

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

-----  
Université Dr Tahar Moulay – Saida  
-----

Faculté des Sciences  
Département de Biologie



***Laboratoire de Bio Toxicologie, Pharmacognosie et Valorisation  
Biologique des Plantes***

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de Master  
Option : "***Biochimie & Physiologie cellulaire***"

*Thème*

**Contribution à l'étude qualitative et quantitative des huiles  
essentielles et des extraits de deux plantes médicinales  
" *Cinnamomum Cassia* " et " *Syzygium Aromaticum* "  
Selon les techniques : l'hydrodistillation et soxhlet**

**Présenté par:**

Mlle **Abdelli Fatima Zahra**  
Mr **Mehnane Khaled Djamel Eddine**

**Encadré par:**

Mr **KAHLOULA Khaled**

Soutenu le : 26 Juin 2016 devant le jury composé de :

Président : <b>AMAM Abdelkader</b>	<b>Maitre assistant A</b>	Université de Saida
Examineur : <b>FARES soria</b>	<b>Maitre assistant A</b>	Université de Saida
Encadreur: <b>KAHLOULA Khaled</b>	<b>Maitre de conférences A</b>	Université de Saida

*Année universitaire : 2015 – 2016*

## REMERCIEMENTS

*Louanges à Dieu le tout puissant et le miséricordieux qui a guidé mes pas vers cette issue.*

*Tous nos remerciements vont d'abord à Mr Amame Abdelkader à l'université du Saïda de nous avoir fait l'honneur d'accepter de présider le jury. Qu'il trouve ici tous les respects les plus sincères d'élèves à son professeur.*

*On exprime également nos sincères remerciements à Madame Fares Soria à l'université du Saïda pour l'honneur qu'elle nous a fait en acceptant d'examiner ce travail de recherche, On lui adresse toute notre gratitude.*

*Mes sincères remerciements vont à Monsieur kahloula khaled docteur à l'université du Saïda, pour avoir accepté de diriger ce travail, qu'il trouve ici, l'expression de notre profonde et sincère reconnaissance, pour tous ses efforts, son savoir, ses critiques constructives, et sa confiance.*

*On remercie particulièrement Brahim Mustapha, Arabi Wafaa et Taïbi Narimene Doctorants à l'université du Saïda, pour son aide, sa très grande disponibilité, et sa gentillesse.*

*Enfin, nos remerciements les plus intenses vont à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail, On espère n'avoir oublié personne, et si c'est le cas qu'On en soit pardonné.*

# *Dédicace*

---

*C'est avec un très grand honneur que je dédie ce modeste travail :*

*A mon père Mr Abdelli Morsli, vous êtes*

*l'exemple de dévouement qui*

*n'a pas cessé de m'encourager. Ce travail est le fruit de vos*

*sacrifices que vous avez consenti pour mon éducation et ma*

*formation. Que Dieu, le tout puissant, vous préserve et vous*

*accorde santé, longue vie et bonheur.*

*Une dédicace spéciale à ma très chère maman, merci pour être toujours avec  
moi.*

*A mes très cher frères Abdelssamed et Abdelali, mes très chère sœurs Imene  
et Wissale.*

*A tous les gens qui me sont chers*

*A tous les enseignants qui ont fait partie importante de mon cursus éducatif.*

*Fatima. Z*

# *Dédicace*

---

*A Dieu tout puissant, d'avoir été mon guide pendant toute ces  
années.*

*Je dédie ce travail à mes parents,*

*Je ne serais trouver les mots pour leur exprimer ma gratitude, mon amour et ma  
reconnaissance.*

*A mes sœurs chéries pour leur soutien moral, leur encouragement et leur  
affection.*

*A mes Beau frère .*

*A Ouail, mon petit frère.....*

*A Salsabil, Ma chère et tendre épouse, un appui perpétuel.*

*A Lyas et Solaf.*

*A mes cousins et cousines*

*A eux tous, je souhaite un avenir plein de joie, de bonheur et de succès en  
souhaitant que dieu il préserve une longue vie.*

*Djamel Eddine*

# Résumé

Cette étude a permis de mettre en évidence la relation entre les techniques d'extraction (Hydrodistillation et Soxhlet) et la variation de profil chimique des deux plantes médicinales "*cinnamomum cassia*" et "*syzygium aromaticum*".

Les résultats enregistrés au rendement de huile essentielle de *cinnamomum cassia* et son extrait ont permis de remarquer une valeur supérieure pour l'extrait (3,4%) comparant à celle de huile essentielle (1,98%). Pour cette même espèce nous avons constaté que l'extrait présente un pouvoir antioxydant confectionnée avec piégeage du radical libre DPPH avec une valeur puissant d'IC50 (1,95 mg/ml). Par rapport à les huiles essentielles (5,35 mg/ml). Cependant, l'analyse de CPG à révèle l'impact de la technique d'extraction sur l'aspect qualitative et quantitative des composés bioactifs avec un composé majoritaire E-cinnamaldéhyde mais avec un pourcentage différent (66,54% et 65,91%).

Par ailleurs, le rendement d'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* et son extrait ont montré une valeur supérieure pour l'huile essentielle (11,34 %) comparant à celle de l'extrait (4,7%). Pour cette espèce végétale nous avons constaté qu'huile essentielle présente une activité antioxydante confectionnée avec piégeage du radical libre DPPH avec une valeur importante de IC50 (1,50 mg/ml). Par rapport à l'extrait (2,16 mg/ml). L'analyse de CPG à présenté une diversité remarquable en composés bioactifs avec un pourcentage majoritaire attribué a l'eugénol mais avec un pourcentage différent (80,83% et 76,80%) respectivement.

**Mots clés :** *cinnamomum cassia*, *syzygium aromaticum*, *huile essentielle*, *activité antioxydate*, *hydrodistillation et soxlet*.

## Summary

This study helped to highlight the relationship between extraction techniques (Hydrodistillation and Soxhlet) and the change in chemical profile of both medicinal plants "*Cinnamomum cassia*" and "*Syzygium aromaticum*".

The results for the essential oil yield of *Cinnamomum cassia* extract and allowed to notice a higher value for the extract (3.4%) compared to that of the essential oil (1.98%). For the same species we found that the extract has an antioxidant made with scavenging free radical DPPH with a powerful IC<sub>50</sub> value (1.95 mg / ml). Compared with essential oils (5.35 mg / ml). However, GPC analysis to reveal the impact of the extraction technique on the qualitative and quantitative aspects of bioactive compounds with a majority compound E-cinnamaldehyde but with a different percentage (66.54% and 65.91%).

Moreover, the essential oil yield of *Syzygium aromaticum* and extract showed a higher value for the essential oil (11.34%) comparing to that of the extract (4.7%). For this plant species we found that essential oil has antioxidant activity made with scavenging free radical DPPH with a high value of IC<sub>50</sub> (1.50 mg / ml). Compared to the extract (2.16 mg / ml). The GPC analysis of presented a remarkable diversity of bioactive compounds with a majority percentage allocated to eugenol but with a different percentage (80.83% and 76.80%) respectively.

**Keywords:** *Cinnamomum cassia*, *Syzygium aromaticum*, essential oil, antioxidant activity, hydrodistillation and Soxhlet.

## ملخص

ساعدت هذه الدراسة إلى تسليط الضوء على العلاقة بين تقنيات استخراج (التقطير المائي والسوكسلت) و الاختلاف في التشكيل الكيميائي لكل من النباتات الطبية "القرفة" و "القرنفل"

قد سجلت النتائج المسجلة بمردود الزيت الاساسي للقرفة و مستخلصها بتصريح قيمة أعلى للمستخلص (3.4%). مقارنة مع الزيت الاساسي (1.98). لنفس النبات وجدنا أن مستخلص لديه قوة قوية مضادة للأكسدة مع الجدر الكيميائي الحر DPPH بقيمة IC50% (1,95 ملغ / مل) بالمقارنة مع الزيوت الأساسية (5,35 ملغ / مل). ومع ذلك، تحليل السي بي جي للكشف عن تأثير تقنية الاستخلاص على الجوانب الكمية والنوعية من المركبات النشطة بيولوجيا مع أغلبية مجمع -سينمالدهيد ولكن مع نسبة مختلفة (66.54% و 65.91%).

علاوة على ذلك، فإن النتائج المتعلقة بمردود الزيت الاساسي و المستخلص للقرنفل اعطت قيمة أعلى للزيت الاساسي (11.34%) مقارنة بما كان عليه من المستخلص (4.7%). لنفس النبات وجدنا أن الزيت الاساسي لديه القوة المضادة للأكسدة قوية مع الجدر الكيميائي الحر DPPH بقيمة IC50% (1,90 ملغ / مل) مقارنة مع المستخلص (2.16 ملغ / مل). ومع ذلك، تحليل سي بي جي للكشف عن تأثير تقنية الاستخلاص على الجوانب الكمية والنوعية من المركبات النشطة بيولوجيا مع الأغلبية المجمع الأوجينول ولكن مع نسبة مختلفة (80.83% و 76.80%).

**كلمات البحث :** سيناموميم كاسيا - سيزيجيوم اروماتيكوم - الزيوت الاساسية - التقطير المائي - السوكسلت - مضاد للأكسدة.

## Liste des abréviations

**HE**: Huiles Essentielle

**ERO** : Espèces Réactives de l'Oxygène.

**AFNOR** : Association Française de Normalisation.

**CPG** : Chromatographie en Phase Gazeuse

**PPAR** : Peroxysome Proliferator Activated Receptor .

**GPC/SM** : Chromatographie en Phase Gazeuse couplée à la Spectrométrie de Masse

**CO<sub>2</sub>** : Dioxyde de carbone

**UV** : Ultra Violet

**DO** : Densité Optique

**P** : Pression

**ISO** : International Standard Organization

**T°** : Température

**HPLC** : Chromatographie en Phase Liquide à Haute performance

**DPPH** : 1,1-DiPhenyl-2-PicrylHydrozyl

**PPAR** : Peroxysome Proliferator-Activated Receptor

**HD** : HydroDistillation

## **TABLE DES MATIERES**

Remerciements	
Résumé	
Summary	
ملخص	
Introduction	01
<i><b>Partie bibliographique</b></i>	-
1-Les huiles essentielles.	04
1 -1- Historique.	04
1-2- définition.	05
1-3- Localisation des HE dans les tissus.	05
1-4 – Propriétés physiques.	05
1-5- Fonction.	06
1-6- Le rôle des huiles essentielles chez les plantes.	06
1-7- Composition chimique.	06
1-7-1 Les terpènes.	09
1-7-2 Les composés aromatiques.	09
1-7-3 Les composés d'origine diverses.	09
1-7-4 Notion de chémotype.	09
1-8 Méthodes d'extraction.	10
1-8-1 Distillation.	10
1-8-2 Extraction à froid.	12
1-8-3 Extraction assistée par micro-ondes.	12
1-8-4 Extraction par les solvants.	12
1-8-5 Extraction par fluides supercritique.	14
1-9 Méthodes d'identification chimique des huiles essentielles.	15
1-9-1 La chromatographie en phase gazeuse (CPG).	16
1-10 Activité antioxydante.	16
1-10-1 Définition.	16
1-10-2 Mécanisme d'action.	16
1-10-3 Radicaux libres.	17
1-10-3-1 Définition.	19

1-10-3-2 Origine des radicaux libres.	19
1-10-3-3 Nature des radicaux libres.	19
1-10-3-3 -1 Espèces réactives dérivées de l'oxygène (ERO).	19
1-10-3-3 -2 Espèces libres non oxygénées.	19
1-10-4 Méthodes e détermination de l'activité antioxydante.	19
1-11 Toxicité des H.Es.	19
1-12 Différentes utilisations des huiles essentielles.	20
2 <i>Cinnamomum cassia</i> .	22
2-1 Généralités.	22
2-2 Description de la plante.	22
2-3 compositions chimiques de l'huile essentielle de la cannelle.	23
2-4 Principes actifs de la cannelle.	23
2-4-1 L'aldéhyde cinnamique.	23
2-4-2 L'acide cinnamique.	23
2-4-3 Le 2-Alkoxydihydrocinnamate.	23
2-4-4 Le naphthalèneméthyl ester.	23
2-4-5 L'acide P-méthoxycinnamique.	23
2-5 Les propriétés antioxydantes.	23
2-6 Pharmacologie de la Plante.	25
3 – <i>Syzygium aromaticum</i> .	27
3.1 Généralités.	27
3-2 Description de la plante.	27
3-3 composition chimiquede l'huile essentielle du clou de girofle.	28
3.4 Principes actifs de clou de girofle.	29
3.5 Les propriétés antioxydantes.	30
3.6 Pharmacologie de la Plante.	30
<b>Matériels et méthodes</b>	-
1- objectif.	33
2- Matière végétale.	33
3- Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation.	34
3-1 Calcul du rendement.	34
4-L'extraction par Soxlet.	34
4-1 Mode Opérateur.	37
4-2 Calcul le rendement de l'extrait.	37

5-Screening phytochimique.	38
5- 1 préparation des extraits aqueux.	38
5-2 Différentes classes recherchées (Molécules bioactives).	38
6- Evaluation de l'activité antioxydante.	39
6-1 Paramètres de calcul de l'activité antioxydante.	40
7- Détermination de la composition chimique de l'huile essentielle par CPG.	40
<b>Résultats et interprétation</b>	-
1- <i>Cinnamomum cassia</i> .	43
1-1 Le rendement d'huile essentielle.	43
1-2 Le rendement d'extrait.	44
1-3 Pourcentage des rendements d'HE et d'extrait via HD et soxlet.	44
1-4 Screening phytochimique.	45
1-5 L'activité antioxydante d'HE et d'extrait de cinnamomum cassia.	45
1-6 Principaux composés de HE et d'extrait de cinnamomum cassia détectés par CPG.	46
2- <i>Syzygium aromaticum</i> .	48
2-1 Le rendement d'huile essentielle.	48
2-2 Le rendement d'extrait.	49
2-3 Pourcentage Rendement de HE et d'extrait via HD et Soxlet.	49
2-4 Screening phytochimique.	50
2-5 L'activité antioxydante sur les HEs et l'extrait de syzygium aromaticum.	50
2-6 Principaux composés de HE et d'extrait de syzygium aromaticum détectés par CPG.	51
<b>Discussion</b>	-
<b>Conclusion</b>	-
<b>Références bibliographiques</b>	-

## LISTE DES FIGURES

**Figure 1 :** Principales molécules et huiles essentielles contenant des phénols.

**Figure 2 :** Méthodes d'extractions des huiles essentielles

**Figure 3 :** Schéma de principe de la technique d'hydrodistillation

**Figure 4 :** Schéma du principe de la technique de l'entraînement à vapeur

**Figure 5 :** Extraction par expression à froid

**Figure 6 :** Représentation schématique d'un extracteur de Soxlet

**Figure 7 :** Schéma du principe de la technique d'extraction par le CO<sub>2</sub> supercritique

**Figure 8 :** Schéma du principe de la chromatographie en phase gazeuse

**Figure 9 :** Origine des différents radicaux libres oxygénés et espèces réactives de l'oxygène impliqué en biologie

**Figure 10:** Les écorces de cannelle

**Figure 11:** Le cannelier

**Figure 12:** (de gauche à droite) partie aérienne du giroflier, clou de girofle épanoui, clous séchés.

**Figure 13:** Les constituants majeurs de l'huile essentielle du clou.

**Figure 14:** Quelques constituants de l'huile essentielle des clous de girofle

**Figure 15:** Clous de Girofle intact. (B): le broyat de clou de girofle

**Figure 16:** (A): cannelle intact. (B): le broyat de cannelle

**Figure 17:** Principe du piégeage du DPPH

**Figure 18:** Rendement d'HE de *Cinnamomum cassia* obtenu par hydrodistillation

**Figure 19:** Rendement d'extrait de *Cinnamomum cassia*

**Figure 20:** Le rendement en pourcentage de HE de cannelle via différents les procédés d'extraction

- Figure 21:** Représentation graphique logarithmique des pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH en fonction de la différente concentration utilisée pour HE de *Cinnamomum cassia*
- Figure 22:** Représentation graphique logarithmique des pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des différentes concentrations utilisées pour l'extrait de *Cinnamomum cassia*
- Figure 23:** Rendement d'extraction des HE de *Syzygium aromaticum* par hydrodistillation
- Figure 24:** Rendement d'extrait de *syzygium aromaticum* obtenu par soxlet
- Figure 25:** Rendement de HE et d'extrait de *Syzygium aromaticum* obtenus par HD et soxlet
- Figure 26:** Représentation graphique logarithmique des pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des différentes concentrations utilisées pour HE de *Syzygium aromaticum*
- Figure 27:** Représentation graphique logarithmique des pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des différentes concentrations utilisées pour l'extrait de *Syzygium aromaticum*
- Figure 28 :** Concentration en % des différents composés obtenus par analyse chromatographique en phase gazeuse de l'huile essentielle de *S.aromaticum*.
- Figure 29 :** Concentration en % des différents composés obtenus par analyse chromatographique en phase gazeuse d'extrait de *S.aromaticum*.

# LISTE DES TABLEAUX

**Tableau 01:** Activités biologiques de certains composés terpéniques

**Tableau 02:** Situation botanique de l'espèce étudiée (*Cinnamomum cassia*)

**Tableau 03:** La composition chimique de l'HE de *Cinnamomum cassia*

**Tableau 04:** Classification botanique giroflier

**Tableau 05:** Composition chimique des HE de clou de girofle de *S. aromaticum* extraite par hydrodistillation

**Tableau 06:** Origine et caractéristiques de la matière de la matière végétale utilisée

**Tableau 07:** Protocole de soxhlet

**Tableau 08:** Composants actifs révélés suite au screening phytochimique de *Cinnamomum cassia*

**Tableau 09:** Concentration en % et temps de rétention des différents composés obtenus par analyse chromatographique en phase gazeuse de l'huile essentielle de *cinnamomum cassia*

**Tableau 10:** Concentration en % et temps de rétention des différents composés obtenus par analyse chromatographique en phase gazeuse de l'extrait de *cinnamomum cassia*

**Tableau 11:** Composants actifs révélés suite au screening phytochimique de *Syzygium aromaticum*

## LISTE DES PHOTOS

**Photo 01:** Montage de l'hydrodistillation

**Photo 02:** Ampoule à décanter

**Photo 03:** Montage de Soxlet

**Photo 04:** Evaporateur rotatif

**Photo 05:** Préparation des extraits aqueux

**Photo 06:** l'huile essentielle de *Cinnamomum cassia* obtenu par hydrodistillation

**Photo 07:** l'huile essentielle de *syzygium aromaticum* obtenu par hydrodistillation

***Introduction  
générale***

Un grand nombre des plantes, aromatiques, médicinales, des plantes épices et autres possèdent des propriétés biologiques très intéressantes, qui trouvent application dans divers domaines à savoir en médecine, pharmacie, cosmétologie et l'agriculture. Cependant, l'évaluation des propriétés phytothérapeutiques comme antioxydante, antimicrobienne, anti-inflammatoire, diurétiques et antiseptique demeure une tâche très intéressante et utile, (**Hamidi Abdelrazeg 2013**).

Les techniques traditionnelles d'extraction de ces substances naturelles à partir des plantes nécessitent d'importantes adaptations afin de réduire les risques pour la santé, la sécurité et l'environnement. En conséquence, la recherche de produits et de procédés alternatifs plus respectueux de l'homme et de son environnement occupent une place primordiale en recherche et développement, y compris en ce qui concerne des opérations unitaires du génie chimique avec les technologies séparatives associées telle que l'extraction solide-liquide.

