{mg}$ . Les deux HEs de *L. nobilis* et de *C. sativum* ont présenté une teneur de  $21,45 \mu\text{g}/\text{mg}$  et  $13,33 \mu\text{g}/\text{mg}$ , respectivement.

Tableau VI: Résultats du contenu phénolique total.

HEs	contenu phénolique total ( $\mu\text{g} / \text{mg}$ )
<i>C. cuminum</i>	57,26 $\pm$ 0,41
<i>C. sativum</i>	13,33 $\pm$ 3,05
<i>L. nobilis</i>	21,45 $\pm$ 0,41
<i>L. steochas</i>	53,43 $\pm$ 1,72
<i>T. numidicus</i>	71,3 $\pm$ 2,10

**Mancini et al. (2015)**, ont trouvé que la teneur en phénols dans les HEs du genre *thymus* est entre 77,6-165,1 mg/g. Les résultats rapportés ici peuvent aider à faire lumière sur la chimiotaxonomie complexe du genre *thymus*. L'étude menée par **Rebey et al. (2012)** ; **Einafshar et al. (2012)**, a montré que la teneur en phénols de *C. cuminum* est de l'ordre 18.32 mg/g et 18,47 mg/g. **Mehrabania et al. (2017)**, ont révélé que l'HE de *L. steochas* a présenté une teneur en phénols de 2000 mg/l. **Yilmaz et al. (2013)**, ont rapporté que la teneur en phénols dans l'HE de *L. nobilis* est de 112,3  $\mu\text{g}/\text{mg}$ . **Prakash et al. (2012)**, ont constaté que la teneur en phénols de l'HE de *C. sativum* est 4,15  $\mu\text{g}/\text{mg}$ .

La détermination de la teneur en phénols totaux donne une idée du potentiel antioxydant des HEs, mais elle ne peut pas être utilisée pour prédire le comportement antioxydant. En effet, il s'agit d'une méthode générale qui ne donne pas d'information concernant la nature des molécules phénoliques qui se trouvent dans les HEs. Par conséquent, nous ne pourrions pas établir une relation entre la quantité des phénols et l'effet antioxydant (**Martha, 2008**).

#### III.4. Etude de l'activité antioxydante

Les consommateurs croient que les produits à base d'ingrédients naturels sont plus sûrs et plus sains et refusent donc d'utiliser des additifs synthétiques. Cette situation prouve l'intérêt de trouver de nouvelles substances naturelles utilisables comme ingrédients alimentaires. Sur la base de recherches approfondies, les antioxydants naturels (extraits de plantes) sont devenus un substitut aux antioxydants synthétiques utilisés dans les aliments (**Bouzouita et al., 2008** ; **Misharina et al., 2008** ; **Michel, 2011**).

Différentes HEs sont des sources potentielles de produits chimiques naturels responsables de l'activité antioxydante. Pour cette raison, certains auteurs ont mené des

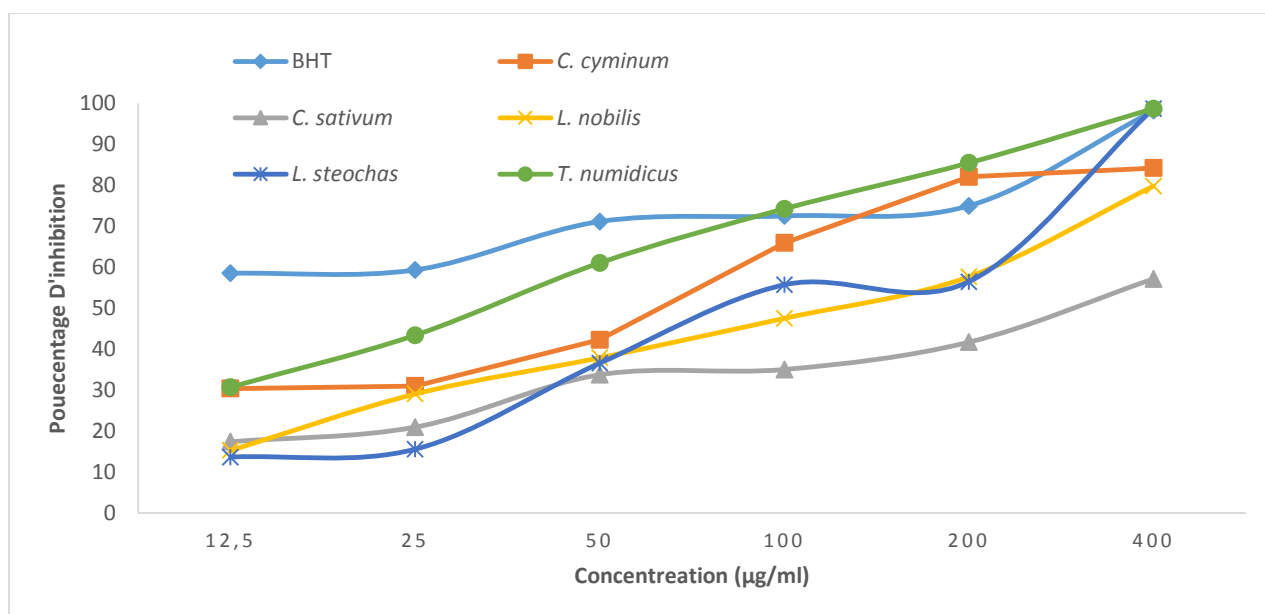
expériences pour tester l'activité antioxydante de ces différents HEs (**Bouzouita *et al.*, 2008**).

### III.4.1. Effet scavenger du radical DPPH

Le DPPH est un radical libre permettant de déterminer le potentiel de piégeage de nos HEs grâce à sa sensibilité à détecter les composants actifs à des basses concentrations (**Yi *et al.*, 2008**).

L'activité antioxydante est déterminée par la diminution de l'absorbance d'une solution alcoolique de DPPH à 517 nm qui est due à sa réduction à une forme non radicalaire DPPH-H, par les antioxydants (AH) donneurs d'hydrogènes présents dans l'extrait végétal ou par une autre espèce radicalaire (**Maisuthisakul *et al.*, 2007; Da Silva Pinto, 2008**).

Les **figures 19** rapportent les pourcentages d'inhibition obtenus en fonction des différentes concentrations utilisées en HE et en BHT. Elles montrent que les pourcentages d'inhibition sont importants à différentes concentrations ; ce qui reflète la présence des composés qui peuvent réduire le radical DPPH.



**Figure 19:** Activité antiradicalaire des HEs (Chaque valeur représente la moyenne de trois essais  $\pm$  SD).

L'activité antioxydante des HEs évaluée par le test DPPH est exprimée en  $IC_{50}$ . L' $IC_{50}$  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, plus cette

concentration est faible plus l'effet antioxydant est très élevé. Les IC<sub>50</sub> ont été déterminées à partir de l'équation qui détermine le pourcentage de réduction en fonction de la concentration de l'extrait en question (**Figure 19**). Les résultats de l'activité anti-radicalaire exprimée en IC<sub>50</sub> sont représentés dans le tableau VII

**Tableau VII:** Résultats du piégeage du radical libre DPPH, exprimés par la concentration efficace IC<sub>50</sub> en µg/ml.

HEs	IC <sub>50</sub> (µg/ml)
<i>C. cyminum</i>	79,16 ± 3,41
<i>C. sativum</i>	333,6 ± 6,74
<i>L. nobilis</i>	163,81 ± 4,68
<i>L. steochas</i>	91,08 ± 3,96
<i>T. numidicus</i>	32,7 ± 3,27
Standard : BHT	3,28 ± 0,32

À des fins comparatives un antioxydant standard est utilisé ; le BHT. Ce dernier a manifesté *in vitro* une capacité très puissante sur le radical libre DPPH, justifiée par la valeur IC<sub>50</sub> la plus basse obtenue expérimentalement par cette méthode (3,28 µg/ml). Ce standard demeure le piègeur le plus efficace, dirigé contre les radicaux libres dans les systèmes biologiques hydrosolubles (**Lee et al., 2007**).

