

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 للعلوم الفلاحية – 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 : Nutrition Humaine

THEME

Extrait volatil et non volatil de la partie aérienne de *Ridolfia segetum* (L.) Moris : composition chimique, activité biologique et étude de l'influence de la supplémentation de l'huile essentielle par du carvacrol sur l'activité antioxydante.

Présenté par :

M^{lle} OUATAH Sara

Soutenu le : 03-07-2016

M^{me} ZIANE Manel

Membres de jury :

Présidente : M^{me} FERHAT Z.

Professeur (ENSA-EL HARRACH).

Promoteur : M. BENCHABANE O.

Maitre de conférences A (ENSA- EL HARRACH).

Examineur : M. HAZZIT M.

Maitre de conférences A (ENSA- EL HARRACH).

Examineur : M. BENCHABANE A.

Professeur (ENSA-EL HARRACH).

Promotion : 2011-2016

Sommaire :

Introduction générale :	1
Partie I : Etude bibliographique	
Chapitre 1 : les huiles essentielles	3
1. Introduction :	3
2. Historique :	3
3. Définition :	4
4. Répartition :	4
5. Localisation :	5
6. Procédés d'extraction :	5
6.1. L'hydrodistillation :	5
6.2. Entrainement à la vapeur d'eau (vapo-hydrodistillation) :	5
6.3. Expression à froid :	6
6.4. Extraction à l'eau surchauffée :	6
6.5. Hydrodistillation assisté par microondes sous vide :	6
6.6. Extraction par le co2 à l'état supercritique :	6
6.7. Extraction par solvant :	6
6.7.1. Extraction par solvant volatils :	7
6.7.2. Extraction par solvant fixe (par matière grasse) :	7
6.7.2.1. L'enfleurage :	7
6.7.2.2. La macération :	7
7. Méthodes d'analyse chimique des huiles essentielles :	7
7.1. Chromatographie en phase gazeuse	7
7.2. Spectrométrie de masse :	8
7.3. Chromatographie en phase gaz couplée à la spectrométrie de masse (CG-MS) :	9
8. La composition chimique des HE :	9
8.1. Les terpènes :	9
8.1.1. Les monoterpènes :	9
8.1.2. Les sesquiterpènes :	10
8.2. Les composés aromatiques :	10
8.3. Composés d'origines diverses :	10
9. Propriétés générales des huiles essentielles :	11

9.1. Propriétés physiques :	11
9.2. Propriétés chimiques :	11
10. La conservation :	11
11. Toxicité des huiles essentielles :	11
12. Domaines d'utilisation des huiles essentielles :	12
13. Précautions :	13
Chapitre 2 : Les composés phénoliques	15
1. Généralité :	15
2. Structure et classification des composés phénoliques :	15
2.1. Les phénols simples :	16
2.2. Les acides phénoliques :	16
2.3. Les flavonoïdes :	17
2.4. Stilbènes :	18
2.5. Tanins :	19
2.6. Lignines et Subérines :	20
3. Propriétés biologiques des polyphénols :	20
3.1. Propriétés antioxydantes :	20
3.2. Propriétés antibactériennes et antifongiques :	20
4. Le rôle des polyphénols :	21
Chapitre 3: l'oxydation et les antioxydants	23
1. Introduction :	23
2. Définition de l'oxydation :	23
3. Substrats et Mécanismes d'oxydation :	24
3.1. L'oxydation des lipides :	24
3.2. L'oxydation des protéines :	25
3.3. L'oxydation des acides nucléiques :	25
4. Le stress oxydatif :	26
4.1. Définition :	26
4.2. Les conséquences du stress oxydant :	26
5. Les antioxydants:	26
5.1. Définition:	26
5.2. Mécanismes d'action des antioxydants :	27
5.3. Classification :	27