La cannelle de son nom scientifique (*Cinnamomum cassia*) est une épice fréquemment utilisée au niveau mondial du fait de ses propriétés Culinaires et médicinales diverses. Les phytothérapeutes chinois utilisaient la cannelle pour traiter les diarrhées, les troubles circulatoires, les nausées ainsi que les dépressions. Cependant son utilisation comme épice pour assaisonner la viande est due essentiellement à son pouvoir antibactérien qui agit contre la pourriture de cette denrée périssable (**Susheela, 2007**).

Par ailleurs, le clou de girofle (*Syzygium aromaticum*) est utilisé pour ses bienfaits médicaux et vertu culinaire, Mais depuis quelques années d'autres propriétés lui ont été découvertes telle que ses effets anti-inflammatoire, antibactérien, neurostimulateur et surtout reconnu pour sa richesse en antioxydants très prisés dans l'industrie cosmétique (**Cho et al, 2008**).

Notre travail consiste à étudier l'aspect chimique et antioxydant de certaines huiles essentielles et extraits de deux plantes médicinales et aromatiques à savoir *Cinnamomum cassia* et *Syzygium aromaticum*.

Pour la présente étude, nous avons entrepris le plan suivant :

- ❖ La première partie est une synthèse bibliographique qui donnera un aperçu sur les différentes notions abordées dans ce travail: les huiles essentielles (HEs) et leur activité antioxydante, les techniques d'extraction conventionnelles; ensuite, nous détaillerons les nouvelles technologies d'analyses utilisées, en suite une généralité pour les deux plantes *Cinnamomum cassia* et *Syzygium aromaticum*.
- ❖ Dans la seconde partie, Extraire l'huile essentielle et des extraits de la cannelle chinoise « *Cinnamomum cassia* » et le clou de girofle « *Syzygium aromaticum* » par hydrodistillation, et Soxhlet, faire un screening phytochimique des métabolites

secondaires existants dans les plantes, mettre en évidence l'activité antioxydante de l'HE et extraits obtenue, par le piégeage du radical libre DPPH et analysée les composés chimiques existées dans les plante par le CPG

***Synthèse***  
***bibliographique***

## **1- Les huiles essentielles :**

### **1 -1- Historique**

De tout temps, le règne végétal a offert à l'homme des ressources naturelles à son alimentation, à son hygiène et sa santé. Depuis les temps les plus anciens, les parfums de ces mêmes végétaux sont associés à des rites mystiques, artistiques et esthétiques. Déjà, en Chine, l'empereur Chen Nong (2800 av. J.-C.), médecin érudit, consigne son savoir relatif aux plantes médicinales dans un livre, le Pen Ts'ao, qui recense plus de 1000 plantes médicinales utiles (**Lardy&Haberkorn, 2007**).

Il semblerait que ce soit les Égyptiens, dont l'histoire remonte à plus de 4000 ans qui furent les premiers à tirer parti du règne végétal dans un souci esthétique et spirituel.

L'essence de térébenthine était déjà utilisée et tout porte à penser que certains parfums étaient déjà obtenus sous forme d'huile distillée. Plus tard la civilisation arabe dont Bagdad, Bassora et Damas étaient les principaux centres commerciaux, développa le commerce des épices et des aromates et donna une grande impulsion à l'Art de distillation.

C'est Gerber (721 -815) qui mentionna le premier de façon écrite la description de la distillation.

L'alambic est incontestablement associé à Avicenne (930 -1037), tout comme le Giovannil-Baptista Della Porta (1540-1615), dans son célèbre ouvrage "De distillation" parut en 1567, mentionne les connaissances avancées des Arabes dans le domaine de la distillation.

Hermann Boerhave (1668-1738) fut l'un des premiers à décrire les huiles essentielles d'un point de vue chimique (**Lucchesi ,2005**).

L'aromathérapie tomba ensuite dans l'oubli, toutefois il a fallu attendre le XX<sup>ème</sup> siècle pour que les scientifiques commencent à s'y intéresser. En 1928 René –Maurice Gatte Fossé chimiste Français publia un ouvrage " aromathérapie " décrivant la relation entre la structure biochimique de l'H.E et son activité antimicrobienne.

En 1929, Sevelinge un pharmacien en France, étudia les H.Es en médecine vétérinaire et confirma le potentiel antimicrobien élevé de ces substances aromatiques.

En 1975, Franchomme en France, aromatalogue mis en évidence l'importance du chémotype (ou race chimique de l'espèce) (**Fouche et al. 2000**).

L'ère industrielle a pris peu le pas sur un empirisme et développa ainsi de nouvelles techniques de distillation.

Il existe aujourd'hui approximativement 3000 huiles dont environ 300 sont réellement commercialisées, destinées principalement à l'industrie des arômes et de parfums. Mais la tendance actuelle de consommateurs à rechercher une alimentation plus naturelle a entraîné un regain d'intérêt des scientifiques pour ces substances. Depuis deux décennies des études ont été menées sur le développement de nouvelles applications et l'exploitation de propriétés naturelles des H.Es dans différents domaines (Zhiri, 2006).

## **1-2- Définition**

Les huiles essentielles sont : «Des produits de composition généralement assez complexe renfermant les principes volatils contenus dans les végétaux et plus ou moins modifiés au cours de la préparation» (Bruneton, 1999 ; Cavalli, 2002 ; Bardeau, 2009). Selon la norme AFNOR NF T 75-006 (octobre 1987), l'huile essentielle est définie comme: «Produit obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur (Lucchesi et al. 2004), Soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe des citrus, soit par distillation à sec» (Bruneton, 1993).

## **1-3 Localisation des huiles essentielles dans les tissus**

Les huiles essentielles n'ont pas une présence générale chez les végétaux. Parmi les 1 500 000 espèces végétales, 10% seulement sont dites « aromatiques », c'est-à-dire qu'elles synthétisent et sécrètent des infimes quantités d'essence aromatique (Bruneton, 1999; Degryse et al. 2008). Certaines familles se caractérisent par le grand nombre d'espèces à essences qu'elles groupent, en particulier les Labiés, les Ombellifères, les Myrtacées et les Lauracées (Benayad, 2008).

Les huiles essentielles sont produites dans le cytoplasme des cellules sécrétrices et s'accumulent en général dans des cellules glandulaires spécialisées, situées en surface de la cellule et recouvertes d'une cuticule. Ensuite, elles sont stockées dans des cellules dites cellules à huiles essentielles, dans des poils sécréteurs, dans des poches sécrétrices ou dans des canaux sécréteurs (Bruneton, 1999; Hazzit, 2002; Boz et al. 2009). Elles peuvent être stockées dans tous les organes végétaux : les fleurs, les feuilles, les racines, les rhizomes, les fruits, le bois et/ou les graines (Bruneton, 1993; Anton et Lobstein, 2005).

## **1-4 – Propriétés physiques**

Les H.Es sont en général liquides à température ambiante, volatiles, d'odeurs très forte, incolores, jaunes pâles ou quelques fois bleues. Leur densité est < 1 sauf pour les H.Es de clou de girofle (*Syzygium aromaticum*), Cannelle (*cinnamomum cassia*) et sassafras (*sassafras albidum*).

Elles sont insolubles dans l'eau mais solubles dans les solvants, les huiles et la vaseline ; très altérables, elles s'oxydent au contact de l'air et de la lumière (**Charpentier et al., 2008**).

Le terme huile s'explique par la propriété de solubilité dans les graisses et par leur caractère hydrophobe. Le terme "essentielle" fait référence au parfum, à l'odeur plus au moins forte dégagée par la plante (**Teusher et al., 2005**).

### **1-5- Fonction**

La fonction biologique des terpénoïdes des huiles essentielles demeure le plus souvent obscure. Il est toutefois vraisemblable qu'ils ont un rôle écologique. À l'appui de cette hypothèse, on remarque le rôle de certains d'entre eux a été établi expérimentalement aussi bien dans le domaine des interactions végétales comme agents idiopathiques, notamment inhibiteurs de germination, que dans celui des interactions végétales-animales contre les insectes et les champignons. (**Bruneton, 2008**).

### **1-6- Le rôle des huiles essentielles chez les plantes**

Les huiles essentielles permettent aux plantes de s'adapter à leur environnement et assurer leur ultime défense, elles jouent plusieurs rôles écologiques:

- ✓ Interaction plante – plante (l'inhibition de la germination et de la croissance)
- ✓ Interaction plante-animal, pour leur protection contre les prédateurs. (**Fouché et al. 2008**).

### **1-7- Composition chimique**

L'étude de la composition chimique des huiles essentielles révèle qu'il s'agit de mélanges complexes et variables de constituants appartenant exclusivement à deux groupes caractérisés par des Origines biogénétiques distinctes : les terpénoïdes et les composés aromatiques dérivés du phénylpropane (**Gildo, 2006**).

#### **1-7-1 Les terpènes**

Les terpènes sont des hydrocarbures naturels, de structure cyclique ou de chaîne ouverte. Leur particularité structurale la plus importante est la présente dans leur squelette d'unité isoprénique à 5 atomes de carbone ( $C_5H_8$ ), ils sont subdivisés selon le nombre d'entités isoprènes en **monoterpènes** formés de deux isoprènes ( $C_{10}H_{16}$ ), **les sesquiterpènes**, formé de trois isoprènes ( $C_{15}H_{24}$ ), **les diterpènes**, formés de quatre isoprènes ( $C_{20}H_{32}$ ), **les tétraterpènes** huit isoprènes qui conduisent aux caroténoïdes. **Les polyterpènes** ( $C_5H_8$ ) nous ne pas-êtré de 9 à 30 (**Hernandez-Ochoa, 2005**).

**Les terpénoïdes** sont des terpènes avec une ou plusieurs fonctions chimiques (alcool, aldéhydes, cétone, acide, etc.).

**Les monoterpènes** sont volatils entraînés à la vapeur d'eau, d'odeur souvent agréable et représentent la majorité des constituants des H.Es, parfois plus de 90 %. Ils peuvent être acycliques (myrcène, ocymène), monocyclique (terpinène, p-cimène) ou bicyclique (pinène, sabinène). A ces terpènes se rattachent un certain nombre de substances à fonction chimique : alcools (géraniol, menthol), aldéhydes (géraniol, citronellal, sinensal), cétones (carvone, menthone, B-vétinone), et des esters (acétate de géranyle, acétate de linalyle, acétate de cédryle, acétate a-terpinyle).

**Les sesquiterpènes** il s'agit de la classe la plus diversifiée des terpènes .Elle contient plus de 3000 molécules comme par exemple : B-caryophyllène, B-bisabolène, a-humulène, a-bisabolol, farnesol (**Bruneton, 1999 ;Hernandez-Ochoa, 2005**).

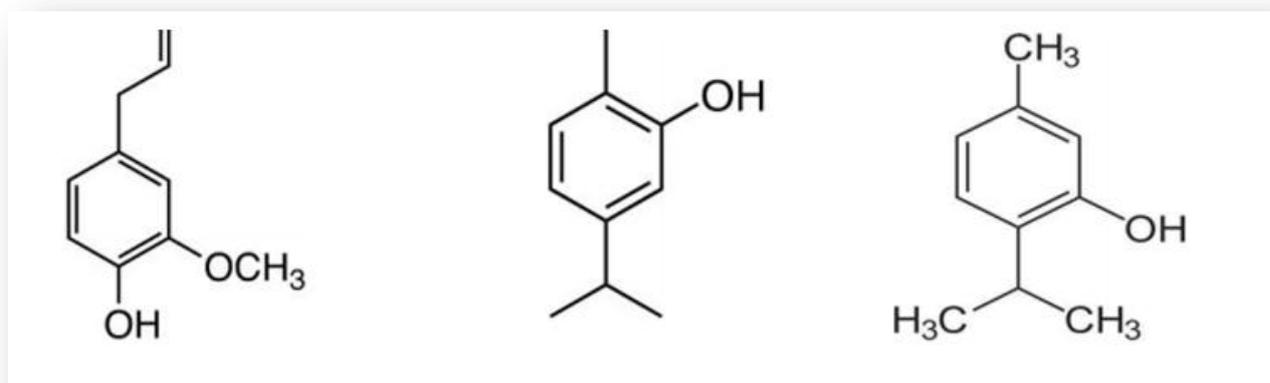
**Tableau 1:** Activités biologiques de certains composés terpéniques (Mebarki, 2010).

<b>Familles</b>	<b>Exemples</b>	<b>Propriétés</b>
<b>Hydrocarbure aliphatique Monoterpène</b>	Limonene (carvi, pin), $\alpha$ et $\beta$ -pinène (sapin)	Fongistatique Bacteriostatique Insecticide Nematicide Antimutagenique Herbicide Stimulation générale
<b>Sesquiterpènes</b>	Bisabolème, alpha-humulème, bita-caryophyllène (pin)	Calmants Anti-inflammatoire Antiallergique Antibactériens et antifongique
<b>Phénols</b>	Thymol (thym), carvacrol (origan), eugénol (clou de girofle)	Antioxydant Stimulantes Toniques Antiseptiques Bactéricides Fongicides Antivirale Antiparasitaires Irritantes
<b>Alcool Monoterpéniques</b>	Linalol (bois de rose) geraniol (palmarosa), menthol (menthe poivrée), citrnellol (citronnelle)	Anti-inflammatoire Antiseptiques Bactéricides Fongicides Antivirale Antiallergique Immunostimulants Neurotoniques
<b>Alcool Sesquiterpéniques</b>	Bisabolol (matricaire), Viridiflorol (niaouli), Cadrol (cyprés)	Toniques et stimulants généraux Décongestionnants veineux et Lymphatiques
<b>Aldéhydes terpénique</b>	Citral (mélisse citronnée),	Antifongique

	citronellal (citronnelle, eucalyptus citronne) géraniale (verveine citronnée)	Sporicidas Insecticide Anti-hypertensifs Anti-inflammatoire
<b>Cétones</b>	Carvone (carvi), menthone (menthe poivrée), camphre (romarin), thuyone (sauge)	Calmantes Antivirales Antifongiques Neurotoxiques

### 1-7-2 Les composés aromatiques

Les dérivés du phénylpropane sont moins abondants que les terpénoïdes. Cette classe comprend des composés odorants comme la vanilline, l'eugénol, l'anéthol, l'estragole et bien d'autre. Ils sont plus fréquents dans les H.Es d'*Apiaceae* (anis, fenouil, cannelle, basilic).



**L'eugénol**

**le carvacrol**

**le thymol**

**Figure 1** : principales molécules et huiles essentielles contenant des phénols.

### 1-7-3 Les composés d'origine diverses

Il existe un nombre non négligeable de produits résultant de la transformation de molécules non volatiles issues soit de la dégradation des terpènes non volatils qui proviennent de l'auto-oxydation en (3-cis hexol, décanal, B-ionone) (Piochon, 2008).

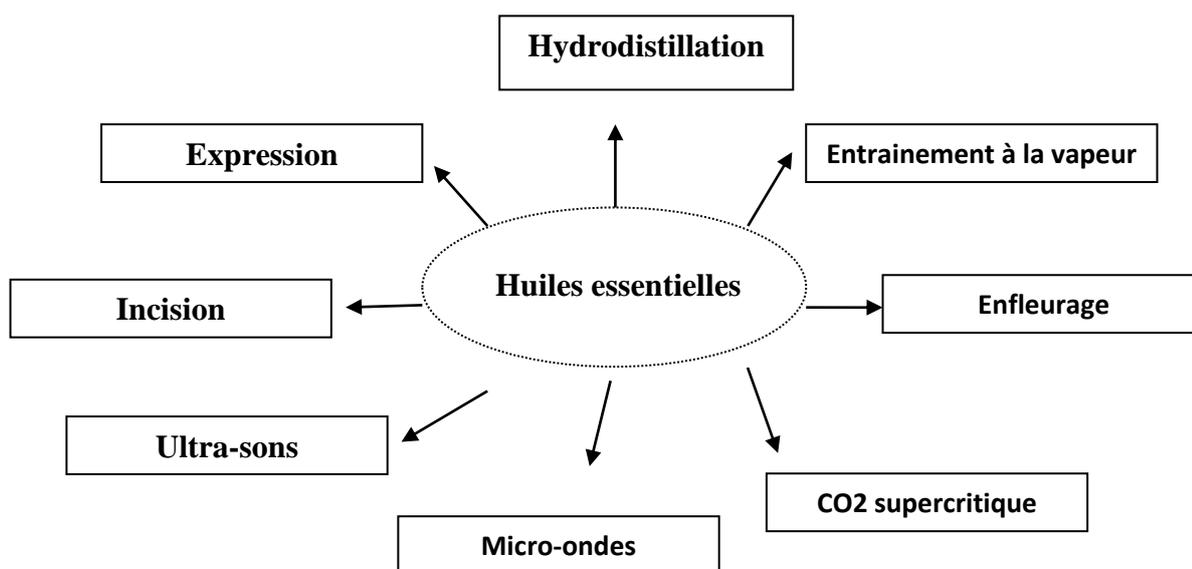
### 1-7-4 Notion de chémotype

Le chémotype d'une H.E est une référence précise qui indique le composant biochimique majoritaire ou distinctif, présent dans l' H.E. C'est l'élément qui permet de distinguer des H.Es

extraites d'une même variété botanique mais, d'une composition biochimique différente. Cette classification permet de sélectionner les H.Es pour une utilisation plus précise, plus sûre et plus efficace. Ce polymorphisme chimique existe chez certaines espèces : *thymus vulgaris*, *menthospicoto*, *origanumvulgare*. Il est important de noter que les H.Es à chemotypes différents présentent non seulement des activités différentes mais aussi des toxicités très variables (Pibiri, 2005).

## 1-8 Méthodes d'extraction

Différentes méthodes sont mises en œuvre pour l'extraction des essences végétales. En général le choix de la méthode d'extraction dépendra de la nature du matériel végétal à traiter (graines, feuilles, ramilles), de la nature des composés (par exemple, les flavonoïdes, les H.Es, tanins), le rendement en l'huile et la fragilité de certains constituants des huiles aux températures élevées, la figure 2 regroupe les différentes voies d'extraction des huiles essentielles.



**Figure 2 :** méthodes d'extractions des huiles essentielles

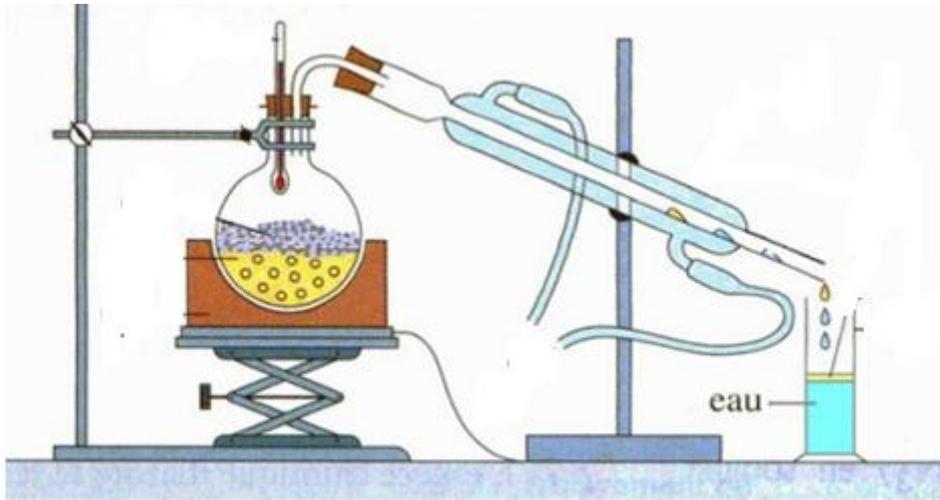
### 1-8-1 Distillation

Selon (Piochon, 2008), il existe trois différents utilisant le principe de la distillation: l'hydrodistillation, l'hydrodiffusion et l'entraînement à la vapeur d'eau.