En comparaison avec l'antioxydant standard, les HEs de *L. nobilis* et de *C. sativum* testés s'avèrent moins actives. Si, l'antioxydant standard est le plus puissant piègeur du radical libre DPPH, cela n'empêche pas que nos HEs sont très actives et sont aussi d'excellents piègeurs après le BHT vue les valeurs IC<sub>50</sub> très basses obtenues expérimentalement. Il s'agit dans l'ordre de l'HE de *T. numidicus* (32,7 µg/ml), *C. cyminum* (79,16 µg/ml), *L. steochas* (91,08 µg/ml), *L. nobilis* (163,81 µg/ml), et *C. sativum* (333,6 µg/ml).

Les résultats obtenus lors de la présente étude confirme l'existence d'une certaine corrélation entre la teneur en composés phénoliques et l'activité anti-radicalaire. Les mêmes résultats ont été mis en évidence dans un grand nombre des travaux similaires (**Dorman et al., 2004 ; Markis et al., 2007 ; Angelov et al., 2008 ; Bozan et al., 2008 ; Wang et al., 2008 ; Prakash et al., 2012**). Selon **Sreenivasulu et al. (2000)**, les composés phénoliques sont

connus pour leurs activités antioxydantes et participent ainsi à la défense contre les espèces réactives de l'oxygène (ROS).

Les différents travaux concernant l'évaluation de la capacité des HEs de *C. cuminum*, *C. sativum*, *L. nobilis*, *L. steochas*, et *T. numidicus* de piéger le radical DPPH• ont fourni des résultats différents qui varient d'un écotype à un autre. **Ramy et al. (2010)** ont observé que les HEs de *C. cuminum* et de *C. sativum* ont présenté une IC<sub>50</sub> de 72,3 et 74,05 µg/ml. L'étude de **Kedia et al. (2014)** a révélé que l'HE *C. cuminum* était capable de piéger le radical DPPH• avec une IC<sub>50</sub> de 0,092 µl/ml. **Boughendjioua (2017)** a rapporté que l'HE du laurier Algérien possède une activité de piégeage DPPH efficace de l'ordre de 94,93 mg/ml et selon **Yilmaz et al., (2013)**, l'HE de laurier turque a donné une IC<sub>50</sub> de 59,2 µg/ml. **Benabdelkader et al. (2011)** ont montré que l'HE de *L. steochas* exerce un effet antiradicalaire entre 5,10 mg/ml et 32,42 mg/ml. D'après **Djeddi et al. (2015)** et **Noual et Madi (2018)**, l'HE de *T. numidicus* a montré une IC<sub>50</sub> de 2260,54 mg/l et 0,5 mg/ml, respectivement. Concernant l'HE de *L. nobilis*, **Cherrat et al. (2014)** ont trouvé que l'HE du laurier marocain avait une activité de piégeage DPPH efficace et, à de faibles concentrations (1,25 µl/ml). **Snuossi et al. (2016)** ont indiqué que *L. nobilis* récolté en Tunisie a présenté une activité antioxydante efficace mais à une concentration plus élevée (135 µg/ml). **Boughendjioua (2017)** a rapporté que l'HE du laurier Algérien possède une activité de piégeage DPPH efficace de l'ordre de 94,93 mg/ml et selon **Yilmaz et al., (2013)**, l'HE de laurier turque a donné une IC<sub>50</sub> de 59,2 µg/ml.

Ces différences dans l'IC<sub>50</sub> peuvent être attribuées à la différence dans la concentration de DPPH• utilisée dans le test d'une part (**Sharma et Bhat, 2009**) et d'autre part à l'influence des autres facteurs qui peuvent affecter la composition chimique et par conséquent la capacité antioxydante des échantillons, comme la variété, les conditions de la croissance de la plante, les conditions du stockage des HEs et les méthodes d'extraction pratiquées (**Mastelic et al., 2008**).

Diverses études ont déterminé la capacité des extraits naturels à piéger les radicaux libres grâce à des expériences. Cette activité dépend de nombreux paramètres : la dose, la structure, les substituants et le degré de polymérisation de la molécule (**Uchida et al., 1987; Kitagawa et al., 1992**). Le DPPH est un radical libre stable, qui accepte des électrons ou des protons pour produire des molécules diamagnétiques stables. Il est largement utilisé pour dépister l'activité d'élimination des radicaux libres.

### III.4.2. Test du blanchissement du $\beta$ -carotène

En tant que test complémentaire, le test de blanchissement du  $\beta$ -carotène (également lié à l'inhibition de la peroxydation de l'acide linoléique) a été utilisé. Ce test démontre des caractéristiques antioxydantes des produits naturels différentes de celles mises en lumière par le test DPPH. Le pourcentage d'inhibition de la peroxydation lipidique sont regroupés dans le **tableau VIII**.

**Tableau VIII:** Le pourcentage d'inhibition de la peroxydation lipidique.

HE	$\beta$ -carotène/acide linoléique (%)
<i>C. cyminum</i>	54,08 $\pm$ 2,16
<i>C. sativum</i>	31,97 $\pm$ 2,12
<i>L. nobilis</i>	40,36 $\pm$ 5,35
<i>L. steochas</i>	26,05 $\pm$ 1,33
<i>T. numidicus</i>	71,40 $\pm$ 2,60
Standard: BHT	94,77 $\pm$ 1,61

À la lumière des tests DPPH, la méthode  $\beta$ -carotène/acide linoléique a donné de résultats différents. D'après les résultats, l'HE du *T. numidicus* a manifesté la plus forte aptitude à inhiber la formation des radicaux par l'acide linoléique avec un pourcentage d'inhibition égal à 71,40 %, suivie de l'HE du *C. cyminum* dont le taux est de 54,08 %. Les HEs de *L. nobilis*, *C. sativum*, et *L. steochas* ont manifesté une activité antioxydante modeste par rapport aux deux autres plantes testées avec un taux de et 40,36 %, 31,97 %, et 26,05%, respectivement. Toutes les HEs ont été, néanmoins, des inhibiteurs moins puissants de l'oxydation du système  $\beta$ -carotène/acide linoléique que la substance de référence, le BHT qui présentait une activité de 94,77%.

On peut donc résumer l'ordre décroissant des HEs testés en terme d'activité antioxydante relative comme suit : *T. numidicus* > *C. cyminum* > *L. nobilis* > *C. sativum* > *L. steochas*.

L'HE de *T. numidicus* et *C. cyminum* se sont avérées être inhibiteurs de l'oxydation de l'acide linoléique. L'étude de **Ferhat et al. (2014)** a démontré l'efficacité de *T. numidicus* à inhiber la dégradation du  $\beta$ -carotène dont la meilleure inhibition (82,64%) a été mesurée à 4 mg / mL et 75,9% à 2 mg / mL. **Gachkar et al. (2007)** ont observé que l'aptitude de *C. cyminum* à réduire l'oxydation de l'acide linoléique était meilleure que son potentiel

antiradicalaire. Une autre étude a prouvé que l'HE de *C. sativum* possède une faible capacité à inhiber l'oxydation de l'acide linoléique (**Prakash et al., 2012**). L'HE de *L. nobilis*, s'est avérée moins efficace dans le test de blanchissement du  $\beta$ -carotène. **Ozcan et al. (2005)** ont montré que l'HE de *L. nobilis* possède une forte activité antioxydante, nettement supérieure à notre HE. Selon les résultats, l'HE de *L. steochas* a aussi manifesté une faible aptitude à inhiber la formation des radicaux par l'acide linoléique. Les résultats des travaux réalisés sur *L. steochas* sont divergents, ceux de **Benabdelkader et al. (2011)** qui ont travaillé sur *L. steochas* de Bouira sont en accord avec les nôtres (26,71 %).

