

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

المدرسة الوطنية العليا للعلوم الفلاحية

-الحراش -الجزائر

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE AGRONOMIQUE

ELHARRACH - ALGER-



Thèse

En vue de l'obtention du diplôme de Doctorat en sciences agronomiques

Thème

Composition chimique et activité biologique des huiles essentielles et des extraits éthanoliques de quelques plantes poussant dans la région de Djelfa : le thym (*Thymus guyonii* et *Thymus algeriensis*), l'armoise rouge (*Artemisia campestris*) et l'anacycle de valence (*Anacyclus valentinus*)

Présentée par : Mme HEFFAF Fatiha Epse DERRADJI

Le jury :

Président : M. BENCHABANE O.

Professeur (ENSA)

Directeur de thèse : M. HAZZIT M.

Professeur (ENSA)

Co-promotrice : Mme. MOUHOUCHE F

Professeur (ENSA)

Examineurs : Mme. YAHIAOUI K.

Professeur (Université Boumerdes)

Mme. AOUS W.

MCA (Université Boumerdes)

Mme HADJADJ N.

MCA (Université Blida1)

Année universitaire 2023-2024

Sommaire

Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction générale.....	1
Partie 1: Partie bibliographique.....	3
Chapitre I. Matières actives : les huiles essentielles et les composés phénoliques	3
I.1- Les huiles essentielles	3
I.1.1-Historique des huiles essentielles.....	3
I.1.2- Définition des huiles essentielles (HEs)	3
I.1.3- Caractéristiques physico-chimiques des Hes.....	4
I.1.4- Composition chimique des HEs.....	4
I.1.4.1- Les terpénoïdes	4
I.1.4.2- Les composés aromatiques	5
I.1.4.3- Composés d'origine diverses	5
I.1.5- Répartition et localisation des HEs	5
I.1.6- Fonction des huiles essentielles	5
I.1.7- Facteurs de variabilité des HEs	6
I.1.8- Toxicité des Hes.....	6
I.1.9- Domaines d'utilisation des HEs	6
I.1.9.1- En industries pharmaceutiques et cosmétiques.....	7
I.1.9.2- En industrie agro-alimentaire	7
I.1.9.3- En phytothérapie	7
I.1.10- Méthodes d'extraction des huiles essentielles.....	7
I.1.10.1- Distillation.....	7
a) L'hydrodistillation	8
b) Entraînement à la vapeur.....	8
c) Hydrodistillation à la vapeur d'eau.....	8

I.1.10.2- Extraction à l'eau surchauffée	8
I.1.10.3- Hydrodiffusion	8
I.1.10.4- Extraction par micro-onde.....	9
I.1.10.5- Expression à froid.....	9
I.1.10.6- Distillation par extraction simultanée (SDE).....	9
I.1.10.7- Extraction au CO ₂ liquide	9
I.1.10.8- Extraction au moyen des solvants.....	10
I.1.10.9- Extraction au moyen de méthodes innovantes	10
I.1.11- Analyse chimique des huiles essentielles.....	10
I.1.11.1- La chromatographie en phase gazeuse (CPG).....	11
I.1.11.2- La spectrométrie de masse	11
I.1.11.3- La chromatographie couplée à la spectrométrie de masse	11
I.2- Les composés phénoliques.....	12
I.2.1- Généralités	12
I.2.2- Classification des composés phénoliques.....	12
I.2.2.1- Les acides phénoliques.....	14
I.2.2.2- Les flavonoïdes.....	14
I.2.2.3- Les tanins.....	15
I.2.3- Facteurs influençant la teneur des plantes en composés phénoliques.....	15
I.2.4- Méthode d'extraction des polyphénols.....	15
I.2.5- Propriétés physicochimiques des polyphénols	16
I.2.6- Rôle physiologique des composés phénoliques.....	16
I.2.7- Intérêts et applications industrielles des polyphénols	16
I.2.8- Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante	17
Chapitre II. Activité biologique des plantes aromatiques.....	18
II.1- Activité antimicrobienne.....	18
II.1.1- Propriétés antimicrobiennes	18
II.1.1.1- Les principes actifs antibactériens	18
II.1.1.2- Mécanismes d'action des huiles essentielles	19