- **Hydrodistillation**

Il s'agit de la méthode la plus simple et, de ce fait la plus anciennement utilisée. La matière végétale est immergée directement dans un alambic rempli d'eau, placé sur une source de chaleur, le tout est ensuite porté à l'ébullition. Les vapeurs sont condensées dans un réfrigérant et l'H.Es se

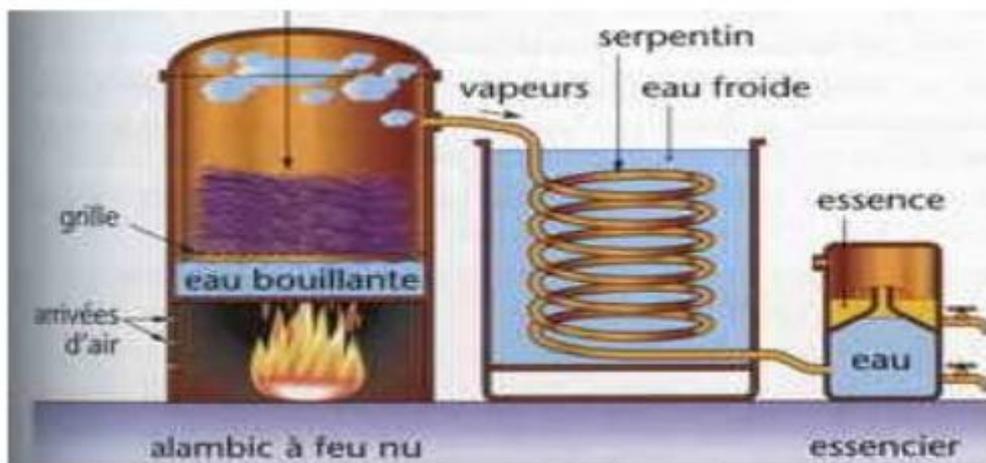
sépare de l'hydrolysat par simple différence de densité. L'H.E étant plus légère que l'eau, elle surnage au-dessus de l'hydrolysat (**figure 3**). Cependant, l'hydrodistillation possède des limites. En effet, un chauffage prolongé et trop puissant engendre la dégradation de certaines molécules aromatiques (**Lucchesi, 2005**).



**Figure 3** : Schéma de principe de la technique d'hydrodistillation (**Lucchesi, 2005**)

- **Distillation par entrainement à la vapeur d'eau**

Dans ce type de distillation, le matériel végétal ne macère pas directement dans l'eau. Il est placé sur une grille perforée au travers de laquelle passe la vapeur d'eau (**figure 4**). La vapeur endommage la structure des cellules végétales et libère ainsi les molécules volatiles qui sont ensuite entraînées vers le réfrigérant. Cette méthode apporte une amélioration de la qualité de l'H.E en minimisant les altérations hydrolytiques.



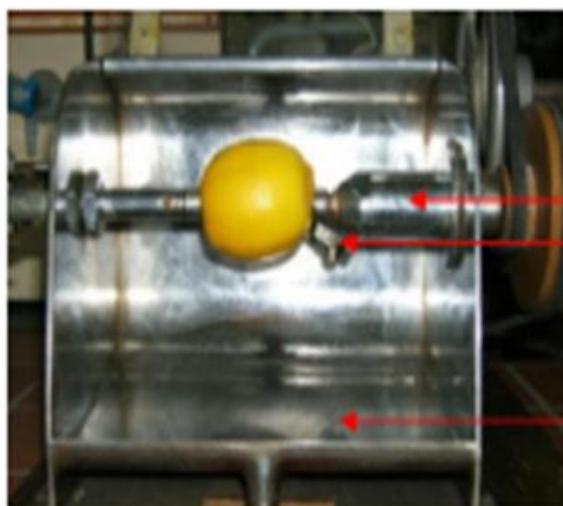
**Figure 4** : schéma du principe de la technique de l'entrainement à vapeur (**Lucchesi, 2005**).

- **Hydrodiffusion**

Cette technique est relativement récente. Elle consiste à faire passer du haut vers le bas, et à pression réduite la vapeur d'eau au travers la matière végétale. L'avantage de cette méthode est d'être plus rapide donc, moins dommageable pour les composés volatils.

### **1-8-2 Extraction à froid**

Le procédé de l'expression à froid est plus rentable que l'hydrodistillation pour l'obtention d'huiles essentielles de zestes d'hespéridés. Le principe en est basé sur la rupture ou la dilacération des parois des sacs oléifères contenues dans l'écorce des fruits et sur la pression du contenu de ces sacs sur les parois, via une gamme variée d'appareillage (**Roux, 2008 ; Florent, 2011**).



**Figure 5 :** Extraction par expression à froid (**Farhat, 2002**).

### **1-8-3 Extraction assistée par micro-ondes**

Extraction assistée par micro-ondes est une nouvelle technique qui combine l'utilisation des micro-ondes et d'autres méthodes traditionnelles. Dans ce procédé, la matière végétale est chauffée par micro-ondes dans une enceinte close dans laquelle la pression est réduite de manière séquentielle. Les composés volatils sont entraînés par la vapeur d'eau formée à partir de l'eau propre à la plante. Ils sont ensuite récupérés à l'aide des procédés classiques condensation, refroidissement, et décantation. Des études démontrent que cette technique possède plusieurs avantages tels que le gain de temps d'extraction, utilisation des petites quantités de solvant, et un rendement d'extraction élevé (**Hemwimon et al. 2007**).

### **1-8-4 Extraction par les solvants**

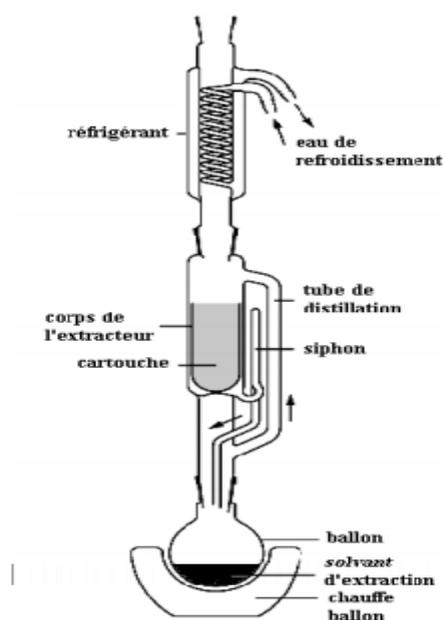
Il s'agit d'extrait de plantes obtenu au moyen de solvants non aqueux (hexane, éther de pétrole etc.), mais aussi de graisses, des huiles (absorption des composés volatils lipophiles par les corps gras). Ces solvants ont un pouvoir d'extraction plus élevé que l'eau, si bien que les extraits ne

contiennent pas uniquement des composés volatils mais également un bon nombre de composés non volatils tels que des cires, des pigments, des pigments, des acides gras. Un lavage à l'éthanol permet l'élimination de ces composés non désirables. Après distillation de l'alcool, le produit obtenu est appelé "absolu", et sa composition se rapproche de celle d'une H.E. L'extraction à l'aide de solvants organiques pose de problème de toxicité et de solvants résiduels (Hernandez-Ochoa, 2005).

- **Soxhlet**

Le principe est le même que pour toute extraction, mais ici se pose le problème de la diffusion du solvant dans la phase solide, qui peut être très lente. Il faut réaliser un très grand nombre d'extractions successives pour obtenir une séparation satisfaisante. L'extracteur de Soxhlet est un appareil spécialement conçu pour l'extraction continue solide liquide.

Le solvant (5 à 10 fois la quantité de l'échantillon solide à extraire) est porté à ébullition, puis condensé avec le condenseur à boules, dans le réservoir à siphon contenant le solide à extraire dans une cartouche de papier épais. Le contact entre le solvant et le produit à extraire dure pendant l'accumulation de solvant dans le réservoir, puis quand le solvant atteint un certain niveau, il amorce le siphon et retourne dans le ballon en entraînant la substance dissoute. Ce cycle peut être répété plusieurs fois, selon la facilité avec laquelle le produit diffuse dans le solvant.



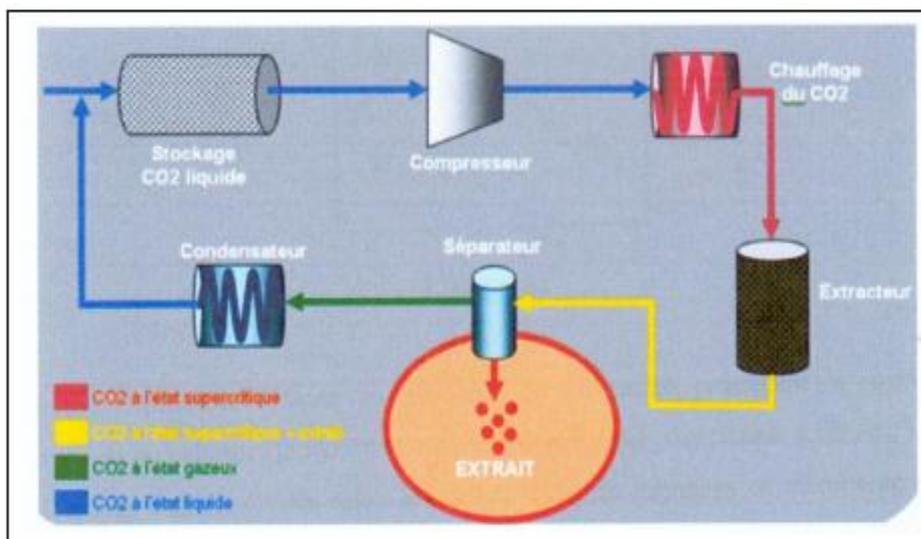
**Figure 6 :** Représentation schématique d'un extracteur de Soxlet

- **Macération:**

Elle consiste à mettre une plante ou partie de plante, dans de l'eau froide (macération aqueuse) ou une huile végétale (macération huileuse), pendant plusieurs heures, voire plusieurs jours, pour permettre aux constituants actifs de bien diffuser. Elle convient pour l'extraction de plantes contenant du mucilage, comme les graines de lin ou les graines du plantain dessabés, leur forte concentration en amidon ou pectine peut causer une gélatinisation s'ils se préparent dans de l'eau bouillante. Également utilisée pour empêcher l'extraction de constituants indésirables qui se dissolvent dans l'eau chaude (**Kraft et Hobbs, 2004**). Elle concerne aussi les plantes dont les substances actives risquent de disparaître ou de se dégrader sous l'effet de la chaleur par ébullition (**Baba-Aïssa, 2000**).

### 1-8-5 Extraction par fluides supercritique

Extraction par fluides supercritiques a pris ces dernières années, beaucoup d'essor concernant l'extraction des extrais végétaux. Le principal avantage de cette technique est celui de combiner les caractéristiques des gaz et des liquides pendant le processus d'extraction (**figure7**). En outre tous les processus de dégradation possibles tels que l'oxydation ou isomérisation sont réduits au minimum du fait que le temps d'extraction y'est réduit. Toutefois, cette technique d'extraction présente un inconvénient la basse polarité du dioxyde de carbone supercritique qui le solvant d'extraction le plus employé. Au-delà du point critique ( $P=73,8$  bars,  $T^{\circ}=31,1^{\circ}\text{C}$ ), le  $\text{CO}_2$  possède les propriétés intermédiaires entre celles des liquides et celles des gaz, ce qui lui confère un bon pouvoir d'extraction (**Piochon, 2008**).



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

## **1-9 Méthodes d'identification chimique des huiles essentielles**

La détermination de la composition chimique es H.Es est une étape importante malgré le développement des méthodes de séparation et d'identification. Elle demeure une opération délicate nécessitant la mise en œuvre de diverses techniques.

### **1-9-1 La chromatographie en phase gazeuse (CPG)**

La CPG est une méthode d'analyse par séparation qui s'applique aux composés gazeux ou susceptibles d'être vaporisés par chauffage sans décomposition. Les progrès technologiques réalisés dans le domaine des colonnes capillaires, des phases stationnaires et des détecteurs ont contribué à rendre la CPG incontournable pour la caractérisation es H. Es.

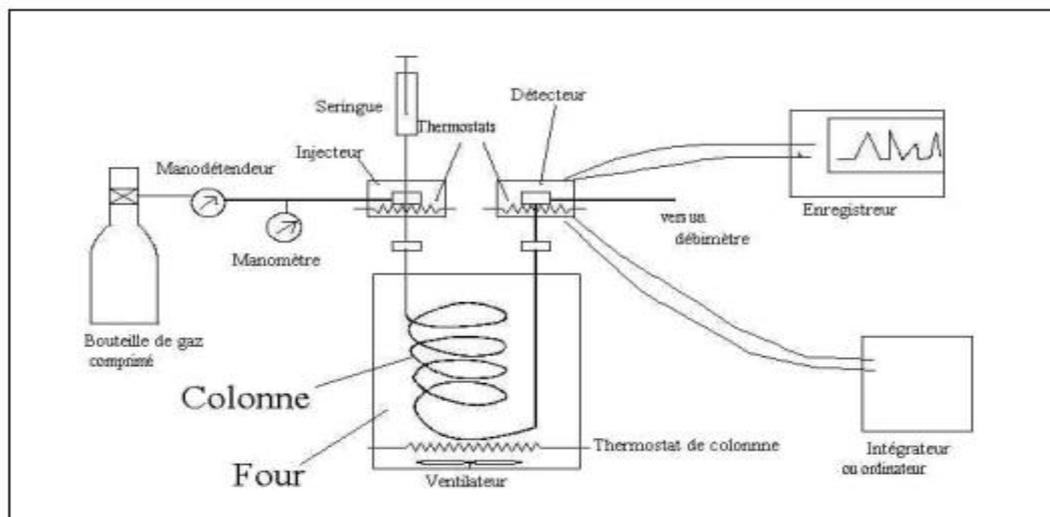
Le chromatographe en phase gazeuse est constitué de trois modules: un injecteur, une colonne capillaire dans le four et un détecteur (**figure:8**). Le mode d'injection le plus répandu est l'injection en "split" ou injection avec "division de flux", il est utilisé pour l'analyse de solution concentrée. L'injection se fait à haute température. L'échantillon est rapidement introduit dans l'injection ou il est instantanément vaporisé et mélangé au gaz vecteur (hélium, azote, argon, ou hydrogène). Une électrovanne permet de régler le débit de fuite. Ce procédé permet de faire en sorte qu'une fraction importante du flux gazeux soit évacuée, diminuant ainsi la quantité d'échantillon qui pénètre dans la colonne et évitant de saturer la phase stationnaire (**Bouchonnet&Libong, 2002**).

Le four contient l'élément clé de la séparation chromatographique la colonne analytique. Cette colonne peut être e deux types: colonne remplie ou colonne capillaire. Dans le cas des H.Es, les colonnes capillaires semblent plus adaptées; elles sont en métal, en verre ou plus souvent en silice fondue. Les substances de l'échantillon traversent la totalité de la colonne ou est placée la phase stationnaire.

Les constituants d'un mélange sont séparés en fonction de leur polarité si la phase stationnaire est polaire, de leur volatilité si cette dernière est apolaire. Leurs différences de propriétés physicochimiques leur confèrent des vitesses d'élution et ils sont donc séparés en fonction du temps. Ils arrivent à l'extrémité e la colonne, ils sont alors détectés et enregistrés. La chromatographie en phase gazeuse permet onc e séparer un mélange gazeux complexe par succession continue d'équilibre entre phase mobile gazeuse et phase stationnaire (**Besombres, 2008**).

Le développement des phases stationnaires et de la CPG multidimensionnelle a permis e surmonter certaines difficultés rencontrées dans la séparation et l'identification des composés dans les H.Es. Ainsi, l CPG bidimensionnelles (CPG\CPG), mettant en ligne deux colonnes capillaire, permet la séparation, l'identification et la quantification de composés minoritaires pouvant coéluer

avec les composés plus abondants. L'échantillon est injecté dans la première colonne, puis les composés qui coulent sont transférés dans une deuxième colonne pour être séparés (Paolini, 2005).



**Figure 8:** schéma du principe de la chromatographie en phase gazeuse (Besombes, 2008).

## 1-10 Activité antioxydante

### 1-10-1 Définition

L'antioxydant est une substance capable de neutraliser ou de réduire les dommages causés par l'oxygène ou les radicaux libres dans l'organisme. Dans les végétaux, les principaux antioxydants sont les vitamines C et E, les caroténoïdes et le sélénium. Ces antioxydants sont définis aussi comme des agents redox qui réagissent avec les oxydants afin de stopper ou ralentir le processus d'oxydation, et ainsi ajust l'équilibre redox cellulaire. En plus de leur utilisation en thérapeutique, ils sont utilisés dans différentes industries telles que les industries agro-alimentaires. Ainsi, l'antioxydant constitue un additif alimentaire pouvant protéger les denrées alimentaires des altérations provoquées par l'oxydation par l'oxygène moléculaire, telles que le rancissement des matières grasses. Plusieurs types d'antioxydants existent tels que les antioxydants moléculaires, les antioxydants exogènes, les antioxydants phénoliques naturels dans les PAM (A. Marrouf, G. Tremblin, 2009).

### 1-10-2 Mécanisme d'action

D'une manière générale, un antioxydant peut empêcher l'oxydation d'un autre substrat en s'oxydant lui-même plus rapidement que celui-ci. Un tel effet résulte d'une structure de donneurs d'atome d'hydrogène ou d'électrons souvent aromatiques cas de dérivés du phénol.

En plus leurs radicaux intermédiaires sont relativement stables du fait de la délocalisation par résonance et par manque de positions appropriées pour être attaqué par l'oxygène moléculaire.

Les antioxydants sont en fait des agents de prévention, ils bloquent l'initiation 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. D'autres en interrompant la réaction en chaîne de peroxydation, en réagissant rapidement avec un radical d'acide gras avant que celui-ci ne puissent réagir avec un nouvel acide gras. Tandis que d'autres antioxydants absorbent l'énergie excédentaire de l'oxygène singulet pour la transformer en chaleur. (Z.Hellal 2011)

### **1-10-3 Radicaux libres**

#### **1-10-3-1 Définition**

Un radical est une molécule ou un fragment moléculaire qui contient un électron (ou plus) non apparié. De par sa structure particulière, il a tendance à attirer les électrons d'autres atomes et molécules pour gagner sa stabilité. Plusieurs éléments peuvent être à l'origine de radicaux libres. Les sources des radicaux libres sont nombreuses. (K. Bouhadjra 2011)

#### **1-10-3-2 Origine des radicaux libres :**

Ils sont produits par divers mécanismes physiologiques (**Figure 9**) afin de détruire des bactéries au sein des cellules phagocytaires (macrophages, polynucléaires) ou pour réguler des fonctions cellulaires létales telle la mort cellulaire programmée ou apoptose. Toutefois, au contact entre l'oxygène et certaines protéines du système de la respiration, une production d'anions superoxydes se produit lors du fonctionnement de la chaîne respiratoire mitochondriale.

Des sources importantes de radicaux libres sont les mécanismes de cycles redox que produit dans l'organisme l'oxydation de molécules comme les quinones. Ce cycle redox a lieu soit spontanément, soit surtout lors de l'oxydation de ces composés au niveau du cytochrome. Les rayonnements UV sont capables de générer des radicaux libres et les particules inhalées (amiante, silice) sont aussi des sources de radicaux libres.

L'ingestion d'alcool est suivie de la formation de radicaux libres selon divers mécanismes, également des antibiotiques, des anticancéreux L'infection au VIH a pour effet d'accroître la production de radicaux libres dans l'organisme. (Z.Mohammed, 2005).