Le mécanisme de blanchiment du  $\beta$ -carotène est un phénomène médié par les radicaux libres. Le  $\beta$ -carotène changera rapidement de couleur en l'absence d'antioxydants, entraînant une diminution de l'absorbance de la solution d'essai avec le temps de réaction (**Khadri et al., 2008**) ; cela est dû à la production d'acide linoléique pendant l'incubation à 50 ° C d'hydrogène peroxyde (**Kubola et Siviamornpun, 2008**). Ils attaquent les liaisons insaturées du  $\beta$ -carotène, de sorte que la couleur caractéristique de ce dernier disparaît (**Khadri et al., 2008**).

Par conséquent, la présence d'antioxydants dans l'HE minimisera l'oxydation du  $\beta$ -carotène par le peroxyde d'hydrogène. **Deba et al. (2008)** ont proposé que les polyphénols extraits de plantes aient une activité antioxydante car ils ont la capacité de conférer des atomes d'hydrogène aux radicaux libres (hydroperoxydes du milieu réactionnel) produits par l'acide linoléique oxydé, par conséquent, empêchent ces radicaux libres d'attaquer le  $\beta$ -carotène. Dans le même contexte, **Mayachiew et Devahastin (2008)**, dans leur publication, attribuent la capacité antioxydante des phénols totaux à cette méthode et à leurs propriétés redox, y compris le piégeage des radicaux libres et l'inhibition de l'oxygène singulet et leur pouvoir de céder leurs atomes d'hydrogène. Dans cette méthode, nous avons remarqué encore une fois, que la *T. numidicus* a présenté l'activité la plus élevée ; ce qui indique que cette plante possède des composés phénoliques à activité antioxydante considérable comparée à celle de l'antioxydant de référence le BHT.

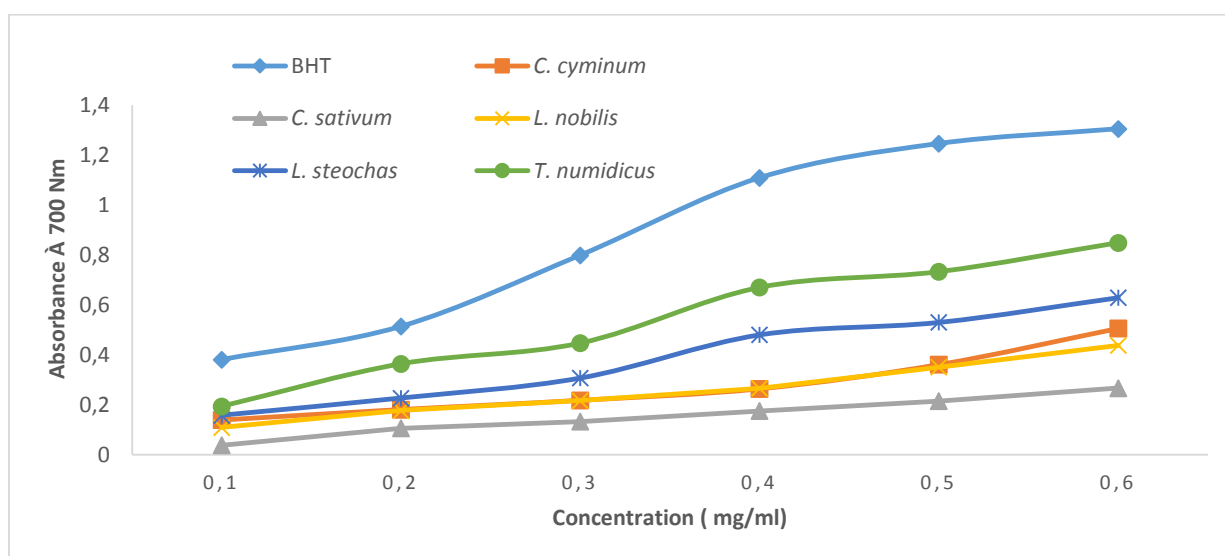
#### III.4.3. Test au FRAP

C'est une analyse de l'activité antioxydante qui est rapide, reproductible et facile à exécuter. Cette méthode est basée sur la capacité des polyphénols à réduire le fer ferrique  $Fe^{3+}$  en fer ferreux  $Fe^{2+}$ . La puissance de réduction est un des mécanismes antioxydants (**Karagozler et al., 2008**).

Dans ce travail, nous avons testé les différentes HEs pour les cinq plantes étudiées. Les résultats représentés dans les figures nous ont montré que la capacité de réduction est proportionnelle à l'augmentation de la concentration de nos échantillons. Les résultats de l'activité réductrice des HEs et de BHT sont représentés dans la **figure 20**.

Les absorbances du pouvoir réducteur des HEs des cinq plantes testées à savoir *C. cyminum*, *C. sativum*, *L. nobilis*, *L. steochas*, et *T. numidicus* se sont respectivement élevées à 0,506, 0,267, 0,435, 0,629 et 0,849 à la concentration 0,6 mg/ml respectivement (figure 20). Ainsi, on constate que l'HE de *T. numidicus* possède une activité réductrice supérieure aux HEs *C. cyminum*, *C. sativum*, *L. nobilis*, et *L. steochas*, néanmoins, faible par rapport au BHT qui s'est élevé à 1,305 à 0,4 mg/ml.

La réduction du fer est une analyse de l'activité antioxydante rapide, reproductible et facile à exécuter. Le pouvoir réducteur sert comme indicateur très significatif du potentiel antioxydant proposé pour tester l'activité antioxydante. La capacité réductrice d'un composé peut servir comme un indicateur significatif de son activité antioxydante potentielle (Yang *et al.*, 2008).



**Figure 20:** Pouvoir réducteur des HEs des plantes étudiées et du BHT. (Chaque valeur représente la moyenne de trois essais  $\pm$  SD).

***CONCLUSION***  
***ET***  
***PERSPECTIVES***

Le monde des végétaux est plein de ressources et de vertus d'où l'homme puise non seulement sa nourriture mais aussi des substances actives qui procurent souvent un bienfait à son organisme parfois affecté de maladie chronique.

Les plantes aromatiques médicinales traditionnellement utilisées par nos ancêtres pour l'aromatisation des HEs a été réalisée par hydrodistillation. Les rendements en HEs ont été calculés en fonction de la matière végétale sèche. Les valeurs obtenues représentent la moyenne des rendements d'extraction sur 3 extractions indépendantes. Les cinq plantes étudiées ont montré des rendements variables, allant de  $0,33 \pm 0,10$  % à  $1,72 \pm 0,30$  %

La teneur en phénols a été estimée par la méthode colorimétrique de Folin-Ciocalteu et l'évaluation de l'activité antioxydante *in vitro* a été réalisée en employant trois méthodes : test du piégeage du radical libre DPPH, test de blanchiment de  $\beta$ -carotène et la réduction du fer.

La teneur la plus élevée est constatée dans l'HE de *T. numidicus*, elle est de l'ordre de  $71,3 \mu\text{g}/\text{mg}$  et pour *C. cyminum*., elle est de l'ordre de  $57,26 \mu\text{g}/\text{mg}$ , suivi par l'HE de *L. steochas* qui contient  $53,43 \mu\text{g}/\text{mg}$ . Les deux HEs de *L. nobilis* et de *C. sativum* ont présenté une teneur de  $21,45 \mu\text{g}/\text{mg}$  et  $13,33 \mu\text{g}/\text{mg}$ , respectivement.

D'après les résultats obtenus du test de l'effet scavenger du radical DPPH, les HEs testées jouissent d'un potentiel antiradicalaire appréciable. Il s'agit dans l'ordre de l'HE de *T. numidicus* ( $32,7 \mu\text{g}/\text{ml}$ ), *C. cyminum* ( $79,16 \mu\text{g}/\text{ml}$ ), *L. steochas* ( $91,08 \mu\text{g}/\text{ml}$ ), *L. nobilis* ( $163,81 \mu\text{g}/\text{ml}$ ), et *C. sativum* ( $333,6 \mu\text{g}/\text{ml}$ ).