5.4.	Mesure de l'activité antioxydante.....	30
5.4.1.	DPPH : le pouvoir de piégeage des radicaux libres :	30
5.4.2.	Le pouvoir réducteur :	30
5.4.3.	L'indice de peroxyde (IP) :	30
5.4.4.	Le Rancimat :	31
5.4.5.	Le test ORAC :	31
Chapitre 4 :	Activité antimicrobienne	32
1.	Introduction :	32
2.	Principaux agents antimicrobiens :	32
2.1.	Agents physiques :	32
2.2.	Agents chimiques :	33
2.3.	Agent biologique :	34
2.4.	Agents chimio thérapeutiques :	35
3.	Mode d'action antimicrobien :	35
3.1.	Des huiles essentielles :	35
3.2.	Des polyphénols :	36
3.3.	Des antibiotiques :	36
4.	Méthodes d'étude de l'activité antimicrobienne des huiles essentielles :	36
4.1.	Méthode en micro-atmosphère :	36
4.2.	Méthode des puits :	37
4.3.	Méthode des disques :	37
5.	Grandeurs de mesures :	38
Chapitre 5 :	Monographie des espèces végétales	39
A.	Monographie de <i>Ridolfia segetum</i> (Apiacées)	39
1.	La famille botanique des Apiacées :	39
2.	L'espèce <i>Ridolfia segetum</i> (L.) Moris:	39
2.1.	Systematique :	39
2.2.	Description de la plante :	40
2.3.	Appellation :	40
3.	Répartition géographique de la plante :	40
4.	Utilisation :	41
B.	Monographie de <i>Thymus palleescens</i> de Noé (Lamiacées)	42
1.	La famille botanique des Lamiacées :	42

2.	Description morphologique de genre de <i>Thymus</i> :	42
3.	L'espèce <i>Thymus palleescens</i> de Noé :	42
3.1.	Systématique:	43
3.2.	Description de la plante :	43
4.	Répartition géographique :	44
5.	Utilisation :	44

Partie II :Etude expérimentale

Chapitre1	Matériels et méthodes	45
A.	<i>Matériels</i> :	45
1.	Matériel végétal :	45
2.	Matériel microbiologique :	46
B.	<i>Méthodes</i> :	47
1.	Extraction de l'huile essentielle :	47
2.	Les Propriétés organoleptiques de l'HE de <i>R.segetum</i> :	49
3.	Analyse qualitative et quantitative des huiles essentielles :	49
3.1.	Analyse quantitative par CPG :	49
3.2.	Analyse qualitative des huiles essentielles par CG/SM :	50
4.	Préparation de l'extrait éthanolique de <i>Ridolfia segetum</i> :	51
5.	Dosage des phénols totaux et des flavonoïdes de l'extrait obtenu :	52
5.1.	Dosage des phénols totaux :	52
5.2.	Dosage des flavonoïdes :	53
6.	Evaluation de l'activité antioxydante des huiles essentielles et de l'extrait obtenu :	54
6.1.	Mesure du pouvoir de piégeage du radical DPPH :	55
6.2.	Mesure du pouvoir de piégeage du radical ABTS* ⁺ :	56
6.3.	Mesure du pouvoir réducteur:	57
7.	Evaluation de l'activité antimicrobienne de l'H.E. de <i>R.segetum</i> et de son extrait:	57
8.	Analyse statistique :	60
Chapitre 2	Résultats et discussions	61
1.	Le rendement d'extraction de l'huile essentielle :	61
2.	Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle :	62
3.	Composition chimique de l'huile essentielle :	62
3.1.	Analyse qualitative et quantitative des huiles essentielles :	62
4.	Le rendement en extrait éthanolique :	73

4.1.	Teneur en phénols totaux et en flavonoïdes dans l'extrait éthanolique :.....	73
5.	Evaluation de l'activité antioxydante des huiles essentielles et de l'extrait :.....	75
5.1.	Activité de piégeage du radical DPPH :.....	76
5.1.1.	Cas des huiles essentielles :.....	76
5.1.2.	Cas de l'extrait éthanolique de <i>Ridolfia segetum</i> :.....	79
5.2.	Activité de piégeage du radical ABTS :.....	82
5.2.1.	Cas des huiles essentielles :.....	82
5.2.2.	Cas d'extrait éthanolique de <i>Ridolfia segetum</i> :.....	84
5.3.	Mesure du pouvoir réducteur :.....	87
5.3.1.	Cas des huiles essentielles :.....	87
5.3.2.	Cas d'extrait éthanolique de <i>Ridolfia segetum</i> :.....	89
6.	Evaluation de l'activité antimicrobienne de l'H.E. de l'aneth des moissons et de son extrait :.....	91
6.1.	Etude qualitative de l'activité antimicrobienne :.....	91
6.1.1.	Cas de l'huile essentielle:.....	91
6.1.2.	Cas d'extrait :.....	94
Conclusion :		108

Annexes :

1.	Analyse statistique :.....	98
1.1.	Analyse statistique de l'activité antioxydante :.....	98
1.1.1.	Cas des huiles essentielles :.....	98
1.1.2.	Cas de l'extrait éthanolique de <i>Ridolfia segetum</i> :.....	103
1.2.	Analyse statistique de l'activité antimicrobienne :.....	105
1.2.1.	Cas de l'huile essentielle de <i>Ridolfia segetum</i> :.....	105
1.2.2.	Cas d'extrait éthanolique :.....	106