### 1-10-3-3 Nature des radicaux libres

#### 1-10-3-3 -1 Espèces réactives dérivées de l'oxygène (ERO) :

L'oxygène doit sa grande réactivité à sa structure particulière. En effet, il possède deux électrons célibataires non appariés sur sa couche orbitale externe. Cette molécule est essentielle au bon Fonctionnement de l'organisme. (Z.Mohammedi, 2005).

- **Ion superoxyde :  $O_2^-$**

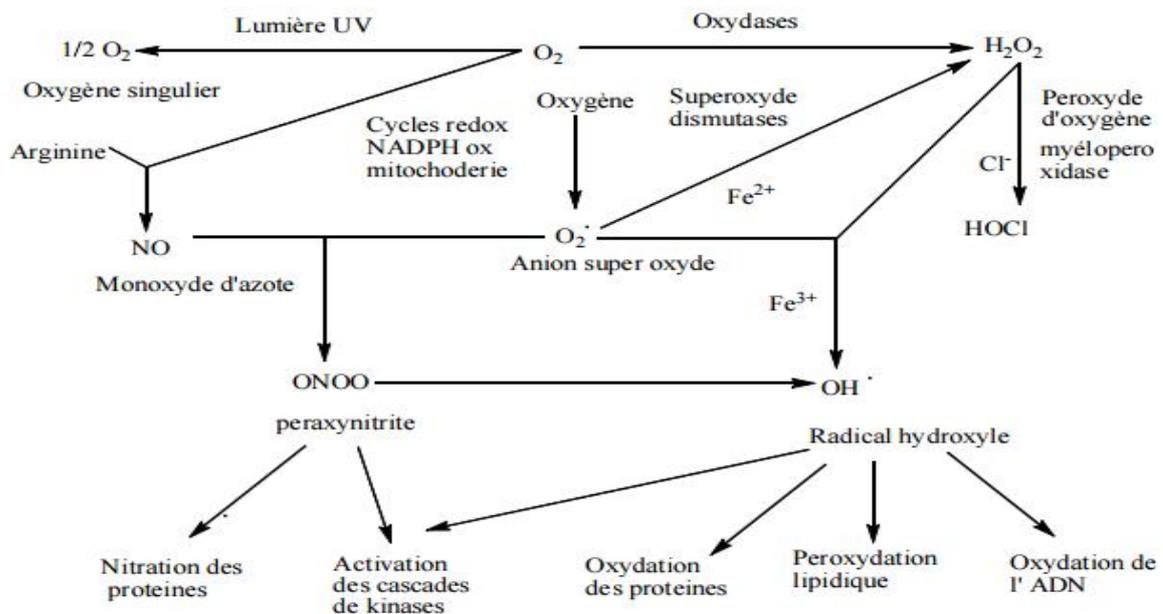
L'ion super oxyde  $O_2^-$  est un dérivé très réactif de l'oxygène, relativement stable, il n'est pas très toxique pour l'organisme, mais il est à l'origine de cascades de réactions conduisant à la production de molécules très nocives. (K. Bouhadjra, 2011)

- **Radical libre hydroxyle : (OH.)**

Le radical libre hydroxyle (OH.) est très réactif. Il peut réagir avec de nombreuses molécules comme l'ADN, les glucides, les nucléotides, les protéines et être à l'origine de lésions de nécrose. C'est un dérivé de l'ion super oxyde.( K. Bouhadjra 2011)

- **Oxygène singulet:  $^1O_2$**

Lorsque de l'énergie est apportée à l'oxygène, celui-ci passe à l'état singulet qui représente la forme activée. C'est une forme très énergétique de grande réactivité qui peut oxyder de nombreuses molécules. Il est formé à partir de l'ion superoxyde selon la réaction suivant



**Figure 9:** Origine des différents radicaux libres oxygénés et espèces réactives de l'oxygène impliqué en biologie (Z.Mohammedi 2005)

### 1-10-3-3 -2 Espèces libres non oxygénées :

Les espèces libres non oxygénées sont les produits des réactions de certaines molécules avec les espèces réactives dérivées de l'oxygène. Ils peuvent à leur tour réagir avec d'autres molécules et être à l'origine de la multiplication des réactions d'oxydation et de la propagation de dommages oxydatifs.

### 1-10-3 Méthodes de détermination de l'activité antioxydante

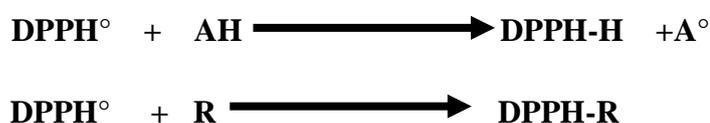
Il existe une grande diversité de méthodes physico-chimiques pour évaluer l'activité antioxydante des huiles essentielles et des extraits naturels. Plusieurs méthodes s'intéressent à l'analyse des étapes distinctes du processus d'oxydation comme par exemple la mesure de :

- a) affaiblissement du substrat, et/ou la consommation de l'oxygène au cours de l'oxydation;
- b) la formation des produits d'oxydation ;
- c) la capacité à piéger les radicaux libres en différentes phases.

- **Teste DPPH (1,1-Diphényl-2-picrylhydrazyl)**

La capacité antioxydante peut être aussi mesurée en utilisant des radicaux libres plus stables. Le radical 1,1-Diphényl-2-picrylhydrazyl (DPPH) est un radical libre très stable à l'état cristallin et en solution, de coloration violette. Pour cette méthode, on considère que l'activité antioxydante n'est autre que la capacité des antioxydants d'agir comme piégeur des radicaux libres. Ils agissent en transférant un atome d'hydrogène ce qui conduit à la disparition du DPPH au cours de la réaction et à un changement de coloration dans la solution initiale.

L'avancement de la réaction est suivi par spectrophotométrie à 517 nm.



Plus un composé a la facilité de céder son atome d'hydrogène, plus celui-ci est jugé efficace comme antioxydant. Le pourcentage du DPPH restant est proportionnel à la concentration de l'antioxydant. La concentration du composé phénolique nécessaire pour atteindre une disparition de 50 % du DPPH à l'équilibre est connue comme la IC50.

### 1-11 Toxicité des H.Es

Les huiles essentielles 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 huiles essentielles doivent être utilisées avec une extrême

prudence, du fait qu'elles peuvent présenter de très graves dangers lors d'une utilisation aléatoire autonome (**Benzeggouta,2005**).

Les effets toxiques d'une huile essentielle varient considérablement selon sa nature (**Traoré, 2006**). Certaines huiles essentielles se révèlent cytotoxiques. Les huiles essentielles 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 DL50 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 DL50 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 huiles essentielles du basilic, de l'estragon et de l'hysope (1.5 ml/kg). Tandis que la toxicité chronique est assez mal connue (**Bruneton, 1999; Benzeggouta, 2005**)

## **1-12 Différentes utilisations des huiles essentielles**

Outre l'emploi strictement médicale des huiles essentielles, celle-ci sont utilisées dans de nombreux domaines tels que la parfumerie, les cosmétologies, l'agroalimentaire et l'industrie chimique. Deux industries se partagent ce marché mondial florissant; il s'agit de l'industrie agroalimentaire et la parfumerie. Les huiles essentielles interviennent dans la fabrication:

- des produits alimentaires : jus de fruits, crème glacées, bombons, etc.,
- de tabac pour cigarettes,
- des produits d'hygiène et de beauté,
- des colles et vernis dans l'industrie chimique.

Les huiles essentielles sont utilisées également pour leurs différentes propriétés et effets thérapeutiques divers (**Anton et al, 2006**), tels que les effets anti-infectieux.

Permis ces molécules antibactériennes les plus puissantes, nous pouvons citer: le cavacol, le thymol et l'eugénol, le géraniol, le linalool, térpineol menthol, etc.

Cette activité antivirale se retrouve surtout dans les huiles essentielles contenant des cétones, des monoterpènes ou certains aldéhydes; des effets calmants et antispasmodiques; les aldéhydes (citral de la verveine,...), les esters (salicylate de méthyle,...); des effets antiparasitaires; surtout les

phénols ; des effets anti-inflammatoires; selon le type de douleurs, on peut utiliser les esters, des alcools (menthol) ou des aldéhydes (cuminal).

Les huiles essentielles possèdent aussi des propriétés antioxydants expectorantes, diurétique, antifongiques. **(KoshKomba, 2004).**

Les huiles essentielles sont e même utilisées pour traiter des aphtes, gingivites et maux de gorge en faisant les gargarismes et les bains de bouche. Le massage aux huiles essentielles constitue un traitement curatif puissant, stimulant et relaxant. Les huiles essentielles sont insecticides et insectifuges. **(Oussalah, 2007).**

## 2 - *Cinnamomum cassia*

### 2-1 Généralités

Le genre *Cinnamomum* appartient à la famille des **Lauraceae**, comprenant plus de 250 espèces et se trouve distribué dans les régions tropicales et subtropicales d'Amérique centrale, Amérique, Asie, Océanie et d'Australasie (**Dhanushka et al. 2014**) De toutes les épices, la cannelle est la plus ancienne. Connue depuis l'Antiquité, où elle était utilisée par les Égyptiens pour embaumer leurs défunts, elle fut ensuite introduite au moyen âge en Europe par les croisés (**Millet, 2013**).

**Tableau 02:** Situation botanique de l'espèce étudiée (**Goetz et Ghedira, 2012**).

<b>Règne</b>	<b>Plantae</b>
<b>Sous-règne</b>	Tracheobionta
<b>Embranchement</b>	Magnoliophyta
<b>Sous-embranchement</b>	Magnoliophytina
<b>Classe</b>	Magnoliopsida
<b>Sous-classe</b>	Magnoliidae
<b>Ordre</b>	Lurales
<b>Famille</b>	Lauraceae
<b>Genre</b>	<i>Cinnamomum</i>
<b>Espèce</b>	<i>Cinnamomum cassia</i>

### 2-2 Description de la plante :

Le cannelier est un petit arbre toujours vert, aux feuilles ovales, coriaces, luisantes (**Figure 10**) caractérisées par trois nervures et leur odeur aromatique qui se dégage dès qu'on les froisse. Il en existe plusieurs variétés, dont les plus réputées sont celle de Chine et de Ceylan. La récolte de l'écorce a lieu tous les deux ans. Des incisions circulaires puis longitudinales sont pratiquées afin de détacher l'écorce en rubans (**Figure 11**). L'écorce est ainsi raclée puis séchée au soleil. Elle se roule en tuyaux de couleur fauve ou brun pale, d'une épaisseur de 3 à 4 mm, devient cassante et dégage

une puissante fragrance aromatique. Le nom de la cannelle vient du grec « cinnamome » et du latin « cannula » qui veut dire tuyaux (Fabrice, 2009).



**Figure 10:** Les écorces de cannelle

(Maheshwari et al., 2013)



**Figure11:** Le cannellier

(Maheshwari et al., 2013)

## 2-3 Compositions chimiques de l'huile essentielle de la cannelle

La cannelle de Chine "*Cinnamomum cassia*" présente un taux d'huile essentielle qui varie de 0.9% à 7% dont les principaux constituants l'aldéhyde cinnamique (65% à 95%) acétate de cinnamyl, acide cinnamique, benzaldéhyde, les coumarines, l'eugénol et la méthyl amine qui caractérise son odeur spécifique. L'huile essentielle est de couleur brun Rougeâtre qui peut devenir plus foncée par le temps. Elle possède une forte odeur poivrée, caractéristique. Sa saveur est épicée, brûlante, puis anesthésiante (Susheela, 2007 ; Bardeau,2009).

Les espèces appartenant au genre « *Cinnamomum* » sont riches en calcium, potassium, magnésium, en fer et en vitamine C (Susheela, 2007).

## 2-4 Principes actifs de la cannelle:

### 2-4-1 L'aldéhyde cinnamique:

La cannelle est très riche en ce composé phénolique volatil à pouvoir antioxydant, avec une quantité pouvant dépasser 17 g par 100 g de matière sèche et environ 42.37% de son HE (Shan et al. 2005 ; Chou et al. 2013).

Il a été démontré que l'aldéhyde cinnamique a la capacité de diminuer l'activité de la 5-lipoxygénase, une enzyme associée à l'apparition de réactions inflammatoires ou allergiques (comme l'asthme, la rhinite Allergique, le psoriasis) (Prasad et al. 2004). Ce composé ferait également partie des produits procurant à la cannelle des propriétés antimicrobiennes (Lai et Roy, 2004).

Cet extrait peut également réduire le taux sanguin du glucose et des lipides chez des rats rendus diabétiques. Il augmente le taux d'insuline circulant et il restaure l'activité des enzymes plasmatiques, incluant l'aspartate amino transférase, l'alanine Amin transférase, le lactate déshydrogénase, la phosphatase alcaline et la phosphatase acide (**Subash, 2007**).

Cependant il peut être pro oxydant de part de sa capacité à augmenter les concentrations en substances Réactives à l'acide Thio barbiturique, marqueurs de peroxydation lipidique (**Gowder et Devaraj, 2006**)

#### **2-4-2 L'acide cinnamique :**

L'acide cinnamique et ses dérivés possèdent une variété de propriétés pharmacologiques comprenant une activité antioxydant, hypoglycémiant (**Benaraba, 2007**), hypocholestérolémiant, hypotriglycéridémiant (**Lee et al. 2001**).

#### **2-4-3 Le 2-Alkoxydihydrocinnamate :**

Ce composé fonctionne comme un agoniste du PPAR (peroxysome proliferator-activated receptor), il entraîne une réduction des concentrations sanguines en glucose ainsi qu'en triglycérides (**Martin et al. 2005**).

#### **2-4-4 Le naphthalèneméthyl ester :**

C'est un dérivé d'acide di hydroxy hydro cinnamique, il augmente considérablement le transport du glucose en activant la translocation du GLUT-4 avec la capacité de réguler la glycémie (**Kim et al. 2006**).

#### **2-4-5 L'acide P-méthoxycinnamique:**

Avec un taux de 43 .07% dans l'HE de la cannelle (**Chou et al. 2013**), Ce composé Entraîne une diminution de la concentration du glucose sanguin et normalise au niveau hépatique l'activité de la glucose-6-phosphatase, de l'hexokinase, de la glucokinase, de la phosphofructokinase, du glycogène et du glucose-6-phosphate (**Adisakwattana et al. 2005**)

**Tableau 03** : La composition chimique de l'HE de *Cinnamomum cassia* (Chou et al. 2013).

COMPOSANTS	FORMULE CHIMIQUE	POURCENTAGE
Benzaldéhyde	C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O	0,42
2, 2, 4,6,6-Pentamethylheptane	C <sub>12</sub> H <sub>26</sub>	0,21
2, 5,9-Trimethyldecane	C <sub>13</sub> H <sub>28</sub>	0,49
2,5-Dimethylundecane	C <sub>13</sub> H <sub>28</sub>	0,33
Phenylethylalcohol	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O	0,29
Cinnamaldehyde	C <sub>9</sub> H <sub>8</sub> O	42,37
3,4Dimethoxyphenethylalcohol	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O <sub>3</sub>	0,79
GermacreneD	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0,32
<i>cis</i> -2-Methoxycinnamicacid	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O <sub>3</sub>	43,06
Cinnamylacetate	C <sub>11</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>	1,83
Coumarin	C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	1,25
<i>o</i> -Methoxycinnamaldehyde	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	5,11
<i>trans</i> -Caryophyllene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0,43
1,2-Dimethoxy-4-(3-methoxy-1-propenyl)Benzène	C <sub>12</sub> H <sub>16</sub> O <sub>3</sub>	2,05
2-Ethyl-5-propylphenol	C <sub>11</sub> H <sub>16</sub> O	0,21
β-Phenethylcinnamate	C <sub>17</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>	0,16

## 2-6 Les propriétés antioxydantes

Plusieurs études ont mis en œuvre le pouvoir antioxydant de la cannelle en ciblant le rat Wistar comme model d'étude. De ce fait, une diminution du taux des radicaux libres marqueurs du stress oxydatif ainsi qu'une augmentation significative du taux d'enzymes antioxydants ont été élucidé (**Dhuley 1999**). Le domaine de la santé n'est pas le seul dans lequel la cannelle peut être utilisée. Elle peut faire partie de soins corporels ou entrer dans la composition de bains ou de parfums (**Werner, 2000**).

## **2-7 Pharmacologie de la Plante**

La cannelle est connue comme remède traditionnel de la dyspepsie y compris flatulence, spasmes gastro-intestinaux, perte d'appétit et diarrhée, pour le traitement d'inflammation, de rhumatisme, de froids, des nausées et vomissements et des troubles menstruels. Elle est connue pour son usage antidiabétique en médecine traditionnelle algérienne, en Palestine (**Ali-Shtayeh Etal. 2012**) et ailleurs. Cependant, la cannelle est déconseillée pour les femmes enceintes (car les fortes doses peuvent induire l'avortement), les gens ayant une allergie à la cannelle ou des ulcères d'estomac et du duodénum (**Van Wyk et Wink, 2004**). Les études scientifiques modernes confirment les usages traditionnels de la cannelle et ses principes actifs et ajoutent d'autres propriétés pharmacologiques: les extraits aqueux et hydro-alcooliques présentent un effet antidépresseur (**Emamghoreishi et Ghasemi, 2011**); antiasthmatique par diminution de l'inflammation pulmonaire et /ou la réaction allergique (**Kandhare et al., 2013**); antifongique, antibactérien et antioxydant (**Senhaji et al , 2005 ;Shan et al .,2005 ;Singh et al, 2007**).

effet antiparasitaire sur les poux humains et leurs oeufs (lentes) (**Yang et al., 2005**) ; antiviral (**Zhuang et al., 2009**); cytotoxique sur des cellules cancéreuses humaines et provoque l'arrêt de la croissance de cellules leucémiques (**Unlu et al., 2010; Sudan et al., 2013; Schoene et al., 2009**); protection des dommages oxydatifs et inflammatoires induits par les radiations gamma (**Azab et al., 2011**); protecteur gastrique antiulcéreux (**Rafatullah et al., 2011**); analgésique (**Arzi et al., 2011**); anti-arthrite et anti-inflammatoire sans effet ulcérogène (**Vetal et al., 2013**); le cinnamaldéhyde est un antidiabétique potentiel par voie orale en agissant comme hypoglycémiant et hypolipidémiant (**SubashBabu et al., 2007**); l'extrait aqueux agit aussi comme antidiabétique (**Abd El. Rahman et al., 2010**). En usage vétérinaire l'huile essentielle est considéré comme un antibactérien contre certains germes responsables de la mastite (mammite) qui est l'inflammation des glandes mammaires (**Fratiniet al., 2014**). L'huile extraite par CO<sub>2</sub> supercritique prévient le brunissement enzymatique et par conséquent c'est un bon conservateur des aliments (**Marongiu et al. 2007**). De plus l'huile possède un effet herbicide et protecteur des cultures contre les insectes et les champignons (**Tworkoski, 2002; Dayan et al., 2009**) et un effet insecticide sur les charançons nuisibles des graines en stocks (**Viteri Jumbo et al., 2014**).