Le test de blanchiment de  $\beta$ -carotène a permis de mettre en évidence l'aptitude des HEs à inhiber la formation des radicaux libres par l'acide linoléique. L'HE du *T. numidicus* a manifesté la plus forte aptitude à inhiber la formation des radicaux par l'acide linoléique avec un pourcentage d'inhibition égal à 71,40 %, suivie de l'HE du *C. cyminum* dont le taux est de 54,08 %. Les HEs de *L. nobilis*, *C. sativum*, et *L. steochas* ont manifesté une activité antioxydante modeste par rapport aux deux autres plantes testées avec un taux de et 40,36 %, 31,97 %, et 26,05%, respectivement.

Le pouvoir réducteur des HEs a été évalué et les absorbances du pouvoir réducteur des HEs des cinq plantes testées à savoir *C. cyminum*, *C. sativum*, *L. nobilis*, *L. steochas*, et *T. numidicus* se sont respectivement élevées à 0,506, 0,267, 0,435, 0,629 et 0,849 à la concentration 0,6 mg/ml respectivement.

Malgré la complexité de l'application des HEs dans l'industrie alimentaire, il serait utile de cibler un des produits alimentaires pour lequel on utilise ces HEs comme alternative au conservateur synthétique déjà employé et voir son comportement sur plusieurs plans.

***REFERENCES*** |  
***BIBLIOGRAPHIQUES***

A

- A.F.N.O.R. (2000). Huiles essentielles, recueil de normes françaises. AFNOR, Paris, la défense, France, pp. 663.
- Aboudaou, M., Ferhat, M.A., Hazzit, M., Ariño, A. & Djenane, D. (2019). Solvent free-microwave green extraction of essential oil from orange peel (*Citrus sinensis* L.): Effects on shelf life of flavoured liquid whole eggs during storage under commercial retail conditions. *Journal of Food Measurement and Characterization* (Accepté pour publication).
- Abramson, C.I., Wanderley P.A., Wanderley M.J.A., Silva J.C.R. & Michaluk L.M. (2007). The Effect of essential oils of sweet fennel and pignut on mortality and learning in Africanized Honeybees (*Apis mellifera* L.) (Hymenoptera: Apidae). *Neotropical Entomology*. **36 (6)**, 828-835.
- Alais C., Linden G. & Miclo L. (2008). Biochimie alimentaire, DUNOD, 6<sup>ème</sup> édition, Paris. pp. 67-71.
- Anton R. & Lobstein A. (2005). Plantes aromatiques. Epices, aromates, condiments et huiles essentielles. Ed. *Tec. & Doc*, Paris, pp.522.
- Aprotosoia, A.C., Spac, A.D., Hancianu, M., Miron, A., Tanasescu, V.F., Dorneanu, V. & Stanescu U. (2010). The chemical profile of essential oils obtained from fennel fruits (*Foeniculum vulgare* Mill.). *Farmacia*. **58 (1)**, 46-54.
- Asfaw, N., Licence, P., Novitskii, A.A. & Poliakoff, M. (2005). Green chemistry in Ethiopia: the cleaner extraction of essential oils from *Artemisia afra*: a comparison of clean technology with conventional methodology. *Green Chemistry*. **7**, 352-356.

B

- Barla, A., Topcu, G., Oksuz, S., Tumen, G. & Kingston, D.G.I. (2007). Identification of cytotoxic sesquiterpenes from *Laurus nobilis* L. *Food Chemistry*. **104**, 1478-1484.
- Barry N, (2001). Art d'extraire les huiles essentielles. De parfum à faire soi même, pp. 125-128. *In* Belaagoune S. & Himed L. (2007). Etude de l'activité antioxydant d'une huile essentielle de *Schinus molle*. *Mémoire d'Ingénieur*, Université Constantine. pp.57
- Beirão, A.R.B. & Bernardo-Gil M.G., 2006. Antioxidants from *Lavandula luisieri*. 2<sup>nd</sup> *Mercosur Congress on Chemical Engineering*, Portugal, pp. 8.
- Belyagoubi, L. (2006). Effet de quelques essences végétales sur la croissance des moisissures de détérioration des céréales. *Mémoire de magister*, Université Abou Bekr Belkaid, pp. 110.
- Benabdelkader. (2012). Biodiversité, Bioactivité et Biosynthèse des Composés Terpéniques Volatils des Lavandes Aillées, *Lavandula stoechas* Sensu Latto, un complexe d'espèces méditerranéennes d'intérêt pharmacologique. Thèse de Doctorat, pp 23- 90.

- Benini C. (2007). Contribution à l'étude de la diversification de la production d'huiles essentielles aux Comores. *Mémoire d'ingénieur*, Université Gembloux, pp. 109.
- Benrejda A., Dridi F. & Nabiev M. (2012). Extraction and analysis of essential oil of Cumin. *Asian Journal of Chemistry*, **24(5)**, 1949-1951.
- Benzeggouta, N. (2005). Etude de l'activité antibactérienne des huiles infusées de quatre plantes médicinales connues comme aliments. *Mémoire de magister*, Université de Constantine, pp. 110.
- Berka-Zougali, B., Ferhat, M.-A., Hassani, A., Chemat, F., & Allaf, K. S. (2012). Comparative Study of Essential Oils Extracted from Algerian *Myrtus communis* L. Leaves Using Microwaves and Hydrodistillation. *International Journal of Molecular Sciences*, **13(4)**, 4673-4695.
- Besombes, C. (2008). Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydrothermomécanique d'herbes aromatiques. Applications généralisées. *Thèse de doctorat*. Université de La Rochelle, pp 289.
- Bhat, S., Kaushal, P., Kaur, M. & Sharma, H.K. (2014). Coriander (*Coriandrum sativum* L.): Processing, nutritional and functional aspects. *African Journal of Plant Science*. **8(1)**, 25-33.
- Boughendjioua, H. (2017). Effective antifungal and antioxidant properties of essential oil extracted from the leaves of *Laurus nobilis* L. wild-growing in Algeria. *International Journal of Bioscience*. **11(4)**, 164-172.
- Bouhdid, S., Idaomar M., Zhiri A., Baudoux D., Shali N. S. & Abrini J. (2006). *Thymus* essential oils: chemical composition and *in vitro* antioxidant and antibacterial activities. *International congress of biochemistry*. 324-328.
- Boukroufa, M., Boutekedjiret, C., Petigny, L., Rakotomanomana, N. & Chemat, F. (2015). *Ultras Sonochem*. **24**, 72-79.
- Bouzouita, N., Nafti, A., Chaabouni, M.M., Lognay, G.C., Marlier, M. Zghoulli, S. & Thonart, P. (2001). Chemical composition of *Laurus nobilis* oil from Tunisia. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*. **13**, 116-117.
- Bozin, B., Mimica-Dukic, N., Samojlik, I., Goran, A. & Igetic, R. (2008). Phenolics as antioxidants in garlic (*Allium sativum* L., Alliaceae). *Food Chemistry*, **111**, 925-929.
- Bremness, L. (2002). Plantes aromatiques et médicinales. Bordas edition, Paris, France, pp. 303.
- Bruneton J. (1993). Pharmacognosie. Phytochimie, plantes médicinales. *Tec. & Doc.* Lavoisier, 2<sup>ème</sup> édition, Paris, pp. 915.
- Burt, S. (2004). Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods—a review. *International Journal of Food Microbiology*. **94(3)**, 223-253.