II.1.2- Activités antifongiques	20
II.1.3- Activités antivirales	21
II.1.4- Facteurs influençant l'activité antimicrobienne	21
II.1.5- Méthodes d'évaluation de l'activité antimicrobienne	22
II.1.5.1- Détermination de la CMI et de la CMB.....	22
II.1.5.2-Technique par contact.....	22
II.1.5.2.1- Technique de diffusion en disque (en milieu solide)	22
II.1.5.2.2- Technique d'aromatogramme	23
II.1.5.2.3- Méthodes de dilution	23
II.1.5.2.4-Méthode des puits.....	24
II.1.5.3- Technique de micro-atmosphère	24
II.2- Activité antioxydante.....	25
II.2.1- Les radicaux libres	25
II.2.2- le stress oxydant	25
a) Oxydation de l'ADN	26
b) Oxydation des protéines.....	26
c) Oxydation des lipides.....	26
d) Oxydation des glucides	27
II.2.3- Les antioxydants.....	28
II.2.4- Classification des antioxydants	29
II.2.4.1-Classification selon le mode d'action des antibiotiques	29
a)-Les antioxydants de type I	29
b)-Les antioxydants de type II.....	29
II.2.4.2- Classification selon la nature des antioxydants	29
a)-Les antioxydants naturels.....	29
b)- Antioxydants synthétiques.....	29
II.2.5- Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante	30
II.2.5.1- Test d'activité anti DPPH ou test de piégeage du radical DPPH... ..	31
II.2.5.2- Test de piégeage du radical cation ABTS ^{•+}	32

II.2.5.3- Réduction du fer ferrique en fer ferreux (FRAP)	32
II.3- Activité insecticide	33
II.3.1- Principaux plantes à effet insecticide	33.
II.3.2- Avantages des biopesticides végétales	34
II.3.2.1- La biodégradabilité	34
II.3.2.2- La résistance.....	34
II.3.2.3- La biodisponibilité.....	34
II.3.3- Mode d'action des composés à effet insecticide.....	35
II.3.3.1- Action sur le système nerveux	35
II.3.3.2- Action sur les récepteurs octopaminergiques	35
II.3.3.3- Action sur les stades de développement des insectes	35
II.3.4- Modes de pénétration d'huiles essentielles dans l'insecte	36
II.3.4.1- Par contact	36
II.3.4.2- Par inhalation	36
II.3.4.2- Par ingestion	36
II.3.5- Problème de résistance à l'égard es HEs.....	36
Chapitre III. Monographie des espèces étudiées.....	37
III.1- Description des plantes choisies	37
III.1.1- Généralités sur la famille des lamiacées.....	37
III.1.2- Caractéristiques du genre <i>Thymus</i>	37
III.1.2.1- <i>Thymus algériensis</i>	40
III.1.2.1.1-Description botanique de la plante	40
III.1.2.1.2-Position systématique	41
III.1.2.1.3- Noms vernaculaires	41
III.1.2.1.4-Habitats et répartition géographique.....	41
III.1.2.2- <i>Thymus guyonii</i>	41
III.1.2.2.1-Description botanique de la plante	41
III.1.2.2.2- Position systématique	42
III.1.2.2.3-Habitats et répartition géographique.....	43