### 3 – *Syzygium aromaticum*

#### 3-1 Généralités

Son origine se situe dans la partie Sud des Philippines et des îles Moluques. Aujourd’hui, cet arbre est cultivé à basse altitude dans de nombreux pays tropicaux où il est maintenu à l’état arbustif pour faciliter la récolte. La drogue provient de Madagascar, d’Indonésie, de Malaisie, d’îles d’Afrique de l’Est (Zanzibar, Pemba), de Ceylan et d’Amérique du Sud. *Syzygium aromaticum* requiert les expositions suivantes : mi- ombre, lumière, soleil. Cet arbre pousse dans des terres profondes, fraîches, riches mais bien drainées, généralement situées sur les versants humides à l’est des îles exposées aux alizés. Peu de sensibilité aux attaques et maladies, peut-être grâce à ses propriétés aromatiques et antiseptiques

**Tableau 04** : Classification botanique giroflier (Gloanec et al. 2010).

Règne	<i>Plantae</i>
Sous-règne	<i>Tracheobionta</i>
Embranchement	<i>Magnoliophyta (= Phanérogames)</i>
Classe	<i>Magnoliopsida (= Dicotylédones)</i>
Sous-classe	<i>rosidae</i>
Ordre	<i>myrtales</i>
Famille	<i>Myrtaceae</i>
Genre	<i>Syzygium</i>
Espèce	<i>S. aromaticum(L.) Merrill&amp; Perry</i>

#### 3-2 Description

C’est un grand arbre originaire des îles des Moluques, élancé, d’une hauteur moyenne de 10 à 12 m, qui peut atteindre jusqu’à 20 m de haut, à port pyramidal et au tronc gris clair ridé. Ses feuilles, de 8 à 10 cm de long, sont coriaces, persistantes, opposées, pétiolées, ovales, aux limbes lancéolés, à la face supérieure vert rougeâtre et à la face inférieure vert sombre, légèrement ponctuée. Elles sont aromatiques et dégagent une forte odeur de clou de girofle au froissement.

L'inflorescence comprend de petites cymes (4–5 cm) compactes et ramifiées, regroupées en panicules de trois à cinq petites fleurs parfumées, au calice tubulaire blanc cassé, puis rouge (quatre sépales rouges charnus et persistants) et à la corolle blanc rosé (quatre dialypétales blancs) (**Ghedira et al., 2010**)

L'arbre donne en Janvier/Février des boutons floraux, ou clous de girofle, pourpres cramoisis, groupés en cimes terminales. Ils sont cueillis en Juillet avant l'épanouissement de la corolle, quand ils commencent à prendre une teinte rosée, puis de nouvelles inflorescences apparaissent dès le mois d'Août et seront récoltées vers le début de l'année suivante. Les clous de girofle sont mis ensuite à sécher sur des claies au soleil ou à feu doux, pendant trois jours, avant de procéder à l'égriffage pour éliminer les pédicelles ou griffes. Au cours du séchage, clous et griffes perdent entre 67 et 72 % d'eau (**Richard, 1974; Richard et Loo, 1992**). (Comme le nom de clou l'indique, le bouton floral comporte une partie quadrangulaire, l'hypanthe, longue de 10 à 12 mm pour un diamètre de 2 à 3 mm et une tête globuleuse d'un diamètre de 4 à 6 mm, entourée par les quatre lobes divergents des sépales et constituée des quatre pétales imbriqués qui enferment de très nombreuses étamines recourbées (Figure. La poudre des clous de girofle peut être caractérisée par des fragments de parenchyme renfermant de grandes poches sécrétrices, de nombreux grains de pollen triangulaires à 3 pores dans les angles (**Bruneton, 1999**).



**Figure 12:** (de gauche à droite) partie aérienne du giroflier, clou de girofle épanoui, clous séchés.

(**Kim et al., 1998**)

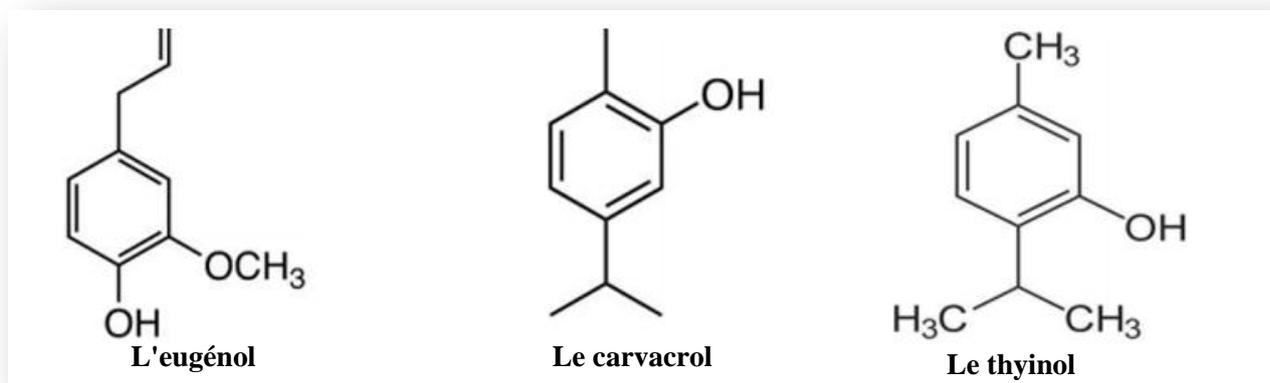
### **3-3 Compositions chimiques de l'huile essentielle du clou de girofle**

L'huile essentielle de *S. aromaticum* est composée de beaucoup de composés différents, avec les ingrédients primaires qui sont : eugénol (49–87 %),  $\beta$ -caryophyllène (4 – 21 %) et l'acétate d'eugényle (0.5–21 %). D'infimes quantités de  $\alpha$ -humulène sont également présentes, ainsi que des

traces (< 1 %) de 25 à 35 autres constituants. **Figure (13)** montre la structure chimique des principaux composants de l'HE de clou de girofle. Le tableau 02 résume les principaux constituants chimiques.

**Tableau 05 :** Composition chimique des HE de clou de girofle de *S. aromaticum* extraite par hydrodistillation (**Baseri et al. 2008**).

Constituants	Pourcentages
Eugénol	70–90%
Eugénol Acétate	10–15%
β Caryophyllène	12%
Caryophyllénoxyde	12%

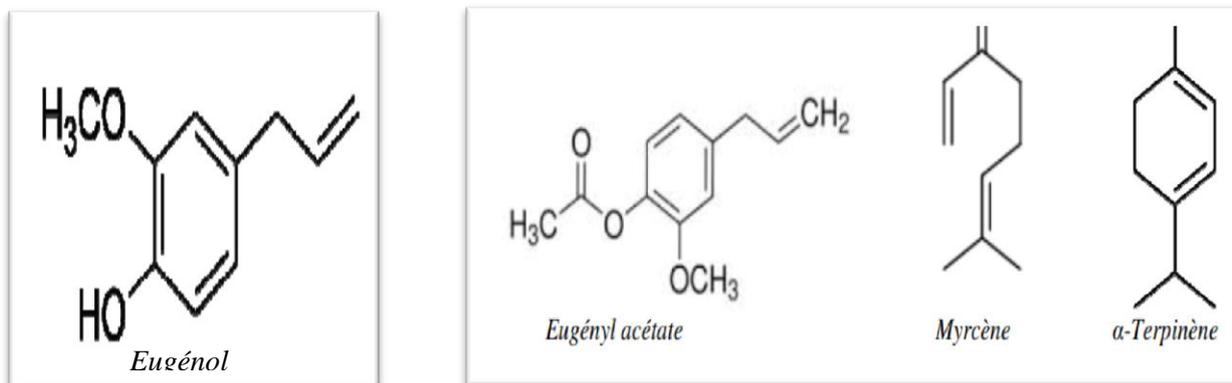


**Figure 13:** les constituants majeurs de l'huile essentielle du clou. (**Benzeggouta, 2005**)

### 3.4 Principes actifs de clou de girofle

Les clous de girofle renferment des hétérosides de chromons, glucosides des stérols (sitostérol, stigmastérol et campe stérol), acide oléanolique, camphérol, 6 % protéines, 20 % lipides, 61 % carbohydrates, vitamines et entre 15 à 18% d'huile volatile, les tiges entre 4 à 6% et les feuilles ont un rendement de 2 à 3 % (**Leung, 1980; Bruneton, 1999**). L'huile essentielle contient, selon une étude récente, 28 composés avec l'eugénol comme composé majoritaire à 80.95%, eugényl acétate 5.01%, β-caryophyllène 3.14%, Myrcène 1.84%, α-

terpinène 1.65%, comme principaux constituants (Fayemiwo et al., 2014).



**Figure 14 :** Quelques constituants de l'huile essentielle de clous de girofle

Le clou de girofle contiennent aussi des molécules phénoliques comme: l'acidegallique, flavonolsglucosidiques, tannins, eugénin, dehydrodieugénol, O,O'-diméthyle de hydrodieugenol(Kurokawa et al., 1998; Shan et al., 2005; Pisano et al.,2007).

### 3.5 Les propriétés antioxydantes

Les clous de girofle possèdent de nombreuses propriétés bienfaitantes pour l'organisme. En étudiant séparément les plantes composant le mélange du 5 épices chinois. Certains chercheurs ont constaté que le clou de girofle possédait un fort pouvoir antioxydant (BI et al., 2015).

Il pourrait être utilisé pour prévenir et / ou réduire les maladies chroniques comme les maladies cardio-vasculaires, les cancers et le diabète. En médecine tibétaine, dans le texte des Quatre Tantras Médicaux, le clou de girofle fait partie du remède des six substances dont la consommation permet de faire un « Chudlen » (sorte d'élixir de longue vie). Le mélange se compose des produits suivants dans des proportions identiques : noix de muscade, sève de bambou, safran, cardamome verte, cardamome noire et des clous de girofle. Il est consommé le matin à jeun, à raison d'une pincée dans de l'eau chaude, une semaine par mois ou même à long terme pendant un à six mois.

### 3.6 Pharmacologie de la Plante

Traditionnellement, les clous de girofle étaient utilisés pour le traitement des maux de dents, de la bouche, de la gorge, de l'inflammation de la muqueuse buccale et de la mauvaise haleine. En usage externe contre le rhumatisme, les myalgies (douleurs musculaires), la sciatique et anesthésiant local dans les soins des plaies. Par voie orale, les clous de girofle sont utilisés dans le traitement des troubles digestifs: ballonnement épigastrique, lenteur à la digestion, éructations et flatulences (Van Wyk et Wink, 2004; Ghedira et al. 2010)

Dans les études scientifiques modernes les clous de girofle extraits avec différentes méthodes sont étudiés pour leurs vertus médicinales: l'extrait supercritique possède un effet antioxydant puissant en le comparant aux antioxydants de synthèse mais un effet antibactérien modéré (**Ivanovic et al., 2013**); l'extrait obtenu par ultrasons possède un effet antioxydant important et une grande quantité de composés phénoliques par rapport à l'extraction hydroéthanolique classique (**Alexandru et al., 2013**); l'huile essentielle obtenue par hydrodistillation classique et les polyphénols présentent un bon effet antioxydant par rapport aux témoins (**Gülçin et al., 2012; Liu et al., 2008**); l'extrait aqueux possède un effet antibactérien important en le comparant avec celui de cannelle (**Al-dhaher, 2008**); effet antibactérien puissant mais inférieur à celui de la cannelle en phase vapeur (**Kloucek et al., 2012**); antifongique (**Guynot et al., 2005**); anti-aspergillose et anti-dermatophytose par l'inhibition de la kératinase et de l'élastase des champignons (**Khan et Ahmad, 2011**); effet larvicide de l'huile sur les moustiques *Aedes aegypti* et *Culex quinquefasciatus*, vecteurs principaux de la dengue, de la fièvre jaune, fièvre du Nil (virus du Nil occidental) et le paludisme aviaire (**Fayemiwo et al., 2014**); effet hypoglycémiant de l'huile avec réduction des dommages du cristallin, du muscle cardiaque et du foie (**Shukri et al., 2010**); l'infusion administrée par voie orale inhibe significativement la progression du cancer de poumon chez l'animal (**Banerjee et al., 2006**). L'eugénol est antiviral anti-herpès (**Khan et al., 2005**); anti-inflammatoire, analgésique, antioxydant et anticancéreux (**Kamatou et al., 2012**).

En agriculture, l'huile essentielle possède un effet herbicide et protecteur des cultures contre les insectes et les champignons (**Tworokski, 2002; Dayan et al., 2009**), effet insecticide sur les charançons nuisibles des graines en stocks (**Viteri Jumbo et al., 2014**).

***Matériel  
& méthodes***

## 1-objectif :

Notre travail consiste à étudier l'aspect chimique et antioxydant de certaines huiles essentielles et d'extraits de deux plantes médicinales et aromatiques à savoir la cannelle «*Cinnamomum cassia*» et le clou de girofle «*Syzygium aromaticum*».

## 2-Matière végétale

Les plantes utilisées dans ce travail se trouvent sur le marché tout au long de l'année, pour leur importance majeure et leur usage quotidien dans la cuisine Algérienne ou en médecine traditionnelle. Elles se trouvent sous forme séchée, tuyaux de la cannelle «*cinnamum cassia*», bouton floraux des clous de girofle «*Syzygium aromaticum* ».

**Tableau 06:** Origine et caractéristiques de la matière de la matière végétale utilisée.

	Cannelle	Clou de girofle
Lieu d'achat	magasin d'épices Dar aachab (saida)	magasin d'épices Dar aachab (saida)
La date de l'achat	28-01-2016	28-01-2016
État	Sec	Sec
Masse traité	1 Kg	1 Kg
Stockage	Bocal hermétiquement fermé et conservé dans l'obscurité	Bocal hermétiquement fermé et conservé dans l'obscurité

Les plantes sont broyées à l'aide d'un broyeur électrique (à usage domestique) jusqu'à obtenir une poudre fine et homogène et conservée aussitôt dans un bocal hermétique en verre afin de garder sa qualité initiale (**Figure 15 et 16**)



**Figure15:** clous de girofle intact. (B): le broyat de clou de girofle



**Figure 16 :**(A): cannelle intact. (B): le broyat de cannelle

### **3- Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation :**

L'extraction des huiles essentielles des clous de girofles et des cannelles a été réalisée par hydrodistillation classique au niveau du laboratoire de biologie- université de Saida ; qui consiste immerger directement le broyat de la plante (50g) dans un ballon de 1 litre rempli d'eau distillée (500 ml), l'ensemble est porté à ébullition pendant 3h , Les vapeurs chargées de substances volatiles traversent la partie réfrigérée par l'eau froide (photo 01) se condensent puis elles sont récupérées dans une ampoule à décanter (photo 02), l'eau et l'huile essentielle se séparent par différence de densité. (Wenqiang et al., 2007)



**Photo 01:** Montage de l'hydrodistillation



**Photo 02:** Ampoule à décanter

L'huile essentielle (HE) extraite est conservée à une température voisine de  $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  dans des tubes en verre opaques fermés, loin de la lumière et les éventuelles variations de température qui sont les principales causes de dégradation des HE. La quantité d'HE obtenue est pesée pour le calcul du rendement.

### 3-1 Calcul du rendement

Le rendement en huile essentielle est le rapport entre la masse de l'huile extraite et la masse de la plante à traiter. Le rendement exprimé en pourcentage est calculé par la formule suivante:

$$\text{RHE (\%)} = \text{M}'/\text{M} \times 100$$

**RHE (%)**: Rendement de l'huile en pourcentage.

**M'**: masse de l'huile essentielle obtenue en gramme.

**M**: masse de la plante utilisée en gramme.

### 4-L'extraction par Soxhlet

#### 4-1 Mode Opératoire:

L'extraction est effectuée en utilisant 2 solvants organiques (éther de pétrole, dichlorométhane) la durée de l'extraction est (A partir de 2 heures jusqu'à 6 heures) et a été réalisée avec trois cycles (1,2 et 3) par un appareil de type Soxhlet (**Mustafa and Hilal, 2004**)

**Tableau 07** : Protocol de soxhlet

	<i>Syzygium aromaticum</i>	<i>Cinnamomum cassia</i>
Masse traité	25g	25g
solvant	Dichlorométhane	éther de pétrole
Nombre de cycles	3cycles	3cycles
Température°C	40	60
La durée	2 à 6 heures	2 à 6 heures



**Photo 03**: Montage de Soxlet

La séparation du solvant de l'extrait est faite à l'aide de l'appareil appelé Rotavapor (**la photo 04**). Dans cet appareil on réalise une évaporation sous vide en utilisant une pompe à vide avec une vanne de contrôle. Pendant l'évaporation le ballon est mis en rotation et plongé dans un bain liquide chauffé. L'appareil est muni d'un réfrigérant avec un ballon-collecteur de condensat. La rotation du ballon crée une surface d'échange plus grande et renouvelée permettant donc d'effectuer une évaporation rapide.



**Photo 04:** évaporateur rotatif

#### **4-1 Calcul le rendement de l'extrait**

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

$$\text{MG (\%)} = \frac{\text{P1} - \text{P2}}{\text{ME}} \times 100$$

**P2** : poids du ballon vide.

**P1** : poids du ballon après évaporation.

**ME** : masse de la prise d'essai. **MG** : taux de la matière grasse.

**100**: pour le pourcentage

## 5- Screening phytochimique

Le screening phytochimique met en évidence la présence des familles de molécules actives, c'est une étude qualitative utilisée pour connaître la composition chimique globale des extraits (El-Olemy et al., 1994; Dohou et al., 2003; Senhajiet al., 2005; Kumar et al., 2010)

### 5- 1 préparation des extraits aqueux

Une quantité de matière végétale (10 g) de matière broyée est placée dans 100 ml de l'eau distillé et porté à ébullition avec agitation pendant 35 min, la solution obtenue est filtrée après refroidissement



**Photo 05:** Préparation des extraits aqueux

### 5-2 Différentes classes recherchées (Molécules bioactives)

- **Les tannins**

Le test a été réalisé suivant le protocole décrit par. La mise en évidence des tannins au niveau de la cannelle se fait par la réaction de 10 ml de l'extrait éthanolique (70%) avec le chlorure de fer (FeCl<sub>3</sub>) 1% (prise la quantité de ce réactif). L'apparition d'une couleur bleu indique la présence des tannins (Aiyegoro et Okoh, 2010).

- **Les flavonoïdes**

Cette technique consiste à préparer 2 solutions :

La solution A : 5ml de l'extrait éthanolique.

La solution B : 5 ml d'éthanol + 5ml de KOH (50%). L'apparition d'une couleur jaune après avoir mélangé les deux solutions est un indice de la présence des flavonoïdes (Rammal et al., 2012).

- **Les anthocyanes**

Un volume de 2ml d'infusé aqueux est additionné à 2ml de HCl 2N. L'apparition d'une coloration rose-rouge qui vire au bleu-violacé par addition d'ammoniac indique la présence d'anthocyanes (**Debray et al. 1971 ; Paris et al. 1969**).

- **Les coumarines**

Une mesure de 5 ml du filtrat a été versé dans un tube à essai l'ouverture de ce tube a été recouverte par un papier filtre imbibé de NaOH. Après 10 mn d'incubation dans le bain marie, le papier filtre a été exposé à une la lumière UV qui a montré la présence d'une couleur verte et jaune ce qui confirme la présence des coumarines (**Rammal et al., 2012**).

- **Les alcaloïdes**

Nous avons procédé à une macération de 24 heures de 2grammes de poudre végétale mélangés à 50ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dilué au demi et à de l'eau distillée. Nous avons filtré le mélange et rincé à l'eau de manière à obtenir 50ml de filtrat. Ensuite nous avons pris deux tubes à essai dans lesquels nous avons introduit 1ml du macéra. Nous avons ajouté dans le tube n° 1, 5 gouttes de réactif de Mayer et dans le tube n° 2, 5 gouttes de réactif de Wagner. La présence d'une turbidité ou d'un précipité, après 15 minutes indique la présence d'alcaloïdes (**Paris et al. 1969**).

- **Triterpènes**

Un mélange de 1ml d'anhydrous acétique et 2ml d'acide sulfurique a été additionné à 1ml du filtrat. L'apparition d'une couleur marron rougeâtre indique la présence des terpénoides (**Aiyegoro et Okoh, 2010**).