## C

- Caldefie-Chezet, F., Guerry M., Chalcat, J.C., Fusillier C., Vasson, M.P. & Guilloteffet, J. (2003). Anti-inflammatoire et bactéricide de l'huile essentielle de *Melaleuca alternifolia* sur les polynucléaires neutrophiles humains : étude *in vitro*. *Bulletin de la Société de Pharmacie de Bordeaux*. **142**, 113-142.
- Chahardehi, A.M., Ibrahim, D., & Sulaiman, S.F. (2010). Antioxidant, antimicrobial activity and toxicity test of pileamicrophylla. *International Journal of Microbiology*, Article ID 826830, **6**.
- Chairgulprasert, V., Prasertsongskun, S., Junpra-ob, S. & Sangjun, M. (2008). Chemical constituents of the essential oil, antioxidant and antibacterial activities from *Elettariopsis curtisii* Baker. *Songklanakarin Journal of Science and Technology*. **30 (5)**, 591-596.
- Chemat, F., Abert-Vian, M. & Fernandez, X. (2013). Microwave-assisted extraction of essential oils and aromas. In: Chemat, F. Microwave-assisted extraction for bioactive compound: Theory and practice. Springer, New York, USA, pp. 5366.
- Cherrat, L., Espina, L., Garcia-Gonzalo, D., Bakkali, M., Pagan, R. & Laglaoui, A. (2014). Chemical composition and antioxidant properties of *Laurus nobilis* L. and *Myrtus communis* L. essential oils from Morocco and evaluation of their antimicrobial activity acting alone or in combined processes for food preservation. *Journal of Science and Food Agriculture*. **94**, 1197-1204.
- Chowdhury, J.U., Mobarok, H., Bhuiyan, N.I. & Nandi N.C. (2009). Constituents of essential oils from leaves and seeds of *Foeniculum vulgare* Mill. Cultivated in bangladesh. *Bangladesh Journal of Botany*. **38(2)**, 181-183.
- Chu C.J & Kemper K.J. (2001). Lavender (*Lavandula* spp.). Longwood Herbal Task Force. Boston, pp. 32.
- Chua, M.T., Tung, Y.T. & Chang S.T. (2008). Antioxidant activities of ethanolic extracts from the twigs of *Cinnamomum osmophloeum*. *Bioresource Technology*. **99**,1918-1925.

## D

- Deba, F., Xuan, T., Yasuda, M. & Tawata, S. (2008). Chemical composition and antioxidant, antibacterial and antifungal activities of the essential oils from *Bidens pilosa* Linn. var. *Radiata*. *Food Control*. **19**, 346-352.
- Degryse, A.C., Ianis, D. & Voinier, M.A. (2008). Risques et bénéfices possibles des huiles essentielles. Atelier santé et environnement-IGS-EHESP, pp. 2-3.
- Demir, V., Guhan T., Yagcioglu, A.K. & Degirmencioglu, A. (2004). Mathematical modeling and the determination of some quality paramaters of air-dried bay leaves. *Biosystems Engineering*. **88 (3)**, 325-335.

- Desmares C., Laurent A. & Delerme C. (2008). Recommandations relatives aux critères de qualité des huiles essentielles. *AFSSAPS*. Anatole, France, pp.18.
- Dewanto V., Wu X., Adom K.K., Liu R.H. (2002). Thermal processing enhances the nutritional value of tomatoes by increasing total antioxidant activity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **50**, 3010-3014.
- Djenane, D., Gómez, D., Yangüela, J., Roncalés, P. & Ariño, A. (2019). Olive leaves extract from Algerian oleaster (*Olea europaea* var. *sylvestris*) on microbiological safety and shelf-life stability of raw *Halal* minced beef during display. *Foods*. **8(1)**, 10; <https://doi.org/10.3390/foods8010010>.
- Dob, T., Dahmane, D., Benabdalkader, T.C. (2006). Studies on the essential oils and antimicrobial activity of *Thymus algeriensis* Boiss. et Reut. *International Journal Aromatherapy*. **16(2)**, 95–100.
- Dongmo, P.M.J., Tchoumboungang F., Ndongson B., Agwanande W., Sandjon B., Zollo P.H.A. & Menut C. (2010). Chemical characterization, antiradical, antioxidant and anti-inflammatory potential of the essential oils of *Canarium schweinfurthii* and *Aucoumea klaineana* (Burseraceae) growing in Cameroon. *American Journal of Agricultural and Biological Sciences*. **1 (4)**, 606-611.
- Dorman, H.J.D. & Deans, S.G. (2000). Antimicrobial agents from plants: Antibacterial activity of plant volatile oils. *Journal of Applied Microbiology*. **88**, 308-316.
- Dramane, S., Witabouna, K.M. & Kagoyire, K. (2010). Evaluation des activités antimicrobiennes et anti-radicaux libres de quelques taxons bioactifs de Côte D'ivoire. *European Journal of Scientific Research*. **40 (2)**, 307-317.
- Eşiyok, D., Otles, S. & Akçiçek, E. (2004). Herbs as a food source in Turkey. *Asian Pacific journal of cancer prevention*, **5(3)**, 334-9.

**E**

- Einafshar S., Poorazrang H., Farhoosh R. et Seiedi S.M. (2012). Antioxidant activity of the essential oil and methanolic extract of cumin seed (*Cuminum cyminum*). *European Journal of Lipid Science and Technology*. *European Journal of Lipid Science Technology*, **114**, 168-174.
- Emamghoreishi, M., Khasaki, M. & Aazam, M.F. (2005). *Coriandrum sativum*: Evaluation of its anxiolytic effect in the elevated plus-maze. *Journal of Ethnopharmacology*. **96**, 365-370.

**F**

Şahin, F., Güllüce, M., D, Daferera, A., Sökmen, M., Sökmen, M., Polissiou, G., Agar. & özer H. (2004). Biological activities of the essential oils and methanol extract of *Origanum vulgare* ssp. *vulgare* in the Eastern Anatolia region of Turkey. *Food Control*, **15**, 549-557.

Faria T.D.J., Ferreira R.S., Yassumoto L., De Souza J.R.P., Ishikawa N.K. & Barbosa A.D.M. (2006). Antifungal activity of essential oil isolated from *Ocimum gratissimum* L. (eugenol chemotype) against phytopathogenic fungi. *Brazilian Archives of Biology and Technology*. **49** (6), 867-871.

Fernandez, X., Chemat, F. & Do, T.K.T. (2013). Essential oils: Virtues and applications. Vuibert, Paris. forty-five commonly used essential oils and their potential active components. *Journal of Food and Drug Analysis*. **18** (1), 24-33.

### G

Gachkar, L., Yadegari D., Rezaei, M.B., Taghizadeh, M., Astaneh, S.A. & Rasooli I. (2007). Chemical and biological characteristics of *Cuminum cyminum* and *Rosmarinus officinalis* essential oils. *Food Chemistry*. **102**, 898-904.

Gachkar, L., Yadegari, D., Rezaei, M.B., Taghizadeh, M., Astaneh, S.A. & Rasooli, I. (2007). Chemical and biological characteristics of *Cuminum cyminum* and *Rosmarinus officinalis* essential oils. *Food Chemistry*. **102**, 898-904.

Giray ES, Kirici S, Kaya DA, et al. (2008) Comparing the effect of sub-critical water extraction with conventional extraction methods on the chemical composition of *Lavandula stoechas*. *Talanta* 74:930–5.

Gören, A.C., Topçu, G., Bilsela, G., Bilsela M., Aydoğmus, Z. & Pezzuto. J.M.Z. (2002). *Naturforsch.* **57**, 797-800.

Goupy, P., Dufour, C., Loonis, M. & Dangles, O. (2003). Quantitative kinetic analysis of hydrogen transfer reactions from dietary polyphenols to the DPPH radical. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*. **51**, 615-622.

### H

Haddouchi, F., Lazouni, H.A., Meziane, A. & Benmansour, A. (2009). Etude physicochimique et microbiologique de l'huile essentielle de *Thymus fontanesii* Boiss & Reut. *African Science*. **05** (2), 246 - 259.

Hassanpouraghdam & Mohammad Pessaraki. Communications in Soil Science and Plant Analysis <https://doi.org/10.1080/00103624.2017.1406105>

Hemwimon, S., Pavasant, P. & Shotiprux, A. (2007). Microwave-assisted extraction of antioxidative anthraquinones from roots of *Morinda citrifolia*. *Separation and Purification Technology*. **54**, 44-50.

Hettiarachichi, D.S. (2008). Volatile oil content determination in the Australian sandalwood industry: Towards a standardised method. *Sandalwood Research Newsletter*. **23**,1-4.

Ho, C.L., Wang E.I.C. & Su Y.C. (2009). Essential oil compositions and bioactivities of the various parts of *Cinnamomum camphora* Sieb. var. *linaloolifera* Fujuta. *林業研究季刊*. **31** (2), 77-96.

