

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

المدرسة الوطنية العليا للفلاحة – الحراش الجزائر

Ecole Nationale Supérieure Agronomique - El Harrach –Alger

Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Agronomie

Département : Technologie Alimentaire

Spécialité : Elaboration et qualité des aliments, Nutrition humaine

THEME

Etude de la composition chimique et des activités antioxydante et antimicrobienne des extraits de *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters et de *Thymus algeriensis* Boiss et Reut

Présenté par :

soutenu le : 18/09/2016

M^{lle} DEBBAH Sara

M^{lle} MESSAILI Nour El Houda

Jury :

Président : M. BENCHABANE O.

Maître de conférences A (ENSA)

Promoteur: M. HAZZIT M.

Professeur (ENSA)

Examinatrices : M^{me} FERHAT Z.

Professeur (ENSA)

M^{me} DOUAR-LATRECHE S.

Maître assistante B (ESSAIA EL-Harrach)

Promotion : 2011/2016

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Sommaire

Introduction générale..... 1

Partie 1 : Partie bibliographique

Chapitre I : Généralités sur les huiles essentielles 3

I.1. Historique 3

I.2. Définition 3

I.3. Répartition 4

I.4. Propriétés physiques 4

I.5. Composition chimique 5

I.6. Les méthodes d'analyse des huiles essentielles 7

I.7. Techniques d'extraction des huiles essentielles 10

I.8.1. Méthodes traditionnelles d'extraction des huiles essentielles 10

I.8.2. Méthodes innovantes d'extraction des huiles essentielles 12

I.9. Toxicité des huiles essentielles 13

I.10. Conservation des huiles essentielles 13

I.11. Facteurs influençant la qualité des huiles essentielles 14

I.12. Domaine d'utilisation des huiles essentielles 14

Chapitre II : Les composés phénoliques 16

II.1. Généralités 16

II.2. Classification 16

II.2.1. Phénols simples et les acides phénoliques 17

II.2.2. Flavonoïdes 18

II.2.3. Tanins 20

II.2.4. Les stilbènes 21

II.2.5. Les lignanes 21

II.3. Propriétés biologiques des polyphénols 22

II.4. Utilisation des polyphénols 22

II.5.Toxicité des produits phénoliques	23
Chapitre III : Activités biologiques des huiles essentielles.....	24
III.1. Activité antioxydante.....	24
III. 1.1. Introduction.....	24
III.1.2. L'oxydation.....	25
III.1.3. Mécanisme d'oxydation.....	25
III.1.4. Radicaux libres.....	27
III.1.4.1. Définition	27
III.1.4.2. Origines des radicaux libres	27
III.1.4.3. Natures des radicaux libres	28
III.1.5. Les antioxydants	29
III.1.5.1. Définition	29
III.1.5.2. Mécanisme d'action	29
III.1.5.3. Utilisation des antioxydants	29
III.1.5.4.Classification des antioxydants	30
III.1.6. Les principales techniques de détermination de l'activité antioxydante des huiles essentielles	32
III.1.6.1. Piégeage du radical 2,2-diphényl-1picrylhydrazyl (DPPH).....	33
III.1.6.2. Test de réduction du radical-cation ABTS ⁺ •	33
III.1.6.3. Le pouvoir réducteur des composés phénoliques (le test FRAP).....	34
III.2.Activité antimicrobienne	34
III.2.2. Activité antibactérienne.....	35
III.2.2.1. Bactéricidie et bactériostase	35
III.2.2.2. Mode d'action des huiles essentielles	35
III.2.2.3. Méthodes de détermination de l'activité antimicrobienne	36
III.2.2.4. Facteurs affectant l'activité antimicrobienne	40
III.3. Activité antifongique	41
III.4.Activité antivirale	42
Chapitre IV. Monographie des espèces.....	43
IV.1. <i>Tetraclinis articulata</i> (Vahl) Mast.	43
IV.1.1. Caractères botaniques	43

IV.1.2. Systématique du <i>Tetraclinis articulata</i>	44
IV.1.3. Aire de répartition de <i>Tetraclinis articulata</i>	45
IV.1.4. Utilisation de <i>Tetraclinis articulata</i>	45
IV.2. <i>Origanum floribundum</i>	46
IV.2.1. Caractères botaniques	46
IV.2.2. Systématique de l'origan	46
IV.2.3. Répartition géographique.....	46
IV.2.4. Principales utilisations de l'origan.....	47
IV.3. <i>Thymus algeriensis</i>	47
IV.3.1. Description morphologique	47
IV.3.2. Classification taxonomique	48
IV.III.3. Répartition géographique.....	48
IV.3.4. Principales utilisations du thym.....	49