- **Les composés réducteurs**

Leur détection consiste à traiter 1 ml de l'extrait éthanolique avec de l'eau distillée et 20 gouttes de la liqueur de Fehling puis chauffer. Un test positif est révélé par la formation d'un Précipité rouge brique (**Trease et Evans, 1987**).

- **L'amidon**

On Chauffe 5 ml de l'extrait aqueux avec 10 ml d'une solution de NaOH saturée dans un bain marie jusqu'à l'ébullition. Ajouter ensuite le réactif d'amidon. Un test positif est révélé par l'apparition d'une coloration bleue-violacé (**Bruneton, 1999**).

## 6- Evaluation de l'activité antioxydante

L'activité antioxydante a été évaluée par la mesure du pouvoir de piégeage du radical DPPH.

Le test consiste à mettre le radical DPPH de couleur violette, en présence des molécules dites antioxydantes afin de mesurer leurs capacités à le réduire le diphénylpicryl -hydrazine de couleur jaune. Pour la mesure de l'activité, nous avons solubilisé le DPPH dans le méthanol absolu pour avoir une solution de DPPH (solution violette) et une prise d'essai de 1 ml d'extrait à différentes concentrations est mise en présence de 250 µl d'une solution de DPPH  $\cdot$ , Le mélange est placé pendant 30 mn à l'obscurité pour réagir et l'absorbance est mesurée à 517 nm en utilisant un spectrophotomètre contre un témoin négatif (sans extrait). (Bouguerra, 2011 ; Attou, 2011 ; Laib, 2012).

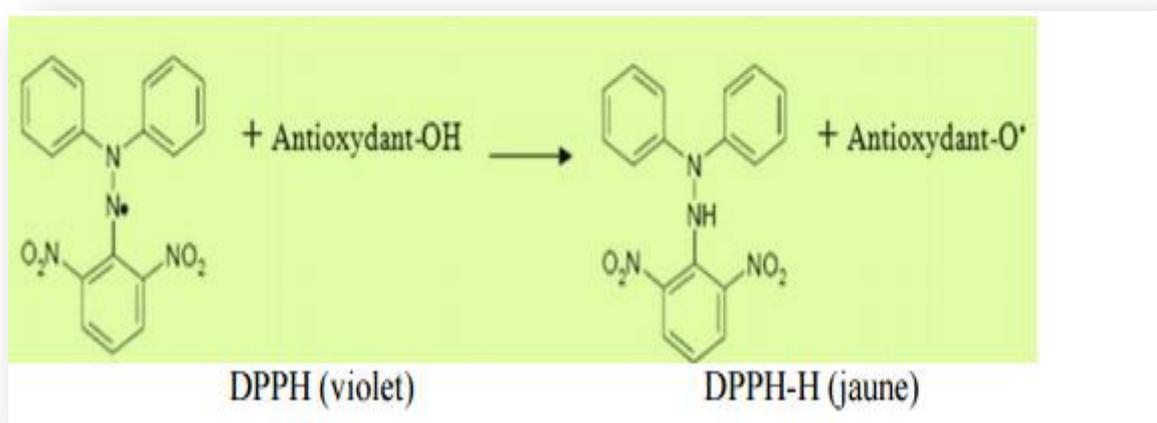


Figure 16 : Principe du piégeage du DPPH (Attou, 2011).

### 6-1 Paramètres de calcul de l'activité antioxydante :

#### 6-1-1 Pourcentage d'inhibition:

Pourcentage d'inhibition du DPPH (I%) est calculé de la manière suivante (Laib, 2011 ; Bouguerra, 2011)

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

I% : Pourcentage d'inhibition.

À blanc : Absorbance du blanc (DPPH dans méthanol),

A échantillon : Absorbance du composé d'essai.

La valeur de la concentration inhibitrice CI50 représente la dose de l'huile essentielle qui neutralise 50% des radicaux de DPPH. La CI50 utilisée comme une estimation de l'activité

antioxydante par DPPH a été estimée par extrapolation en traçant la courbe des pourcentages d'inhibition (I %) en fonction des concentrations (C).

## **7- Détermination de la composition chimique de l'huile essentielle et d'extrait par CPG:**

L'analyse qualitative et quantitative de l'huile essentielle et d'extrait de *Syzygium aromaticum et cinnamomum cassia* a été réalisée, au laboratoire d'analyse de la qualité d'Oran, par chromatographie en phase gazeuse type VARIAN CHROMPACK - CP 3900 par injection de 0,2 µl d'extrait. Le gaz vecteur utilisé est l'hélium (He) d'un débit de 0,3 ml/min. La colonne utilisée est une colonne capillaire de type VF5 (nature phase stationnaire : 5% phénylpolysinoxane et 95% de méthyle), de 30 m de longueur et de 0,25 mm de diamètre intérieur. L'épaisseur de la phase stationnaire est de 0,25 µm; la programmation de la température de la colonne initiale d'injection est de 70°C pendant 2,50 min, puis s'élève par palier de 15°C/min à 255°C pendant 20 min ; le détecteur utilisé pour cette analyse est de type spectrométrie de masse (Saturne 20200) avec une température de 250°C. L'appareil est piloté par un ordinateur menu d'un logiciel approprié pour ce genre d'analyse et d'une banque de données NIST qui permet l'identification des composés.

# *Résultats & interprétation*

## 1- *Cinnamomum cassia*

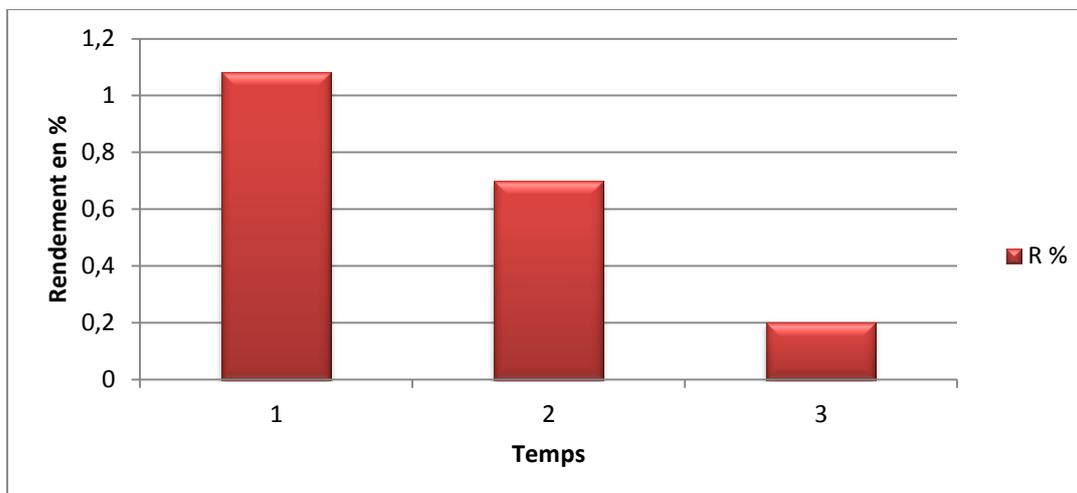
### 1 -1 Le rendement d'huile essentielle

L'huile essentielle a été extraite par hydrodistillation à partir du broya de *Cinnamomum cassia*, cependant le rendement en HE a été calculé par le rapport a la masse d'HE obtenue sur la masse de la matière végétale sèche.



**Photo 06:** l'HE de *Cinnamomum cassia* obtenu par hydrodistillation

Les résultats relatif au rendement montrent une augmentation remarquable de ce dernier (1,08%) a la 1<sup>er</sup> heure par rapport à celui de la 2<sup>eme</sup> heure et 3<sup>eme</sup> heure (0,7% et 0,2%) respectivement (Figure 16).



**Figure 16:** Rendement d'HE de *cinnamomum cassia* obtenu par hydrodistillation

### 1-2 Le rendement d'extrait:

L'extraction par soxlet en utilisant l'éther de pétrol à permis d'obtenir un rendement assez important pour le 3<sup>ème</sup> cycle (3,12%) en le comparant avec celui du 2<sup>ème</sup> et 1<sup>er</sup> cycle (1,25% et 0,9%) respectivement.

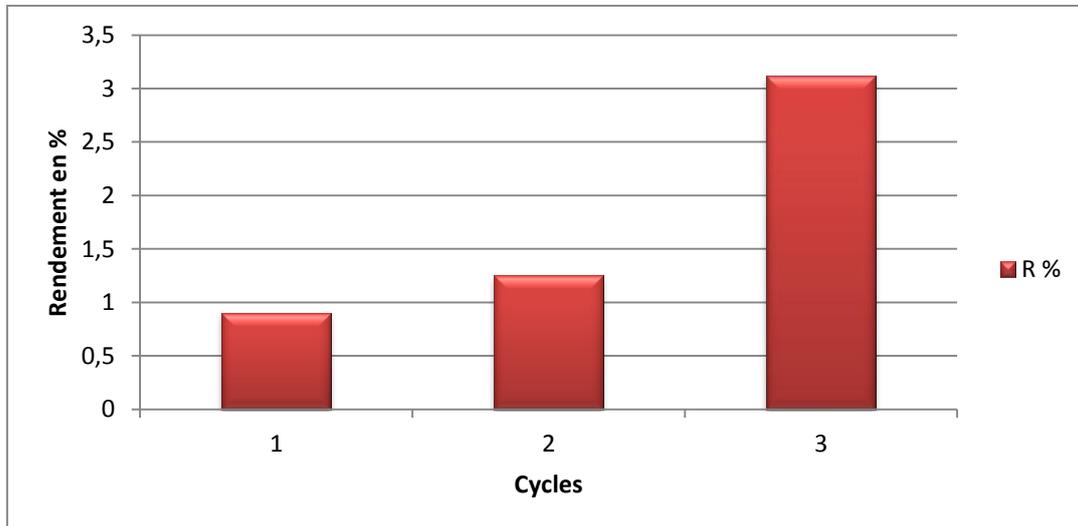


Figure 17 : Rendement d'extrait de *Cinnamomum cassia*.

### 1-3 Pourcentage des rendements des huiles essentielles et d'extraits via hydrodistillation et soxhlet

En comparant entre le rendement obtenu par l'hydrodistillation et celui de l'extraction par soxlet, nous avons remarqué que cette technique d'extraction (Soxlet) confère un rendement plus important (4,27%) par rapport à celui de l'hydrodistillation (1,98%) (Figure 18).

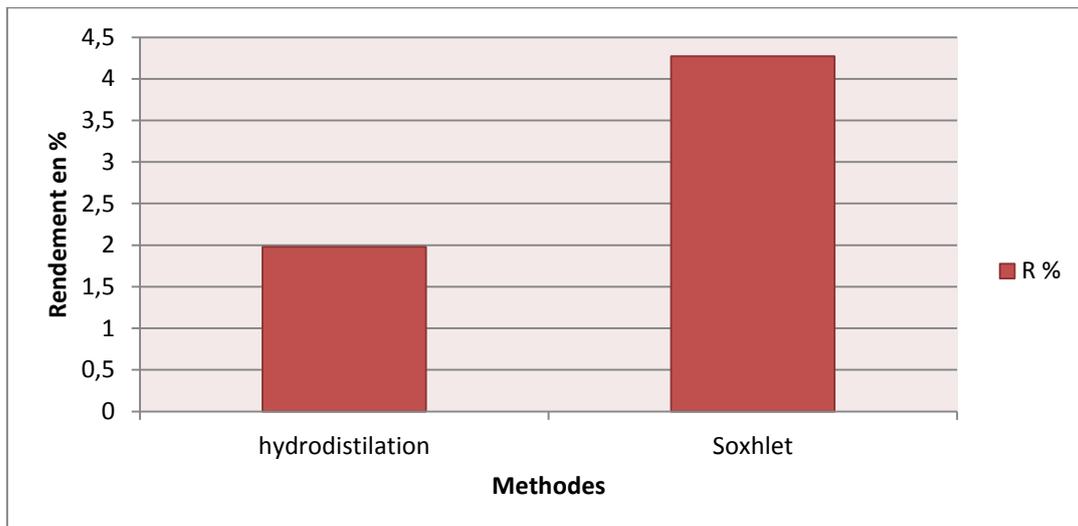


Figure 18 : Le rendement en pourcentage d'huile essentielle de *cinnamomum cassia* via différents les procédés d'extraction.

## 1- 4 Screening phytochimique

L'étude phytochimique de *cinnamomum cassia* à permis de déceler la présence des composants suivant selant le tableau 08:

**Tableau 08:** Les composants actifs révélés par le screening phytochimique de *Cinnamomum cassia*

Composant	Révélation
Les tannins	+ gallique
Les flavonoides	++
Les anthocryanes	++
Les coumarines	+
Les alcaloides	+R.Wagner -R.mayer
Stérols	+ triterpéniques
Composés réducteurs	+++
Amidon	+++

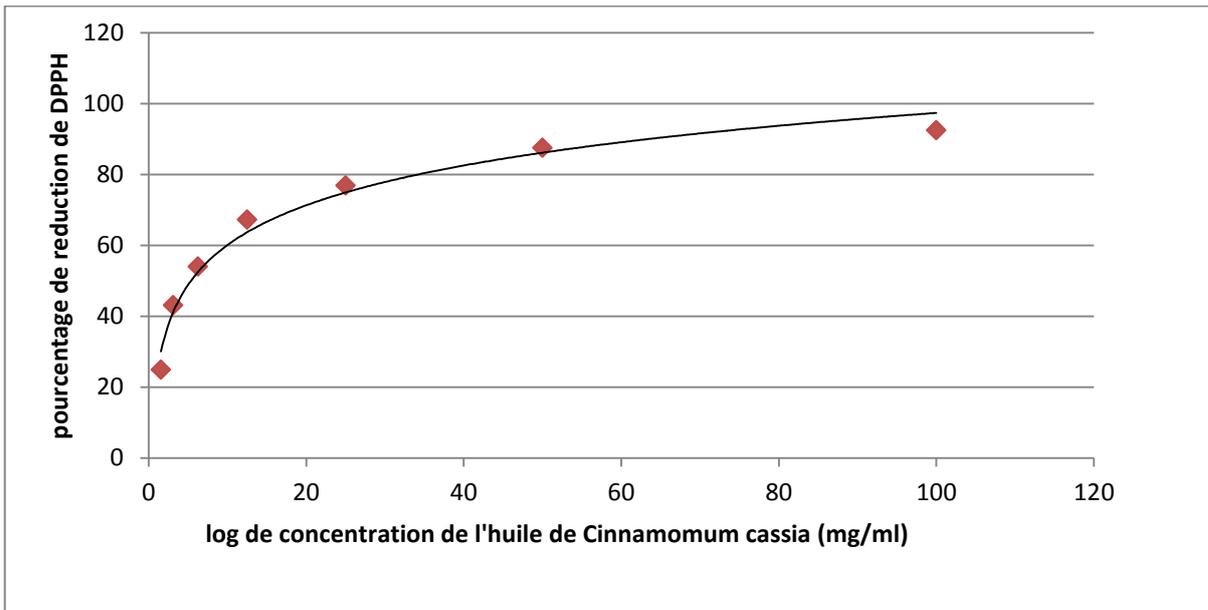
Réactif de wagner

Réactif de Mayer

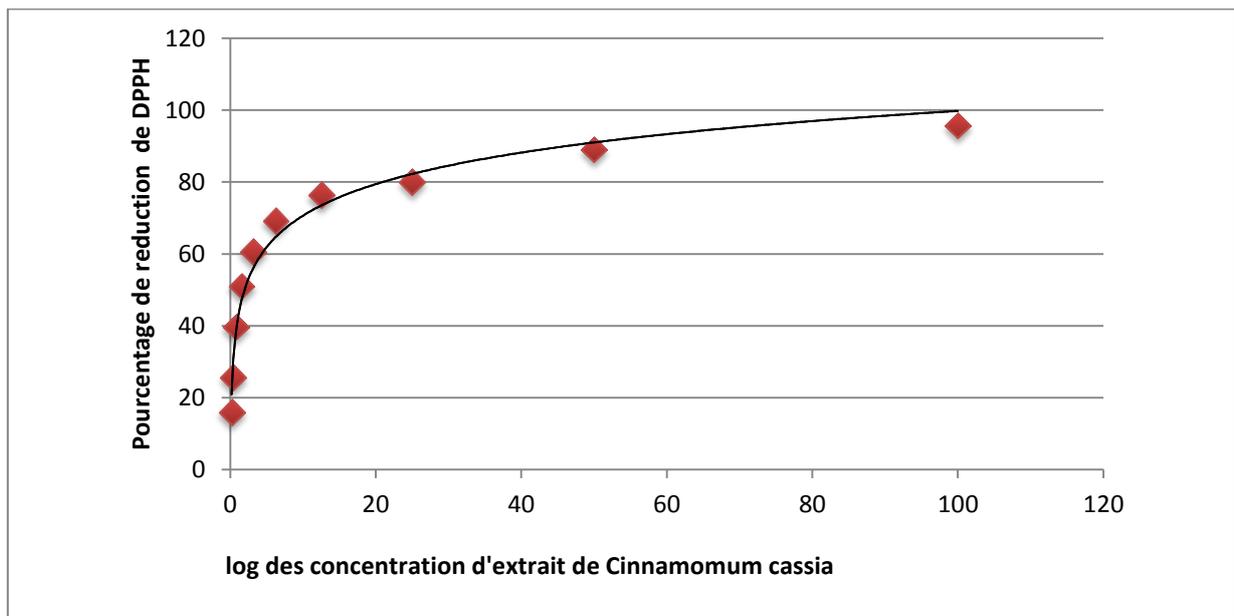
+ Présence

## 1- 5 L'activité antioxydante d'HE et d'extrait de *cinnamomum cassia*:

A travers les données enregistrées pour l'activité antioxydante de huile essentielle et l'extrait de *cinnmorum cassia* nous avons remarqué que IC50% (5,35mg/ml) est plus élevé par rapport à celui de l'extrait de l'éther de pétrol (1,95mg/ml), ce qui reflex une activité antioxydante importante par rapport à celle de l' huile essentielle (Figure 19-20).



**Figure 19:** Représentation graphique logarithmique des pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des différentes concentrations utilisées pour huile essentielle de *Cinnamomum cassia*.



**Figure 20:** Représentation graphique logarithmique des pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des différentes concentrations utilisées pour l'extrait de *Cinnamomum cassia*.

### 1.6 Principaux composés de huile essentielle et d'extrait de *cinnamomum cassia* détectés par CPG:

L'analyse des HEs de *cinnamomum cassia* par chromatographie en phase gazeuse a permis d'identifier 14 des composés. Les principaux composés de cette huile sont: E-cinnamaldéhyde (66,54%) Linalol (3,707%) et Z-cinnamaldéhyde (3,22%).

**Tableau 09** : Concentration en % et temps de rétention des différents composés obtenus par analyse chromatographique en phase gazeuse de l'huile essentielle de *cinnamomum cassia*

Compound	Time Retention (min)	Concentration (%)
<i><math>\alpha</math>-pinene</i>	10.70 min	0.395
<i><math>\beta</math>-pinene</i>	10.80 min	0.109
<i><math>\beta</math>-Phellandrene</i>	6.121 min	1.19
<i><math>\alpha</math>-Phellandrene</i>	7.29 min	0.080
<b>Camphene</b>	12.55 min	0.184
<b>Limonene</b>	9.81 min	1.189
<i><math>\gamma</math>-terpinene</i>	10.10 min	0.291
<b>Chavical</b>	21.77 min	0.30
<b>Linalol</b>	15.10 min	3.707
<b>p-cymene</b>	06.68 min	1.71
<b>Terpiène-4-ol</b>	16.70 min	0.37
<b>E-cinnamaldehyde</b>	22.26 min	66.54
<b>Eugenol</b>	24.01 min	0.48
<b>Z-cinnamaldehyde</b>	22.60 min	3.22

Par conte cette technique à montre la présence de 24 composés pour l'extrait de *cinnamomum cassia*, les composants majeurs qui existent dans ce extrait sont : l' E- Cinnamaldehyde 65,91 % et  $\beta$  - pinène 15,38 %.