III.1.3- Domaines d'application du thym.....	43
III.1.4- Généralités sur la famille des Asteracées	44
III.1.4.1- <i>Artemisia campesris</i>	44
III.1.4.1.1-Description botanique de la plante	44
III.1.4.1.2-Position systématique	44
III.1.4.1.3- Noms vernaculaires	45
III.1.4.1.4-Habitats et répartition géographique.....	46
III.1.4.1.5- Domaines d'application.....	46
III.1.4.2- <i>Anacyclus valentinus</i>	47
III.1.4.2.1- Description botanique de la plante	47
III.1.4.2.2- Position systématique	48
III.1.4.2.3- Noms vernaculaires	49
III.1.4.2.4- Habitats et répartition géographique.....	49
III.1.4.2.5- Domaines d'application.....	49
III.2- Description de l'insecte étudiée	49
III.2.1-Caractères généraux des curculionidés.....	49
III.2.2- Etude bioécologique du charançon du riz.....	50
III.2.2.1- Position systématique de <i>Sitophilus oryzae</i> L.....	50
III.2.2.2- Répartition géographique.....	50
III.2.2.3- Régime alimentaire.....	51
III.2.2.4- Biologie et cycle de développement de <i>Sitophilus oryzae</i>	51
III.2.3- Dégâts causées par <i>Sitophilus oryzae</i>	54
III.2.4- Les moyens de lutte	55
III.2.4.1- La lutte préventive	55
III.2.4.2- La lutte chimique	55
III.2.4.3- La lutte physique.....	55
III.2.4.4- La lutte biologique	56
III.3- Description des souches microbiennes.....	56
III.3.1- Souches bactériennes.....	56

III.3.1.1- <i>Staphylococcus aureus</i>	56
III.3.1.2- <i>Bacillus subtilis</i>	57
III.3.1.3- <i>Escherichia coli</i>	57
III.3.2- Souches fongiques	57
III.3.2.1- <i>Candida albicans</i>	58
III.3.2.2- <i>Aspergillus brasiliensis</i>	58

Partie 2: Partie expérimentale

Chapitre I: Matériel et méthodes	59
I.1- Objectifs.....	59
I.2- Choix de matériel biologique	59
I.2.1- Matériel végétale	59
I.2.2- Matériel entomologiques.....	60
I.2.3- Matériel microbiologique.....	61
I.3- Extraction des huiles essentielles	62
I.3.1- Hydrodistillation avec l'appareil du Clevenger	62
I.3.2- Rendement de l'extraction.....	64
I.3.3- Analyse chimique par GC et GC/MS	64
I.3.3.1-Analyse des huiles essentielles par chromatographie en phase gazeuse (GC)	64
I.3.3.2- Analyse qualitative des huiles essentielles par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS).....	64
I.3.3.3- Identification des composés	65
I.4- Elaboration des extraits végétaux.....	66
I.4.2- Rendement en extrait.....	67
I.4.3- Dosages des phénols totaux	67
I.4.3.1- Principe de dosage.....	67
I.4.3.2- Préparation des réactifs	68
I.4.3.3- Mode opératoire.....	68
I.4.4-Dosages des flavonoïdes.....	69
I.4.4.1- Principe	69
I.4.4.2- Mode opératoire.....	69

I.5- Evaluation de l'activité antioxydante	70
I.5.1- Pouvoir de piégeage du radical libre positif ABTS	70
I.5.1.1- Principe	70
I.5.1.2- Mode opératoire.....	70
I.5.2- Pouvoir de piégeage du radical libre DPPH.....	72
I.5.2.1 Principe	72
I.5.2.2- Mode opératoire.....	73
I.6- Evaluation de l'activité antimicrobienne	74
I.6.1- Etude qualitative de l'effet antimicrobien	74
I.6.1.1- Principe	74
I.6.1.2- Préparation de l'inoculum.....	75
I.6.1.3- Préparation des milieux de culture.....	75
I.6.1.4- Dépôt des disques.....	75
I.6.1.5- Expression des résultats	76
I.6.2- Etude quantitative de l'effet antimicrobien	76
I.6.2.1- Principe	76
I.6.2.2- Expression des résultats	77
I.7- Evaluation de l'activité insecticide	77
I.7.1-Test du contact	77
I.7.2- Test d'inhalation	79
I.8-Tests statistiques.....	80
Chapitre II: Résultats et discussions	81
II.1- Rendement et composition chimique des huiles essentielles des <i>Thymus</i>	81
II.1.1-Cas de <i>Thymus guyonii</i>	81
II.1.2- Cas de <i>Thymus algériensis</i>	89
II.1.3- Cas d' <i>Artémisia campestris</i>	94
II.1.4- Cas d' <i>Anacyclus valentinus</i>	101
II.2-Rendement et estimation quantitative des polyphénols totaux et des flavonoïdes totaux	105
II.3- Évaluation de l'activité antioxydante.....	108