Hossain, M.A., Ismail, Z., Rahman, A. & Kang, S.C. (2008). Chemical composition and antifungal properties of the essential oils and crude extracts of *Orthosiphon stamineus* Benth. *Industrial Crops And Products*. **2** (7), 328–334.

Hubert, J. (2006). Caractérisation biochimique et propriétés biologiques des micronutriments du germe de soja – Etude des voies de sa valorisation en nutrition et santé humaines. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, pp. 64.

### I

Isman, M.B. & Machial, C.M. (2006). Pesticides based on plant essential oils : From traditional practice to commercialization. *Advances in Phytomedicine*. **3**, 29-44.

### J

Jeantet R., Croguennec T., Schuck P. & Brule G. (2006). Science des aliments, stabilisation biologique et physico-chimique, volume 1. Ed. *Tec. & Doc.*, Lavoisier, pp. 95–151.

### K

Kedia, A., J.H.A, D.K. & Dubey, N.K. (2015). Plant essential oils as natural fungicides against stored product fungi. In *The Battle Against Microbial Pathogens: Basic Science, Technological Advances and Educational Programs* (Méndez-Vilas A., Ed.). © FORMATEX, pp. 214.

Kedia, A., Prakash, B., Mishra, P.K. & Dubey, N.K. (2014). Antifungal and antiaflatoxic properties of *Cuminum cyminum* (L.) seed essential oil and its efficacy as a preservative in stored commodities. *International Journal of Food Microbiology*. **1**(7), 168-169.

Khadri, A., Serrlheiro, M.L.M., Nogueira, J.M.F., Neffati, M., Suiti, S., Araujo, M.E.M. Antioxidant and antiacetylcholinesterase activities of essential oil from *Cymbopogon schoenanthus* L. Spreng. Determination of chemical composition by GC-mass spectrometry and <sup>13</sup>C-NMR. *Food Chemistry*. **109**, 630-637.

King, J.W. (2004). Critical fluid technology for the processing of lipid-related natural products. *Comptes Rendus Chimie*. **7**, 647-659.

Kitagawa, S., Fujisawa, H. & Sakurai, H. (1992). Scavenging effect of dihydric and polyhydric phenols on superoxide anion radicals, studied by electron spin resonance spectrometry. *Chemical and Pharmaceutical Bulletin*. **40**(2), 304-307.

Kubola, J. & Siriamornpun, S. (2008) Phenolic contents and antioxidant activities of bitter gourd (*Momordica charantia* L.) leaf stem and fruit fraction extracts *in vitro*. *Food Chemistry*. **110**, 881-890.

Kulevanova S. & Panovska T.K. (2001). Antioxidant activity of essential oils of different wild *Thymus* . Species. *Bulletin of the Chemists and Technologists of Macedonia*. **20 (1)**, 61-66.

Kumar, A., Shukla, R., Singh, P. & Dubey, N.K. (2010). Chemical composition, antifungal and antiaflatoxic activities of *Ocimum sanctum* L. essential oil and its safety assessment as plant based antimicrobial. *Food and Chemical Toxicology*. **48**, 539-543.

### L

Lahlou, M. (2004). Methods to study phytochemistry and bioactivity of essential oils. *Phytotherapy Research*. **18**, 435-448.

Lee, S. H., Chang, K. S., Su, M. S., Huang, Y. S. & Jang, H. D. (2007). Effects of some Chinese medicinal plant extracts on five different fungi. *Food Control*. **18**, 1547-1554.

Li, Y., Fabiano-Tixier, A.S. & Chemat, F. (2014). Essential oils as agents in green chemistry. Springer Cham Heidelberg, New York, Dordrecht, London, pp.78.

Lucarini M., Mugnaini V. et Pedulli G. F. (2002). “Bond Dissociation Enthalpies of Polyphenols: The importance of cooperative effects.” *Journal of Organic Chemistry*, **67 (3)**, 928-31.

Lucchesi, M. E. (2005). Extraction sans solvant assistée par micro-ondes conception et application à l'extraction des huiles essentielles. Thèse de doctorat, Université de La Réunion, pp 72.

Lucchesi, M.E. (2005). Extraction sans solvant assistée par micro-ondes conception et application à l'extraction des huiles essentielles. Université de la réunion. Thèse de Doctorat. MULTON, J.L., Lavoisier pub. New-York, Paris, pp. 366.

### M

Maisuthisakul, P., Suttajit, M. & Pongsawatmanit, R. (2007). Assessment of phenolic content and free radical scavenging capacity of some Thai indigenous plants. *Food Chemistry*. **100**,1409-1418.

Maisuthisakul, P., Suttajit, M. & Pongsawatmnit, R. (2007). Assessment of phenolic content and free radicalscavenging capacity of some Thai indigenous plants, *Food Chemistry*. **100**, 1409- 1418.

Mancini E., Senatore F., Monte D. D., De Martino L., Grulova D., Scognamiglio M., Snoussi M. et De Feo V. (2015). Studies on chemical composition, antimicrobial and antioxidant activities of five *Thymus vulgaris* L. essential oils. (2015). *Molecules*. **20(7)**, 12016-12028.

- Martha E.G. P. (2008). Caractérisation de composés phénoliques des extraits de ramilles du bouleau jaune: étude de leur capacité antioxydante. Diplôme de maître en sciences du bois. Département des sciences du bois et du forêt. Thèse de doctorat.
- Marzoukia, H., Elaissib, A., Khaldic, A., Bouzidd, S., Falconerie, D., Marongiu, B., Pirasa, A. & Porcedda, S. (2009). Seasonal and geographical variation of *Laurus nobilis* L. essential oil from Tunisia. *The Open Natural Products Journal*. **2**, 86-91.
- Mason, T., Chemat, F. & Vinatoru, M. (2011). The extraction of natural products using ultrasound and microwaves. *Current Organic Chemistry*. **15**, 237-247
- Mastelic, J., Jerkovic, I., Blazevic, I., Poljak-Blazi, M., Borovic, S., Bace, I.I., Smreckiv., Žarkovic, Z., Brcic-Kostic, K., Vikić-Topic, D. & Muller, N. (2008). Comparative study on the antioxidant and biological activities of carvacrol, thymol, and eugenol derivatives. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. **56(11)**, 3989-96.
- Mayachiew, P. & Devahastin, S. (2008). Antimicrobial and antioxidant activities of Indian gooseberry and galangal extracts. **41**, 1153-1159.
- Michel T. (2011). Nouvelles méthodologies d'extraction, de fractionnement et d'identification : Application aux molécules bioactives de l'argousier (*Hippophaë rhamnoides*). Thèse de doctorat, Université d'Orléans, France, pp.181-182.
- Mildner-Szkudlarz, S., Zawirska-Wojtasiak, R., Obuchowski, W. & Gośliński, M. (2009). Evaluation of antioxidant activity of green tea extract and its effect on the biscuits lipid fraction oxidative stability. *Journal of Food Science*. **74**, 362-370.
- Miraliakbari, H. & Shahidi, F. (2008). Antioxidant activity of minor components of tree nut oils. *Food Chemistry*. **111(2)**, 421-427.
- Mohamed, N.A.B. (2005). Study on important parameters affecting the Hydro-distillation for ginger oil production. *Master Thesis*, University Teknologi Malaysia, pp 172.
- Mohammadpour, H., Moghimipour, E., Rasooli, I., Fakoor, M.H., Astaneh, S.A., Moosaie, S.S. & Jalili, Z. (2012). Chemical composition and antifungal activity of *Cuminum cyminum* L. essential oil from Alborz mountain against *Aspergillus* species. Jundishapur. *Journal Natural Pharmaceutical Products*. **7 (2)**, 50-55.
- Mohammed, Z. (2006). Etude du pouvoir antimicrobien et antioxydant des huiles essentielles et des flavonoïdes de quelques plantes de la région de Tlemcen. Thèse magistère, Université Abou Bakr Belkaïd, Tlemcen, pp. 155.
- Mohammed, Z. (2013). Etude Phytochimique et Activités Biologiques de quelques Plantes médicinales de la Région Nord et Sud Ouest de l'Algérie. Thèse de doctorat, Université Abou Bakr Belkaïd, Tlemcen, pp. 45 -48.