**Tableau 10:** Concentration en % et temps de rétention des différents composés obtenus par analyse chromatographique en phase gazeuse de l'extrait de *cinnamomum cassia*

Composés Identification	Temps de Rétention	%
$\alpha$ - pinène	10,400	0,09
Camphène	12,100	0,10
Hexanal	13,500	0,03
$\beta$ - pinène *	15,000	15,38
Limonène	21,400	0,04
1,8 Cineole	21,800	0,07
2- Hexène	22,100	0,01
P-cymène	24,300	0,02
$\alpha$ - Capaène	38,500	0,33
Benzaldéhyde	41,900	0,75
$\alpha$ - Transbergamatène	44,600	0,03
$\beta$ - Cubebène	46,100	0,01
$\beta$ - Caryophyllène	47,400	0,10
p- Méthoxystyrene	50,100	0,06
$\alpha$ -Humulène	51,800	0,03
Bornéol	53,000	0,12
$\beta$ -Curcumène	54,700	0,01
g- Cadinène	57,100	0,11
Z- Cinnamaldehyde	61,300	0,21
E- Cinnamaldehyde *	72,500	65,91
Acetatecinnamyle	74,100	2,01
Trans-o-methoxy-cinnamaldéhyde	90,700	5,01
CoumarinèMw 146	93,500	0,07
Benzoate de Benzyl	99,900	0,21

## 2- *Syzygium aromaticum*

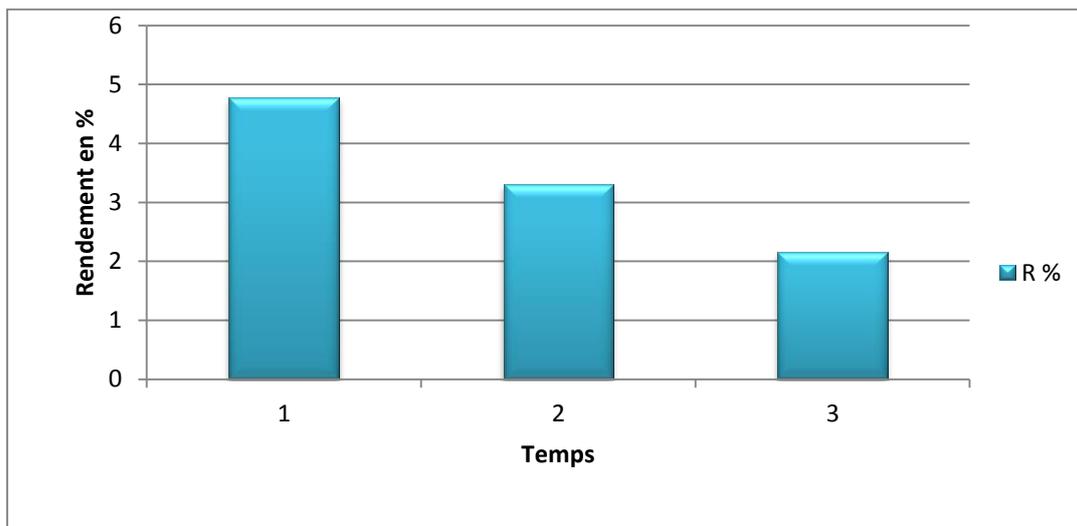
### 2.1 Le rendement d'huile essentielle:

L'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* a été extraite par l'hydrodistillation à partir de la matière sèche broyée.



**Photo 07:** l'huile essentielle de *syzygium aromaticum* obtenu par hydrodistillation.

Les résultats relatifs au rendement montrent une valeur supérieure à l'augmentation de ce dernier (7,78%) en 1<sup>er</sup> heure par rapport à celle de la 2<sup>ème</sup> heure et 3<sup>ème</sup> heure (3,30% et 2,16%) respectivement (Figure 23).



**Figure 23:** Rendement d'extraction des huiles essentielles de *Syzygium aromaticum* par hydrodistillation.

## 2-2 Le rendement d'extrait:

L'extraction par soxlet en utilisant Dichlorométhane à permis d'obtenir un rendement assez important pour le 3<sup>ème</sup> cycle (6,97%) en le comparant avec celui du 2<sup>ème</sup> et 1<sup>er</sup> cycle (5,12% et 3,24%) respectivement (Figure 23).

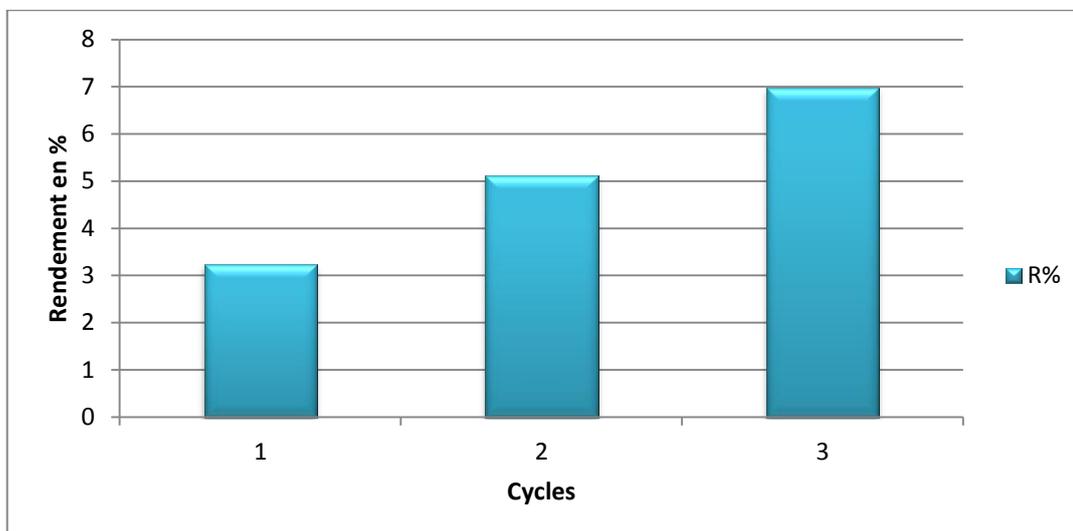


Figure 24: le rendement d'extrait de *syzygium aromaticum* obtenu par soxlet

## 2-3 Pourcentage Rendement de *syzygium aromaticum* Huile Essentielle via Hydrodistillation et Extraction Soxlet

En comparant entre le rendement obtenu par l'hydrodistillation et celui de l'extraction par soxlet, nous avons remarqué que cette technique d'extraction (Soxlet) donne un rendement plus important (15,33%) par rapport à celui de l'hydrodistillation (10,24 %) (Figure 25).

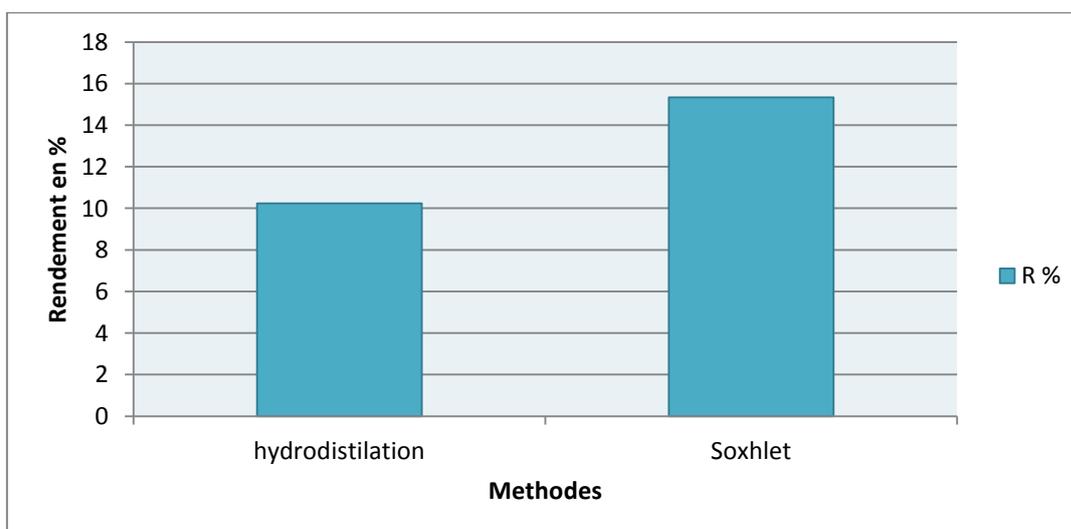


Figure 25: Rendement de huile essentielle et d'extrait *Syzygium aromaticum* obtenus par l'hydrodistillation et soxlet

## 2.4 Screening phytochimique:

L'étude phytochimique de *Syzygium aromaticum* a permis de déceler la présence ou l'absence des composants suivant selon le tableau 09:

**Tableau 09:** Les composants actifs révélés par le screening phytochimique de *Syzygium aromaticum*

Composé	Révolution
<b>Les tannins</b>	++ gallique
<b>Les flavonoïdes</b>	+
<b>Les anthocyanes</b>	++
<b>Les coumarines</b>	-
<b>Les alcaloïdes</b>	+R.wagner +R.mayer
<b>Stérols</b>	+++ hétérosides stéroïdiques
<b>Composés réducteur</b>	+++
<b>Amidon</b>	+

Réactif de wagner

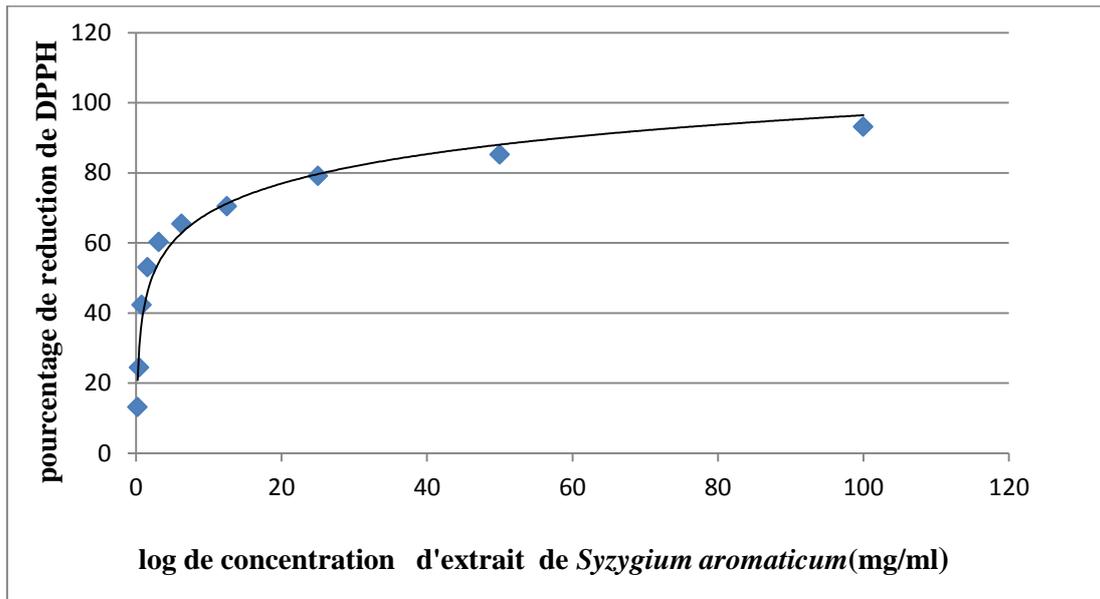
Réactif de Mayer

+ Présence

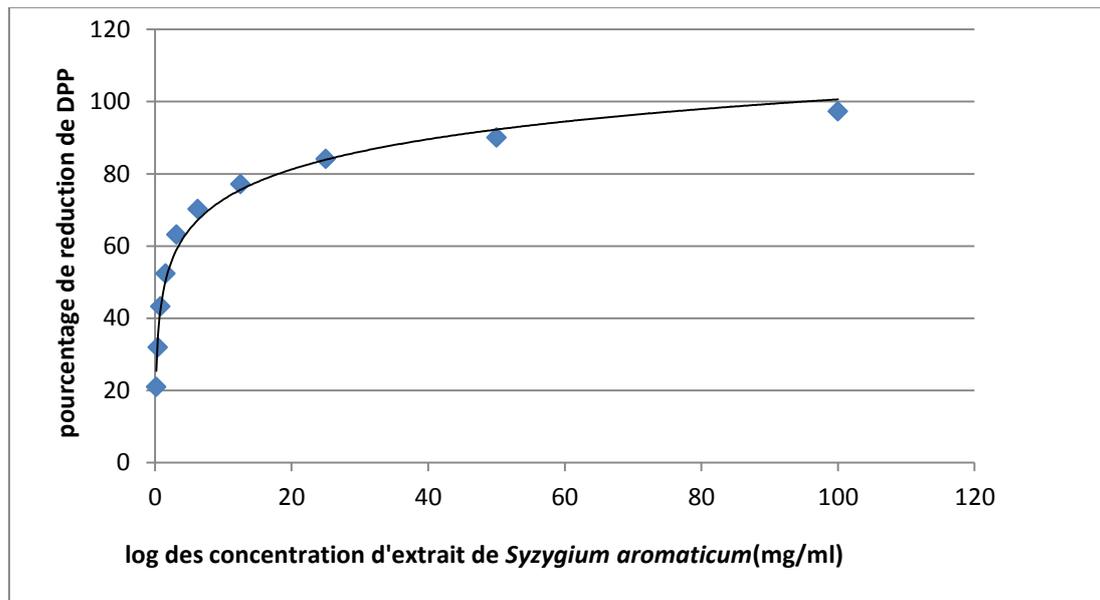
- Absence

## 2.5 L'activité antioxydante sur les huiles essentielles et l'extrait de *syzygium aromaticum*

Les résultats relatifs au teste de l'activité antioxydante pour huile essentielle de *Syzygium aromaticum* révèlent une valeur de concentration correspondent à IC50% de l'ordre de 1,50 mg/ml. En revanche, ce même test nous a permis obtenu une concentration d'extrait correspondant au IC50% qui est de l'ordre 2,16 mg/ml. La comparaison de deux valeurs permis de dévoiler une activité antioxydante supérieure pour huile essentielle par rapport à l'extrait. (Figure 26 et 27)



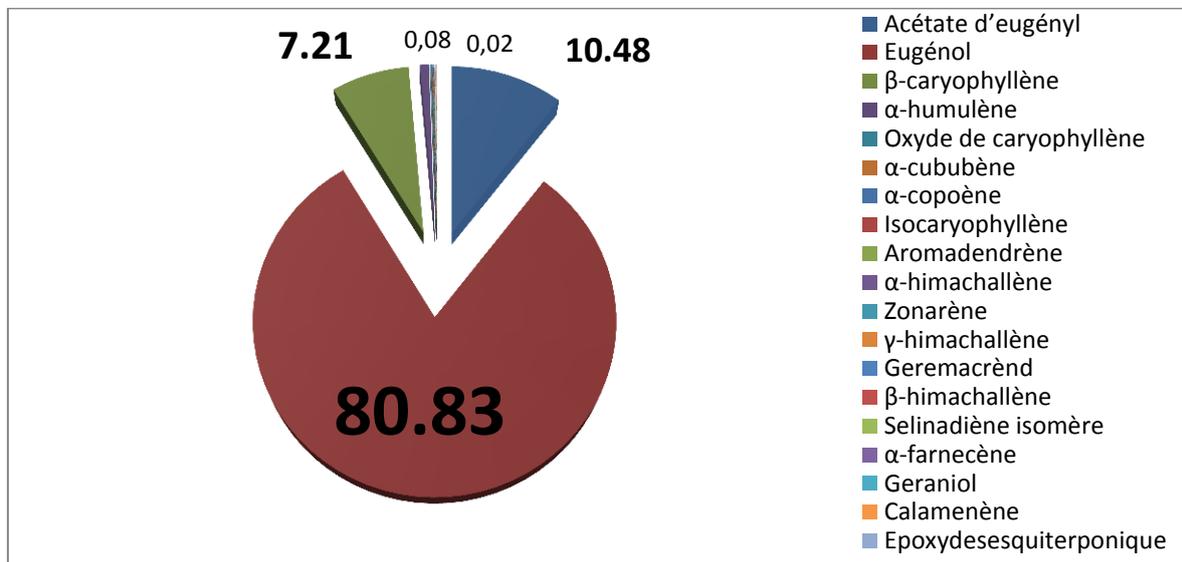
**Figure 26:** Représentation graphique logarithmique des pourcentages d’inhibition du radical libre DPPH en fonction des différents concentrations utilisé pour l’huile essentielle de *Syzygium aromaticum*



**Figure 27:** Représentation graphique logarithmique des pourcentages d’inhibition du radical libre DPPH en fonction des différents concentrations utilisé pour l’extrait de la *Syzygium aromaticum*

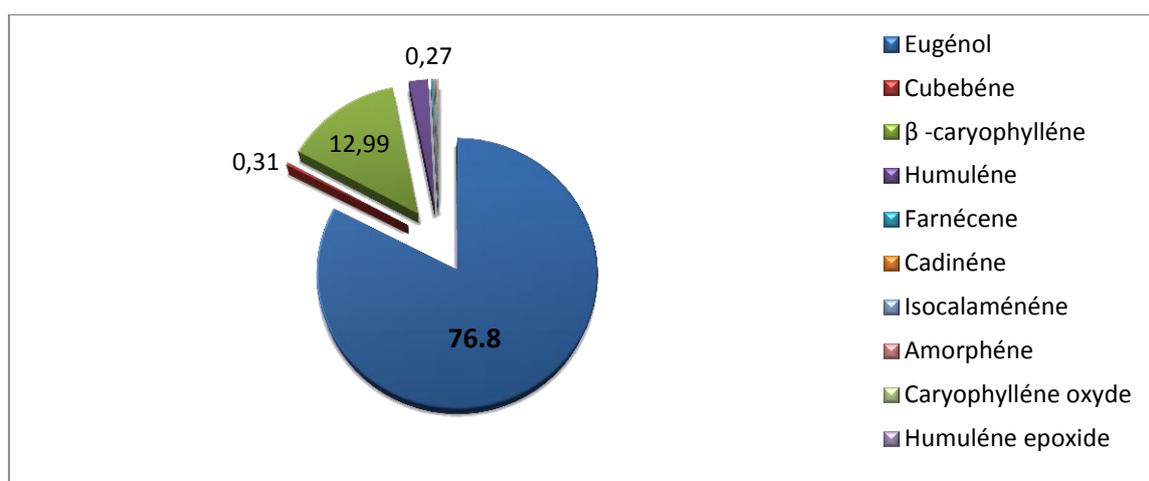
## 2.6 Principaux composés de huile essentielle et d'extrait de *Syzygium aromaticum* détectés par CPG:

L'analyse des HEs de *Syzygium aromaticum* par chromatographie en phase gazeuse a permis d'identifier 26 des composés. (Figure 28)



**Figure 28 :** Concentration en % des différents composés obtenus par analyse chromatographique en phase gazeuse de l'huile essentielle de *S.aromaticum*.

Cette technique à montre la présence de 10 composés pour l'extrait de *S.aromaticum* .les composants majeurs qui existent dans ce extrait sont : l'eugénol 76,80 % et β – caryophyllène 12,99 % .