II.3.1-- Cas des huiles essentielles	108
II.3.2. Cas des extraits éthanoliques.....	111
II.4- Évaluation de l'activité antimicrobienne	114
II.4.1- Étude qualitative de l'activité antimicrobienne de <i>Thymus algeriensis</i> et <i>Thymus guyonii</i>	114
II.4.2- Activité antimicrobienne des Huiles essentielles d' <i>Artemisia campestris</i> et d' <i>Anacyclus Valentinus</i>	118
II.5- Évaluation de l'activité insecticide	120
II.5.1- Test de l'effet des HEs par contact	120
II.5.2- Test de l'effet des HEs par inhalation.....	125
Conclusion générale.....	128
Références bibliographiques	
Annexes	

Abstract

This study was designed to determine the chemical composition and biological activity (antimicrobial and insecticidal and/or antioxidant activity) of essential oils (EOs) and ethanolic extracts (EEs) of some plants growing in the Djelfa region. The EOs were isolated by hydrodistillation and analyzed by GC and GC-MS. The main components of the oils were p-cymene (15.8%), γ -terpinene (15.3%), thymol methyl ether (15.7%) and thymol (19.1%) for *T. guyonii*, terpinenyl acetate (28.1%) for *T. algeriensis*, β -Pinene (14.6%) and α -Pinene (10.4%) for *Artemisia campestris* and Chrysantenyl acetate (16.1%), cis-8-Acetoxychrysanthenyl acetate (19.6%) and t-Muurolol (19.7%) for *Anacyclus valentinus*. Antioxidant activity was assessed in terms of DPPH \bullet and ABTS \bullet^{+} free radical scavenging. *T. guyonii* EO was the most effective in inhibiting free radicals but less active compared to synthetic antioxidants (Trolox and BHT). Additionally, *T. guyonii* EO showed the highest efficacy against the rice weevil, *Sitophilus oryzae* L. (Coleoptera: Curculionidae) as well as an antimicrobial agent against the microorganisms tested. In addition, *T. guyonii* EE was the richest in total phenols and flavonoids and exhibited potent antioxidant activity, equivalent to superior to synthetic antioxidants. The results suggest that EO and/or EE of *T. guyonii* could be considered for applications in the pharmaceutical and food fields as well as for the preservation of stored products against damage caused by *S. oryzae*.

Keywords: Essential oil, ethanolic extract, chemical composition, *Thymus guyonii*, *Thymus algeriensis*, *Artemisia campestris*, *Anacyclus valentinus*, *Sitophilus oryzae*, biological activity.

Résumé

Cette étude a été conçue pour déterminer la composition chimique et l'activité biologique (antimicrobienne et insecticide et/ou activité antioxydante) des huiles essentielles (HEs) et des extraits éthanoliques (EEs) de quelques plantes poussant dans la région de Djelfa. Les HEs ont été isolées par hydrodistillation et analysées par GC et GC-MS. Les principaux composants des huiles étaient le p-cymène (15,8 %), le γ -terpinène (15,3 %), l'éther méthylique de thymol (15,7 %) et le thymol (19,1 %) pour *T. guyonii*, l'acétate de terpinényle (28,1 %) pour *T. algeriensis*, β -Pinene (14.6%) et α -Pinene (10.4%) pour *Artemisia campestris*, et Chrysantenyl acetate (16.1%), cis-8-Acetoxychrysanthenyl acetate (19.6%) et t-Muurolol (19.7%) pour *Anacyclus valentinus*. L'activité antioxydante a été évaluée en termes de piégeage des radicaux libres DPPH \bullet et ABTS \bullet^{+} . L'HE de *T. guyonii* était la plus efficace pour inhiber les radicaux