Moll, M. (1998). Additifs alimentaires et auxiliaires technologique. Ed. DUNOD, Paris, pp. 89-99.

Molyneux, P. (2004). Use of DPPH to estimate antioxidant activity. *Songklanakarin Journal of Science and Technology*. **26** (2), 212.

N

Nadeem, M., Anjum, F.M., Khan, M.I., Tehseen, S., El-Ghorab, A. & Sultan, J.I. (2013). Nutritional and medicinal aspects of coriander (*Coriandrum sativum* L.). A review. *British Food Journal*. **115**(5), 743-755.

Naveen, S., Siddalinga, S.M. & Khanum, F. (2011). Antioxidant potential of some common plant sources. *International Journal of Pharmaceutical Research and Development*. **3** (1), 154-174.

Neffati, M., Sriti, J., Hamdaoui, G., Kchouk, M.E. & Marzouk, B. (2011). Salinity impact on fruit yield, essential oil composition and antioxidant activities of *Coriandrum sativum* fruit extracts. *Food Chemistry*. **124**, 221-225.

Nessrien, M.N.Y. & Mohamed, A.T. (2007). Antioxidant and antimicrobial effects of marjoram and thyme in coated refrigerated semi fried mullet fish fillets. *World J. Dairy & Food Science*. **2** (1), 01-09.

Nikhat, F., Satynarayana, D. & Subhramanyam, E.V.S. (2009). Isolation, characterization and screening of antioxidant activity of the roots of *Syzygium cumini* (L) Skeel. *Asian Journal of Research in Chemistry*. **2**(2), 218-221.

O

Odeh, I., Abu-Lafi, S., Dewik, H., Al-Najjar, I., Imam, A., Dembitsky, V. M. & Hanuš, L. O. (2007). A variety of volatile compounds as markers in Palestinian honey from *Thymus capitatus*, *Thymelaea hirsuta*, and *Tolpis virgata*. *Food Chemistry*. **101**, 1410-1414.

Olivero-Verbel, J., González-Cervera, T., Güette-Fernandez, J., Jaramillo-Colorado, B. & Stashenko, E. (2010). Chemical composition and antioxidant activity of essential oils isolated from Colombian plants. *Brazilian Journal of Pharmacognosy*. **20**(4), 568-574.

Ouchikh, O., Chahed, T., Ksouri, R., Taarit, M.B., Faleh, H. & Abdelly, C. (2011). The effects of extraction method on the measured tocopherol level and antioxidant activity of *L. nobilis* vegetative organs. *Journal of Food Composition and Analysis*. **24**, 103-110.

Ownagh A., Hasani A., Mardani K. and Ebrahimzadeh S. (2010). Antifungal effects of thyme, agastache and satreja essential oils on *Aspergillus fumigatus*, *Aspergillus flavus* and *Fusarium solani*. *Veterinary Research Forum*. **2**, 99-105.

Oyaizu, M. (1986). Studies on products of browning reactions: antioxidative activities of products of browning reaction prepared from glucosamine. *Japanese Journal of Nutrition*. **44**, 307-315.

Ozcan, M. & Chalchat, J. (2005). Effect of different locations on the chemical composition of essential oils of laurel (*Laurus nobilis* L.) leaves growing wild in Turkey. *Journal of Medicinal Food*. **8**, 408-411.

### P

Pamphile, M., Randrianasolonjanahary, H. & Razafindrajaona, J.M. (2009). Etude des substances Actives de *Cinnamosma fragrans*. *Actes du symposium biomad*. Université de mahajang, pp.22.

Pariente, L. (2001). Dictionnaire des sciences pharmaceutiques et biologiques. 2<sup>ème</sup> édition, académie nationale de pharmacie, Paris, pp.1643.

Pibiri, M.C. (2006). Assainissement de l'air et des systèmes de ventilation au moyen d'huiles essentielles. *Thèse de doctorat*, Ecole polytechnique fédérale de Lausanne, pp. 28-52.

Pinto, E., Pina-Vaz, C., Salgueiro, L., Gonçalves, M.J., Costa-de-Oliveira, S., Cavaleiro, C., Palmeira, A., Rodrigues, A. & Martinez-de-Oliveira, J. (2006). Antifungal activity of the essential oil of *Thymus pulegioides* on *Candida*, *Aspergillus* and dermatophyte species. *Journal of Medical Microbiology*. **55**, 1367–1373.

Portes, E. (2008). Synthèse et Etudes de étrahydrocurcuminoïdes : Propriétés photochimiques et antioxydantes, applications à la préservation de matériaux d'origine naturelle. Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, pp 244.

Porto, C., Decorti, D. & Kikic, I. (2009). Flavour compounds of *Lavandula angustifolia* L. to use in food manufacturing: Comparison of three different extraction methods. *Food Chemistry*. **112**, 1072-1078.

Prakash B., Singh P., Kedia A., Dubey N.K. (2012). Assessment of some essential oils as food preservatives based on antifungal, antiaflatoxin, antioxidant activities and *in vivo* efficacy in food system. *Food Research International*, **49**, 201-208.

Prashar, A., Locke, I.C. & Evans, C.S. (2004). Cytotoxicity of lavender oil and its major components to human skin cells. *Cell Proliferation*. **37**, 221-229.

### Q

Quezel, P. & Santa, S. (1963). Nouvelle flore d'Algérie et des régions désertiques méridionales (Vol II). Centre National de la Recherche Scientifique, Paris, pp.11701.

### R

- Ramy M., Romeilah A. Sayed Fayed I., Ghada et Mahmoud. (2010). Chemical compositions, antiviral and antioxidant activities of seven essential oils. *Journal of Applied Science Research*, **6** (1), 50-62.
- Rashid, A., Qureshi, M.Z., Raza S.A., William, J. & Arshad, M. (2010). Quantitative determination of antioxidant potential of *Artemisia persica*. *Analele Universităţii din Bucureşti – Chimie (serie nouă)*. **19** (1), 23-30.
- Rasooli, I. & Abyaneh, M.R. (2004). Inhibitory effect of Thyme oils on growth and aflatoxin production by *Aspergillus parasiticus*. *Food Control*. **15**, 479-483.
- Ravi R., Prakash M. et Bhat K.K. (2007). Aroma characterization of coriander (*Coriandrum sativum* L.) oil samples. *European Food Research and Technology*, **225**, 367-374.
- Raza, S. A., Rehman, A., Adnan, A. & Qureshi, F. (2009). Comparison of antioxidant activity of essential oil of *Centella asiatica* and Butylated hydroxyanisole in sunflower oil at ambient conditions. *Biharean Biologist*. **3** (1), 71-75.
- Rebey, I. B., Jabri-Karoui, I., Hamrouni-Sellami, I., Bourgou, S., Limam, F. & Marzouk, B. (2012). Effect of drought on the biochemical composition and antioxidant activities of cumin (*Cuminum cyminum* L.) seeds. *Industrial Crops Products*, **36**, 238-45.
- Roche, M., Dufour C., Mora, N. & Dangles O. (2005). Antioxidant activity of olive phenols: mechanistic investigation and characterization of oxidation products by mass spectrometry. *Organic Biomolecular Chemistry*. **3**, 423-430.
- Rolland, Y. (2004). Actualités des lipides en cosmétique : Antioxydants naturels végétaux. *OCL*. **11** (6), 419-424.

## S

- Saidj, F. (2006). Extraction de l'huile essentielle de thym : *Thymus numidicus kabylica*. Thèse de magistère, Université M'Hamed Bougara-Boumerdes, pp. 40-68.
- Sani M.P., 2006. Les polyphénols en agro-alimentaire. Paris : Lavoisier. pp. 347-289.
- Schlesier, K., Harwat M., B. & Bitsch R. A. (2002). Assessment of antioxidant activity by using different *in vitro* methods. *Free Radical Research*. **36**, 177-187.
- Sharma, O.P & Bhat, K.T. (2009). DPPH antioxidant assay revisited. *Food Chemistry*. **113**, 1202-1205.
- Shukla, R., Singh, P., Prakash, B. & Dubey, N.K. (2012). Antifungal, aflatoxin inhibition and antioxidant activity of *Callistemon lanceolatus* (Sm.) Sweet essential oil and its major component 1,8-cineole against fungal isolates from chickpea seeds. *Food Control*. **25**, 27-33.
- Silano, V. & Delbò, M. (2008). Assessment report on *Foeniculum vulgare* Miller. *EMEA*, European Medicines Agency, London, pp. 23.