Partie 2: Partie expérimentale

Chapitre I : Matériels et méthodes	50
I.1. Matériels	50
I.1.1. Matériel végétal	50
I.1.2. Matériel microbiologique :	51
I.2. Méthodes	52
I.2.1. Extraction des huiles essentielles	52
I.2.1.1. Extraction par hydrodistillation	52
I.2.1.2. Extraction par solvant	54
I.2.2. Analyse des huiles essentielles	57
I.2.2.1. Analyse semi-quantitative des huiles essentielles par CPG	57
I.2.2.2. Analyse qualitative des huiles essentielles par CPG/SM	58
I.2.3. Enrichissement de l'huile essentielle de <i>Tetraclinis articulata</i> (Vahl) Masters.....	59
I.2.4. Dosage quantitatif des composées phénoliques.....	59
I.2.4.1. Détermination de la teneur en composés phénoliques totaux (CPT).....	59
I.2.4.2. Dosage des Flavonoïdes	60
I.2.5. Evaluation de l'activité antioxydante des huiles essentielles et des extraits	61
I.2.5.1. Mesure du pouvoir de piégeage du radical DPPH•	61
I.2.5.2. Méthode du radical stable ABTS ^{•+} (acide 2,2'azinobis-(3-ethylbenzothiazoline - 6- sulfonique)).....	63

I.2.5.3. Mesure du pouvoir réducteur.....	64
I.2.6. Evaluation de l'activité antimicrobienne.....	65
I.2.6.1. Etude qualitative de l'activité antimicrobiennes.....	66
I.2.7. Analyse statistique.....	67
chapitre II: Résultats et discussion	68
II.1.Détermination des Rendements des extractions.....	68
II.1.1.Rendement en huile essentielle et en extrait de <i>Tetraclinis articulata</i> (Vahl) Master	68
II.1.2. Rendement en huile essentielle et en extrait de <i>Thymus algeriensis</i>	70
II.2 Caractéristiques des huiles essentielles étudiées	71
II.2.1. Caractéristiques organoleptiques des huiles essentielles	71
II.2.2.Analyse qualitative et semi-quantitative des huiles essentielles par CPG et CG/SM.	71
A. <i>Tetraclinis articulata</i> (Vahl) Masters	72
B. <i>Thymus algeriensis</i>	75
C. <i>Origanum floribundum</i>	79
II.3.Quantification des composés phénoliques.....	82
II.3.1.Teneur en polyphénols totaux et flavonoïdes des extraits de <i>Tetraclinis articulata</i> (Vahl) Masters	82
II.3.2. Teneur en polyphénols totaux et flavonoïdes de l'extrait de <i>Thymus algeriensis</i> Boiss. et Reut.....	84
II.4.Evaluation de l'activité antioxydante	85
II.4.1. Evaluation de l'activité du piégeage du radical DPPH.....	85
II.4.1.1. Activité de piégeage du radical DPPH par l'huile essentielle et les extraits non volatils du <i>Tetraclinis articulata</i>	86
II.4.1.2. Activité de piégeage du radical DPPH par l'huile essentielle et l'extrait du <i>Thymus algeriensis</i>	91
II.4.2. Evaluation de l'activité de piégeage du radical ABTS	93
II.4.2.1 : Activité de piégeage du radical ABTS par l'huile essentielle et l'extrait non volatil de <i>Tetraclinis articulata</i>	93
II.4.2.2 : Activité de piégeage du radical ABTS par l'huile essentielle et l'extrait non volatil de <i>Thymus algeriensis</i>	97
II.4.3. Pouvoir réducteur des HE et extraits testées.....	99
II.4.3.1. Pouvoir réducteur des HE et extraits de <i>T. articulata</i>	99
II.4.3.2. Pouvoir réducteur des HE et extraits de <i>Thymus algeriensis</i>	103
II.5. Evaluation de l'activité antimicrobienne.....	104
II.5.1. Activité antimicrobienne des huiles essentielles et des extraits de <i>T. articulata</i>	105

II.5.2. Activité antimicrobienne des huiles essentielles et extraits de <i>Thymus algeriensis</i>	113
II.6. Analyse statistique.....	116
Conclusion	118
Références bibliographiques	
Annexes	

Résumé

La présente étude s'inscrit dans le cadre de la contribution à la valorisation de deux plantes médicinales (*Tetraclinis articulata* et *Thymus algeriensis*) par l'étude de leurs activités biologiques à savoir : l'activité antioxydante et l'activité antimicrobienne. Deux types d'extractions ont été effectués, l'une par hydrodistillation pour extraire les huiles essentielles et l'autre par solvant pour l'extraction des composés phénoliques.