libres mais moins active par rapport aux antioxydants synthétiques (Trolox et BHT). De plus, l'HE de *T. guyonii* a montré la plus grande efficacité contre le charançon du riz, *Sitophilus oryzae* L. (Coleoptera : Curculionidae) ainsi que comme antimicrobien contre les micro-organismes testés. De plus, l'EE de *T. guyonii* a été le plus riche en phénols totaux et flavonoïdes et a exhibé une puissante activité antioxydante, équivalente à supérieure par rapport aux antioxydants de synthèse. Les résultats suggèrent que l'HE et/ou l'EE de *T. guyonii* pourraient être envisagés pour des applications dans les domaines pharmaceutique et alimentaire ainsi que pour la préservation des produits stockés contre les dommages causés par *S. oryzae*.

Mots clés : Huile essentielle, extrait éthanolique, composition chimique, *Thymus guyonii*, *Thymus algeriensis*, *Artemisia campestris*, *Anacyclus valentinus*, *Sitophilus oryzae*, activité biologique.

ملخص

صممت هذه الدراسة لتحديد التركيب الكيميائي والنشاط البيولوجي (نشاط مضاد للميكروبات ومبيد حشري و نشاط مضاد للأكسدة) للزيوت الأساسية (EOs) والمستخلصات الإيثانولية (EEs) لبعض النباتات النامية في منطقة الجلفة. تم عزل EOs

بواسطة التقطير المائي وتحليلها بواسطة GC و GC-MS. المكونات الرئيسية للزيوت هي p-cymene (%15.8) و thymol methyl ether (%15.7) ، terpinene (%15.3) و terpinenyl (19.1%) (تسمى *T. guyonii* ، أسيتات

α-Pinene (%14.4) و β-Pinene (%14.6) و *T. algeriensis* (28.1%) و *Artemisia campestris* و أسيتات

الكريستينيل (%16.1) و cis-8 -Acetoxychrysanthenyl acetate (%19.6) و t-Muurolol (%19.7) (تسمى

Anacyclus valentinus . تم تقييم النشاط المضاد للأكسدة من حيث DPPH • و ABTS • + تنظيف الجذور الحرة. كان

EO *T. guyonii* الأكثر فاعلية في تثبيط الجذور الحرة ولكنه أقل نشاطاً مقارنة بمضادات الأكسدة الاصطناعية (Trolox

و BHT). بالإضافة إلى ذلك ، أظهر EO *T. guyonii* أعلى فعالية ضد سوسة الأرز ، *Sitophilus oryzae* L.

(Coleoptera: Curculionidae) وكذلك مضاد للميكروبات ضد الكائنات الحية الدقيقة التي تم اختبارها. بالإضافة إلى

ذلك ، كان EE *T. guyonii* الأغنى في إجمالي الفينولات والالفونويدات وأظهر نشاطاً مضاداً للأكسدة ، مكافئاً

لمضادات الأكسدة الصناعية. تشير النتائج إلى أنه يمكن النظر في HE و / أو EE *T. guyonii* للتطبيقات في المجالات

الصيدلانية والغذائية وكذلك للحفاظ على المنتجات المخزنة ضد التلف الذي تسببه *S. oryzae*.

الكلمات المفتاحية: الزيت العطري ، المستخلص الإيثانولي ، التركيب الكيميائي ، *Thymus* ، *Thymus guyonii* ،

Thymus algeriensis ، *Artemisia campestris* ، *Anacyclus valentinus* ، *Sitophilus oryzae* ، النشاط

البيولوجي.