- Silou, T. (2003). Variations individuelle et saisonnière de la teneur et de la composition des huiles essentielles d'*E. citriodora* acclimaté à Pointe-Noire (Congo-Brazzaville). Université Marien Ngouabi, pp. 1-6.
- Silou, T., Malanda, M. & Loubaki, L. (2004). Optimisation de l'extraction de l'huile essentielle de *Cymbopogon citratus* grâce à un plan factoriel complet. *Journal of Food Engineering*. **65**, 219-223.
- Simionatto, E., Bonani, V.F.L., Morel, A.F., Poppi, N.R., Jú nior, J.L.R., Stuker, C.Z., Peruzzo G.M., Peres M.T. & Hess, S.C. (2007). Chemical composition and evaluation of antibacterial and antioxidant activities of the essential oil of *Croton urucurana* Baillon (Euphorbiaceae) Stem Bark. *Journal of the Brazilian Chemical Society*. **18 (5)**, 879-885.
- Snuossi, M., Trabelsi, N., Ben Taleb, S., Dehmeni, A., Flamini, G. & De Feo, V. (2016). *Laurus nobilis*, *Zingiber officinale* and *Anethum graveolens* essential oils: Composition, antioxidant and antibacterial activities against bacteria isolated from fish and shellfish. *Molecules*. **21**, 1414.
- Sreelatha, S., Padma, P.P. & Umadevi, M. (2009). Protective effects of *Coriandrum sativum* extracts on carbon tetrachloride-induced hepatotoxicity in rats. *Food and Chemical Toxicology*. **47**, 702-708.
- Sreenivasulu, N., Grimm, B., Wobus, U. & Weschke, W. (2000). Differential response of antioxidant compounds to salinity stress in salt-tolerant and salt-sensitive seedlings of foxtail millet (*Setaria italica*). *Plant Physiology*. **109**, 435-442.
- Stefanini M.B., Ming L.C., Marques M.O.M., Meireles M.A.A., Moura L.S. and Marchese, J. A., 2006a. Seed productivity, yield and composition of the essential oil of fennel *Foeniculum vulgare* var. *dulcis* in the season of the year. *Rev. Bras. Pl. Med., Botucatu*, Vol.8, pp.86-90.

### T

- Tabti, L., El Amine Dib, M., Gaouar, N., Samira, B. & Tabti, B. (2014). Antioxidant and antifungal activity of extracts of the aerial parts of *Thymus capitatus* (L.) Hoffmanns against four phytopathogenic fungi of *Citrus sinensis*. *Jundishapur Journal Natatural Pharmaceutical Products*. **9(1)**, 49-54.
- Taoudiat, A., Djenane, D., Ferhat, Z., Spigno, G. (2018). The effect of *Laurus nobilis* L. essential oil and different packaging systems on the photo-oxidative stability of Chemlal extra-virgin olive oil. *Journal of Food Science and Technology*. **55(10)**, 4212-4222.
- Traoré, M. C. (2006). Étude de la phytochimie et des activités biologiques de quelques plantes utilisées dans le traitement traditionnel de la dysménorrhée au Mali. Thèse de doctorat, Université de Bamako, Mali, pp. 175.

Turner, C. (2006). Modern extraction techniques. Food and agricultural samples. *ACS Symposium Series* 926. Edition, American Chemical Society, Washington, DC, pp.189.

U

Uchida, S., Edamatsu, R., Hiramatsu, M., Mori, A., Nonaka, G., Nishioka, I., Niwa, M. & Ozaki, M. (1987). Condensed tannins scavenge active oxygen free radicals. *Journal of Research in Medical Sciences*. **15**, 831-832.

V

Vekiari S. A., Protopapadakis E. F. et al. (2002). Composition and seasonal variation of the essential oil from leaves and peel of a lemon variety. *Journal of agricultural and food chemistry*, **5(1)**, 147-153.

Verdian-rizi M. et Hadjiakhoondi A. (2008). Essential oil composition of *Laurus nobilis* L. of different growth stages growing in Iran. *Verlag der Zeitschriftfür Naturforschung, Tübingen*, 785-788.

Vican, P. (2001). Encyclopédie des plantes médicinales. Larousse. Paris, France, pp. 355.

W

Wang, H.F., Yih, K.H. & Huang, K.F. (2010). Comparative study of the antioxidant activity of forty-five commonly used essential oils and their potential active components. *Journal of Food and Drug Analysis*. **18 (1)**, 24-33.

Wang, S.Y, Chen, C.T, Sciarappa, W., Wang, C.Y., Camp, M.J. (2008). Fruit quality, antioxidant capacity and flavonoid content of organically and conventionally grown blueberries. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. **56**, 5788-5794.

Wangcharoen, W. & Morasuk, W. (2007). Antioxidant capacity and phenolic content of holy *Songklanakar*in *Journal of Science and Technology*.**29 (5)**,1407-1415.

Y

Yang, J., Guo, J. & Yuan, J. (2008). *In vitro* antioxidant properties of rutin, *LWT*. **41**, 1060-1066.

Yassa, N., Masoomi, F., Rohani Rankouhi, S.E. & Hadjiakhoondi, A. (2009). Chemical composition and antioxidant activity of the extract and essential oil of *Rosa damascene* from Iran, population of Guilan. *DARU*.**17(3)**, 175-181.

Yilmaz E.S., Timur M. et Aslim B. (2013). Antimicrobial, antioxidant activity of the essential oil of bay laurel from hatay, Turkey. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, **16 (1)**, 108-116.

Z

Zoubiri, S. & Baaliouamer, A. (2010). Essential oil composition of *Coriandrum sativum* seed cultivated in Algeria as food grains protectant. *Food Chemistry*. **122**,

# *ANNEXES* |

## Annexe I

Appareillage	Verreries	Produits chimiques
<ul style="list-style-type: none"> <li>-Appareil de Clevenger.</li> <li>-Chauffe-ballon.</li> <li>-Balance de précision.</li> <li>- Spectrophotomètre.</li> <li>- Portoirs.</li> <li>-Pipettes.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Vials opaques</li> <li>- Tubes à essai.</li> <li>-Ballon.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Eau distillée.</li> <li>-Sulfate de sodium anhydre (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) (Sigma-Aldrich, France).</li> <li>- Folin (Sigma-Aldrich, France).</li> <li>- Carbonate de sodium (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) (Sigma-Aldrich, France).</li> <li>-Acide gallique (Sigma-Aldrich, France).</li> <li>- 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH) (Sigma-Aldrich, France).</li> <li>- Méthanol (Sigma-Aldrich, Allemagne).</li> <li>- Butyl-hydroxytoluène ((BHT) (Sigma-Aldrich, France).</li> <li>- <math>\beta</math>-carotène (Sigma-Aldrich, Allemagne).</li> <li>- Acide linoléique (Sigma-Aldrich, Allemagne).</li> <li>- Diméthyl sulfoxyde (DMSO) (Sigma-Aldrich, Allemagne).</li> <li>- Tween-40 (Sigma-Aldrich, France).</li> <li>- Chloroforme (Sigma-Aldrich, France).</li> <li>- Ferricyanure de potassium ((K<sub>3</sub>Fe (CN)<sub>6</sub>) (Sigma-Aldrich, Allemagne).</li> <li>- Acide trichloroacétique (TCA) (Sigma-Aldrich, Allemagne).</li> <li>- Chlorure ferrique (FeCl<sub>3</sub>) (Sigma-Aldrich, Allemagne).</li> </ul>