L'analyse de ces huiles essentielles a été faite par CPG et CG-SM, elle a permis d'identifier 54 composés pour l'HE de thuya de Berberie. La famille des monoterpènes est la plus importante (90,7%), dont les composants majoritaires sont l' α -Pinene (66,1%), le Limonene (15,3%) et le β -Myrcene (4,5%), 82 composés pour l'HE du thym avec le carvacrol(63,4%) et le p-cymene (18,7%) comme composés majoritaires.

L'enrichissement de l'huile essentielle de thuya par le thymol a été fait dans le cadre de l'amélioration de son activité antioxydante, évaluée par trois méthodes de références DPPH, ABTS et le pouvoir réducteur, et son activité antimicrobienne évaluée par l'aromatogramme. Les résultats ont montré une amélioration de l'activité biologique de l'HE enrichie, l'HE et l'extrait du thym ont montré une très bonne activité biologique.

Mots clés : *Tetraclinis articulata*, *Thymus algeriensis*, huile essentielle, extrait phénolique, CPG, CG-SM, thymol, DPPH, ABTS, pouvoir réducteur, aromatoigramme.

Abstract

This study falls within the context of the contribution to the valorization of two medicinal plants (*Tetraclinis articulata* and *Thymus algeriensis*) by the study of their biological activities namely: the antioxydant activity and the antimicrobial activity. Two types of extractions were performed, one by steam distillation to extract the essential oils and the other by solvent for the extraction of phenolic compounds.

These essential oils was analyzed by CPG and CG-SM, it made it possible to identify 54 compounds for the HE of thuja of Berberie. The family of the monoterpenes is the most important (90.7%), the major compounds are l' α -Pinene (66.1%), Limonene (15.3%) and le β -Myrcene (4.5%), 82 compounds for the HE of thyme with the carvacrol (63.4%) and p- cymene (18.7%) as majority compounds.

The enrichment of the essential oil of the thuja by thymol was made within the context of the improvement of its antioxydant activity, evaluated by three methods DDPH, ABTS and the reducing power, and its antimicrobial activity evaluated by the aromatoigramme. The results showed an improvement of the biological activity of the enriched essential oil, the HE and the extract of thyme showed a very good biological activity.

Keywords: *Tetraclinis articulata*, *Thymus algeriensis*, essential oil, phenolic extract, CPG, CG-SM, thymol, DPPH, ABTS, reducing power, aromatoigramme.

ملخص

تدرج هذه الدراسة في إطار المساهمة في تثمين نبتتين طبيبتين (*Tetraclinis articulata* و *Thymus algeriensis*) من خلال دراسة الأنشطة البيولوجية وهي : النشاط المضاد للاكسدة, و النشاط المضاد للميكروبات. تم تنفيذ نوعين من الاستخراج، واحدة عن طريق التقطير البخار لاستخراج الزيوت العطرية و المذيبات الأخرى لاستخراج المركبات الفينولية.

تحليل الزيوت الأساسية تم بواسطة CPG و CG-SM وقد حدد ذلك 54 عنصرا في الزيت العطري من الأرز البربري. عائلة أحادي التربين هي الأكثر أهمية(90.7%)، حيث أن المكونات الرئيسية هي الالفا بينين (66.1%) ، و الليمونين (15.3%) و β - ميرسين (4.5%)، 82 عنصرا في الزيت العطري للزعر، حيث أن الكرفكروول (63.4%) و ف - سيمين (18.7%) هي المركبات الرئيسية.

إضافة الثيمول يهدف لتحسين النشاط المضاد للاكسدة الذي تم فحصه بثلاثة طرق مرجعية DPPH, ABTS و تقليل الطاقة. و النشاط المضاد للميكروبات عن طريق aromatoigramme. أظهرت النتائج تحسنا في النشاط البيولوجي للزيت الاساسي+ الثيمول ، الزيت الاساسي و مستخلص الزعر اظهرا نشاطا بيولوجيا هاما.

الكلمات المفتاحية

Tetraclinis articulata, *Thymus algeriensis*, الزيوت العطرية, المستخلصات الفينولية, CPG, CG-SM, الثيمول, DPPH, ABTS, تقليل الطاقة, aromatoigramme.