Références bibliographiques :

Les résumés :

Résumé :

Ce travail a été fait dans le but d'examiner in vitro l'activité antioxydante et antimicrobienne de l'huile essentielle et de l'extrait éthanolique de *Ridolfia segetum* cueillie dans la région de Beraki (Alger). L'huile essentielle de *Ridolfia segetum* a été extraite par hydrodistillation avec un rendement de 1.09% (v/m). La composition chimique a été déterminée par CPG et CG-SM. Au total, trente-deux composés ont été identifiés représentant 95%, dont les composés majoritaires sont l' α -Phellandrene (44.4%), suivi du Dillapiole (16.1%), α -Terpinolene (12.1%) et β -Phellandrene (8,4%). L'extrait phénolique a été obtenu par la méthode de Soxhlet avec un rendement de 13.13%.

L'enrichissement de l'huile essentielle de l'aneth des moissons par le carvacrol, 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. L'évaluation de l'activité antimicrobienne sur certaines bactéries (2 à Gram +, et 2 à Gram -) et deux levures par la méthode de diffusion sur disque, a montré que l'huile essentielle de l'aneth des moissons est plus active par rapport à son extrait éthanolique.

Mots clés : Huile essentielle, extrait phénolique, *Ridolfia segetum*, Activité antioxydante, Activité antimicrobienne, carvacrol, CPG, CG-SM.

Abstract:

This work was done in order to examine in vitro antioxidant and antimicrobial activity of essential oil and ethanol extract of *Ridolfia segetum* gathered in Beraki region (Algiers).

The essential oil of *Ridolfia Segetum* was extracted by steam distillation with a yield of 1.09% (v / m). The chemical composition was determined by GC and GC-MS. 32 compounds were identified, representing 95%, the major compounds are the α -phellandrene (44.4%), followed by Dillapiole (16.1%), α -terpinolene (12.1%) and β -phellandrene (8.4 %).

The phenolic extract was obtained by the Soxhlet method with a yield of 13.13%.

The enrichment of the Dill Harvest's essential oil by carvacrol was made in the context of the improvement of its antioxidant activity, valuated by three methods by three basic methods DPPH, ABTS and Reducing power.

The evaluation of the antimicrobial activity of certain bacteria (2 Gram+, 2 Gram -) and two yeasts by the disk diffusion method, showed that the dill Harves's essential oil is more active compared to the ethanol extract.

Key words: essential oil, phenolic extract, *Ridolfia segetum*, antioxidant activity, antimicrobial activity, carvacrol, CPG, CG-SM.

ملخص

يهدف هذا العمل الى فحص النشاط المضاد للأوكسدة والمضاد للميكروبات للزيت الاساسي الخاص بحصاد الشبث ومستخلصه الايثانولي الذي جمع من منطقة براقى (الجزائر العاصمة).

الزيت الاساسي لحصاد الشبث استخرج من خلال التقطير المائي مع معدل استخراج قدر ب 1.09% تم تحديد التركيب الكيميائي من خلال الكروماتوغرافيا الغازية و GC-MS . وقد تم تحديد اثنين وثلاثين مركب مثلوا 95% ، اما المركبات الرئيسية فهي α - فيلاندرين (44.4 %) ، تليها ديلا بيول (16.1 %) ، α - تاغيبولان 12.1% و β - فيلاندرين (8 ، 4 %) .

استخراج الفينول تم الحصول عليها من خلال طريقة سوكليت بعائد 13.13 %.

إثراء الزيت العطري لحصاد شبت ب carvacrol جاء في سياق تحسين النشاط المضاد للأوكسدة،و التي تم تقييمها باستعمال ثلاث طرق مرجعية DPPH ، ABTS و القدرة الأرجاعية.

تقييم النشاط المضاد للميكروبات من بكتيريا معينة (2 غرام +، 2 غرام -) واثنين من الخمائر بطريقة aromatoграмme، وأظهرت أن الزيت الاساسي لحصاد الشبث هو أكثر نشاطا مقارنة مع مستخلصه الايثانولي.

الكلمات الرئيسية: الزيت أساسى، استخراج الفينول، *Ridolfia segetum*، النشاط المضادة للأوكسدة، النشاط المضادة للميكروبات، carvacrol، الكروماتوجرافي، CG-SM.