**Figure 29:** Concentration en % des différents composés obtenus par analyse chromatographique en phase gazeuse de l'extrait de *Syzygium aromaticum*

# ***Discussion***

Les huiles essentielles d'origine végétale sont des produits importants de l'industrie de l'agriculture orientée. Elles sont couramment utilisées comme aromatisants en produits alimentaires, boissons, parfumeries, produits pharmaceutiques et cosmétiques **Burt et al. 2004 ; Hussain et al. 2008 ; Teixeira et al., 2013.**

La *Cinnamomum cassia* est une épice fréquemment utilisée au niveau mondial. Ce condiment contient en premier lieu une huile essentielle avec de divers composants chimiques de natures diverses tels que le cinnamaldéhyde et l'acide cinnamique. Il a été démontré que les dérivés de cette plante présentent des effets bénéfiques pour l'organisme à savoir, leurs pouvoirs antioxydant, anti inflammatoire, antimicrobien et anti cancérigène. D'autre part, ces produits peuvent même réduire le taux des lipides, le risque de maladies cardiovasculaires et neurologiques (**Shen et al. 2012 ; Rao et Gan, 2014**).

Les résultats relatif au rendement de l'huile essentielle de *Cinnamomum cassia* par hydrodistillation a présenté une valeur de 1,98 %, ce résultat semble en accord avec ceux de (**Krishnamoorthy et al. 1999 ; Linsheng et al. 2013**) qui ont rapporté que la même technique d'extraction donne un rendement compris entre (0.4-4.9%). A l'opposé l'extraction par soxlet a été montré un rendement de 4,27 % cette donnée n'est pas comparable à celle de (**Slavco et al. 1998**) qui a trouvé une valeur de l'ordre de 3.70%.

Cependant, le screening phytochimique préliminaire de la plante étudiée a pu révéler la présence des tannins, des amidons, des composés réducteurs, des stérols, des anthocryanes, des coumarines, et des flavonoïdes. Nos résultats sont en accord avec les travaux de **Kumaret Prakash , 2012** qui ont décelé en plus de ces composants chimiques d'autres comme les alcaloïdes, les polyphénols, les caroténoïdes, l'acide ascorbique, la thiamine, les riboflavines, et les niacines avec une dominance des polyphénols, des caroténoïdes, des flavonoïdes et d'acide ascorbique respectivement.

Par ailleurs, l'analyse chimique par CPG a montré 14 composés actifs dans huile essentielle de *cinnamomum cassia*, les principaux sont E-cinnamaldéhyde était confirmé comme étant le composant majeur avec un pourcentage de 66,54 % et Z-cinnamaldéhyde 3,22 %. Nos données ne concordent pas avec ceux de **Li et al. 2012** qui ont trouvé que le E-cinnamaldéhyde est présent avec 77,21%. De plus, la CPG à révéler la présence de 24 composés actifs dans l'extrait d'éther de pétrole. L'E-cinnamaldéhyde a été considéré comme le composant majeur avec un pourcentage 65,91 % et  $\beta$ -pinène 15,38 %.

Concernant l'activité antioxydante on testant l'huile et l'extrait de *Cinnamomum cassia*. La valeur de IC50 étaient 5,35mg /ml et 1,95mg /ml respectivement. Ces valeurs ne se concordent pas avec celles obtenue par **Yang et al. 2012** qui ont rapporté une valeur de 10.090 mg/ml.

L'activité antioxydante de l'HE est due essentiellement à la présence des composants bioactifs dans l'HE testée. Toutefois, **Vermerris et Nicholson, 2006** rapportent que ce pouvoir bioactif est dû à la complexité des extraits de plantes y compris les HE en substances polyphénoliques et la synergie entre eux pour une meilleure activité antioxydante sachant que ces composés phénoliques interfèrent avec l'oxydation des lipides en cédant leurs hydrogènes aux radicaux lipidiques, puis entrent en compétition avec les réactions de propagation (**Attou ,2011**)

clou de girofle (*Syzygium aromaticum* ) a été utilisé depuis l'antiquité comme un puissant stimulant du système nerveux, analgésique , carminatif , antispasmodique, hypotensif et potentiellement neuroprotecteur (**Djebli et al.,2012; Goetz et al.,2010**), anti-oxydantes et hépatoprotectrice et stimulant immunitaire (**Lee et Shibamoto,2001**).

L'HE et l'extrait de *syzygium aromaticum* ont été obtenus par hydrodistillation et soxlet avec des rendements de 10,24 %, et 15,33% respectivement. Ces valeurs obtenues ne concordent pas avec ceux de **Wenqiang, Shufen et al., (2006)** qui ont rapporté un rendement de 11,50 %. Cette différence en rendement peut être attribuée à plusieurs facteurs dont essentiellement, l'origine, l'espèce, la période de récolte, la durée de séchage et la technique d'extraction des huiles essentielles (**Russo et al.,1998;VanDamme, 2001; Karousou et al., 2005; Loziene et al.,2005; Pibiri,2005;Curabo et al.,2006**).

Les analyses chromatographiques des huiles essentielles de *Syzygium aromaticum* ont permis d'identifier 26 composés qui représentent principalement environ 80,83 % pour Eugénol, 10,48 % d'acétate eugenyle 7,21 %  $\beta$ -caryophyllène. Les résultats obtenus pour les différents travaux montrent que cette huile est formée essentiellement d'eugénol, d'acetate-eugenyle et  $\beta$  caryophyllène. (**Prashar et al., 1999; Lee a et al., 2001 ; Chaieb et al., 2007 ; Lee b et al., 2009**). Sachant que l'extrait est formé par 10 composants avec les mêmes composants majeurs essentiellement l'eugénol 76.80 % et  $\beta$ -caryophyllène 12 .99%.

Concernant l'activité antioxydante en testant l'huile et l'extrait de *Syzygium aromaticum*. Les valeurs de IC50 étaient 1,50 mg /ml et 2,16 mg /ml respectivement, ces résultats obtenus ne concordent pas avec ceux de **Gulcin et al. 2012** qui ont rapporté une valeur de 0,03 mg/ml.

L'eugénol est l'un des principaux composants du *S. aromaticum*, cette molécule possède une fonction alkyl et une fonction alcène en plus du groupement phénol. C'est par ailleurs une molécule très lipophile appartenant à la famille des vanilloïdes (**Ohkubo et Shibata, 1997**).

Ce dernier réagit avec le radical DPPH en réduisant un nombre égal aux groupements hydroxyles portés par la molécule de l'antioxydant (**Bonet et al. 1997**). Par ailleurs, ce n'est pas uniquement les composés majoritaires des HEC qui sont responsables de cette activité antioxydante, mais il peut y avoir aussi d'autres composés minoritaires qui peuvent interagir d'une façon synergique ou antagoniste pour créer un système efficace vis-à-vis des radicaux libres (**Gulcin et al. 2004; Dorman et al. 2000**).

# ***Conclusion***

Dans ce travail nous sommes intéressés à l'aspect qualitative et quantitative des huiles essentielles et des extraits des deux plantes médicinales à savoir «*Cinnamomum cassia*» «*Syzygium aromaticum*», ainsi que l'étude phytochimique à fin de révéler les molécules bioactifs et complété par les variations du pouvoir antioxydant.

A travers les résultats obtenus en terme de rendement pour les deux plantes on utilisant l'hydrodistillation et l'extraction par soxlet nous avons constaté que la technique la plus rentable est celle de soxlet avec un rendement de 15,33% par rapport à 4,25% pour hydrodistillation. Dans même contexte, nous avons observé une relation inversement proportionnel entre le rendement et la durée de l'hydrodistillation.

Le confectionnement de screening phytochimique a permis de révéler la présence des tannins, des amidons, des composés réducteurs, des stérols, des anthocryanes, des flavonoïdes et des coumarines pour *Cinnamomum cassia*, ces mêmes composés ont été trouvés à *Syzygium aromaticum* mis à part les coumarines.

L'analyse chromatographique indique une différence entre les composés actifs d'HE et de l'extrait de *cinnamomum cassia* au terme de quantité et diversité des composés. L'hydrodistillation nous a permis d'obtenir 14 composés dont E-cinnamaldéhyde est le composé majeur de même pour l'extraction par soxlet on a trouvé le même composé majeur mais avec un pourcentage élevé par rapport à celui obtenu par l'hydrodistillation.

En ce qui concerne *Syzygium aromaticum* la CPG a permis d'identifier 26 composants pour l'huile essentielle et 10 pour l'extrait dont le composant majeur est l'Eugénol mais avec un pourcentage différent 80,83% et 76,80% respectivement.

Les travaux réalisés par notre étude ont permis de mettre en évidence l'activité antioxydante de *Cinnamomum cassia* donnée des valeurs qui ont permis de dévoiler une activité antioxydante supérieure pour l'extrait avec une valeur de IC50% égale 1,95 mg/ml par rapport à l'huile essentielle 5,35mg/ml. Par contre, *Syzygium aromaticum* montre que l'huile essentielle donnée une activité antioxydante supérieure (1,50 mg/ml) par rapport à l'extrait (2,16mg/ml).

En terme de perspective il serait envisageable d'entreprendre les recherches suivantes :

- 1- Identification par HPLC et caractérisation par RMN des principales molécules antioxydantes "*Syzygium aromaticum*" et "*Cinnamomum cassia*".
- 2- Recherche d'activité biologique telle que l'activité anti-tumorale et l'activité anti-inflammatoire.

***Références  
bibliographiques***



- ❖ Abd El. Rahman S.N., Abdel-Haleem A.M.H., AL Mudhaffar H.M. (2010) Anti-diabetic Effect of Cinnamon Powder and Cinnamon Aqueous Extract on Serum Glucose of Rats, *International Journal of Food, Nutrition and Public Health*, 3, 183-197.
- ❖ Adisakwattana, S., Roengsamran, S., Hsu, W.H. et Yibchok-anun, S. (2005). Mechanisms of antihyperglycemic effect of p-methoxycinnamic acid in normal and streptozotocin-induced diabetic rats, *Life Sci*, 78, 406-12.
- ❖ Aiyegoro, O.A., et Okoh, A.I. (2010). Preliminary phytochemical screening and in vitro antioxidant activities of the aqueous extract of *Helichrysum longifolium* DC, *BMC Complement AlternMed*, 10(21), 2-8.
- ❖ Al-dhaher Z.A. (2008) The Antibacterial Activity of Aqueous Extract of Cinnamon and Clove Against *Staphylococcus aureus*, *Journal of Al-Nahrain University*, 11, 131-135.
- ❖ Alexandru L., Cravotto G., Giordana L., Binello A., Chemat F. (2013) Ultrasound-Assisted Extraction of Clove Buds Using Batch- and Flow-Reactors: A Comparative Study on a Pilot Scale, *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 20, 167-172.
- ❖ Ali-Shtayeh M.S., Jamous R.M., Jamous R.M. (2012) Complementary and Alternative Medicine Use Amongst Palestinian Diabetic Patients, *Complementary Therapies in Clinical Practice*, 18, 16-21.
- ❖ Anton R. and Lobstein A., 2005. *Plantes aromatiques. Epices, aromates, condiments et huiles essentielles*. Ed. Tec. & Doc., Paris, 522p.
- ❖ Arzi A., Sarkaki A., Saeed Najad S., Nazari Z., Aghel N. (2011) Analgesic Effect of Hydroalcoholic Extract of *Cinnamomum Zeylanicum* In Rat by Formalin Test, *Toxicology Letters*, 205S, S83.
- ❖ Attou, A. (2011). Contribution à l'étude phytochimique et activités biologiques des extraits de la plante *Ruta chalepensis* (Fidjel) de la région d'Ain Témouchent. Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de magister en biologie, Faculte des sciences de la nature et de la vie et des sciences, universite abou bekr belkaid Tlemcen, Algérie.
- ❖ Azab K.S., Mostafa A.-M. A., Ali E.M.M., Abdel-Aziz M.A.S. (2011) Cinnamon Extract Ameliorates Ionizing Radiation-Induced Cellular Injury In Rats, *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 74, 2324-2329.

**B**

- ❖ Baba-Aïssa F. (2000), Encyclopédie des Plantes Utiles, Flore d'Algérie et du Maghreb, Substances Végétales d'Afrique, d'Orient et d'Occident. EDAS Algérie.
- ❖ Banerjee S., Kr.Panda C., Das S. (2006) Clove (*Syzygium aromaticum* L.), A Potential Chemopreventive Agent for Lung Cancer, Carcinogenesis.
- ❖ Bardeau F, 2009. Les huiles essentielles : Découvrir les bienfaits et les vertus d'une médecine ancestrale. Edition Lanore.
- ❖ Benaraba R. (2007). Insulinorésistance et stress oxydant dans le syndrome métabolique: Etude expérimentale des effets protecteurs de microconstituants nutritionnels (polyphénols du thé, de la cannelle et chrome III). Thèse de doctorat, Université JOSEPH FOURIER. Grenoble
- ❖ Benayad N., 2008. Les huiles essentielles extraites des plantes médicinales marocaines: moyen efficace de lutte contre les ravageurs des denrées alimentaires stockées. Université Mohammed V – Agdal. Rabat.
- ❖ Benzeggouta N. (2005) Etude de l'Activité Antibactérienne des Huiles Infusées de Quatre Plantes Médicinales Connues Comme Aliments. Mémoire de Magister, Université MentouriConstantine
- ❖ Besombes C, 2008. Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydro-thermo-mécanique d'herbes aromatiques. Application généralisées. Thèse de doctorat de l'Université de la Rochelle. France.
- ❖ BI X, SOONG YY, LIM SW, et al. Evaluation of antioxidant capacity of Chinese five-spice ingredients. International Journal of food science and nutrition, 2015.
- ❖ Bouchonnet S. & Libong D, 2002. Le couplage chromatographique en phase gazeuse-spectrométrie de masse. Département de chimie, Laboratoire des mécanismes Réactionnels. Ecole polytechnique, PALAISEAU Cedex.
- ❖ Bouguerra A. 2011. Etude des activités biologiques de l'huile essentielle extraite des graines de *Foeniculum vulgare* Mill. en vue de son utilisation comme conservateur alimentaire. Mémoire demagistère. Institut de la nutrition, de l'alimentation et des technologies alimentaires (I.N.A.T.A.A.), Université Mentouri Constantine.
- ❖ Bouhadjra.K (2011), étude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge, thèse pour l'obtention du diplôme de magister, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou.

- ❖ Boz I., Burzo I., Zamfirache M.M., Toma C. and Padurariu C., 2009. Glandular trichomes and essential oil composition of *Thymus pannonicus* All. (Lamiaceae). *Analele Universitatii din Oradea, Fascicula Biologie*.
- ❖ Bruneton J , 1999 . *Pharmacognosie, phytochimie. Plantes médicinales. Edition Technique et documentation, 3 ème Edition Lavoisier, Paris.*
- ❖ Bruneton J. (1993). *Pharmacognosie: phytochimie, plantes médicinales. 2ième éd. Tec. et Doc., Lavoisier, Paris, France.*
- ❖ Bruneton,J., 2008. *Pharmacognosie – phytochimie , plantes médicinales, 4eme éd., revue et augmentée, Paris, Tec & Doc- Edition médicales interationales.*

## C

- ❖ Cavalli J-F , 2002 . *Caractérisation par CPG/IK, CPG/SM et RMN du carbone-13 d'huiles essentielles de madagascar. Thèse de doctorat de l'Université de Corse.*
- ❖ Charpentier B., Hamon-Lorleac'h F, Harlay A., Ridoux L., et Chanselle S. 2008 . *Guide du préparateur en pharmacie. 3ème édition, Elsevier Masson.*
- ❖ Chou , S .T., Chang, W. L., Chang, C. T., Hsu, S .L. , Lin, Y .C and Shih,Y. (2013). *Cinnamomum cassia Essential Oil Inhibits  $\alpha$ -MSH-Induced Melanin Production and Oxidative Stress in Murine B16 Melanoma Cells, Int. J. Mol. Sci, 14.*

## D

- ❖ Dayan F.E., Cantrell C.L., Duke S.O. (2009) *Natural Products in Crop Protection, Bioorganic & Medicinal Chemistry.*
- ❖ Degryse A.C., Delpla I. & Voinier M.A., 2008. *Risques et bénéfices possibles des huiles essentielles. Atelier santé environnement -IGS- EHESP.*
- ❖ Dhuley, J.N. (1999). *Anti-oxidant effects of cinnamon (Cinnamomum verum) bark and greater cardamom (Amomum subulatum) seeds in rats fed high fat diet, Indian J Exp Biol .*
- ❖ Dohou N., Yamni K., Tahrouch S., Idrissi Hassani L.M., Badoc A., Gmira N. (2003) *Screening phytochimique d'une endemique Ibéro-Marocaine, Thymelaea lythroides. Bulletin de la Société de Pharmacie de Bordeaux.*

## E

- ❖ El-Olemy M.M., Al-Muhtadi F.J., Afifi A.A. (1994) *Experimental Phytochemistry. A Laboratory Manual. King Saud University Press, Riyadh, Saudi Arabia.*

- ❖ Emamghoreishi M., Ghasemi F. (2011) Antidepressant Effect of Aqueous and Hydroalcoholic Extracts of *Cinnamon zeylanicum* in the Forced Swimming Test, Asian Journal of Psychiatry.

## F

- ❖ Fabrice, B. (2009). Les huiles essentielles, Propriétés et utilisations de l'aromathérapie. Guide (broché).
- ❖ Fayemiwo K.A., Adeleke M.A., Okoro O.P., Awojide S.H., Awoniyi I.O. (2014) Larvicidal Efficacies and Chemical Composition of Essential Oils of *Pinus sylvestris* and *Syzygium aromaticum* Against Mosquitoes, Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine.
- ❖ Florent, D.G. (2011). Caractérisation de nouvelles molécules et variabilité chimique de trois plantes du continuum corse-sardaigne: *Chamaemelum mixtum*, *Anthemis maritima* et *Eryngium maritimum*. Thèse de doctorat en chimie. Université de Corse Pascal Paoli. France
- ❖ Fouché J.G., A. Marquet, A. Hambuchers., 2008. Les plantes médicinales de la plante au médicament conception et réalisation.
- ❖ FOUCHE J.G., MARQUET A. & HAMBUCKERS. (2000). Les plantes médicinales, de la plante au médicament. Observatoire u mone sont plantes sart-tilman.
- ❖ Fratini F., Casella S., Leonardi M., Pisseri F, Ebani V.V., Pistelli L., Pistelli L. (2014) Antibacterial Activity of Essential Oils, Their Blends and Mixtures of Their Main Constituents Against Some Strains Supporting Livestock Mastitis, Fitoterapia.

## G

- ❖ Ghedira K., Goetz P., Le Jeune R. (2010) *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & Perry (*Myrtaceae*) Giroflier, Phytothérapie.
- ❖ Gildo P., 2006. Précis de phytothérapie, Larousse Encyclopedie MENO, Edition Alpen.
- ❖ Gowder, S.J. and Devaraj, H. (2006). Effect of the food flavour cinnamaldehyde on the antioxidant status of rat kidney, Basic Clin Pharmacol Toxicol.
- ❖ Gülçin I., Elmastas M., Aboul-Enin H.Y. (2012) Antioxidant Activity of Clove Oil – A Powerful Antioxidant Source, Arabian Journal of Chemistry.
- ❖ Guynot M.E., Marin S., Seto L., Sanchis V., Ramos A.J. (2005) Screening for Antifungal Activity of Some Essential Oils Against Common Spoilage Fungi of Bakery Products, Food Science and Technology International.

## H

- ❖ Hazzit M., 2002. Arômes alimentaires. Thèse magister, USTHB, Alger.
- ❖ Hellal.Z (2011), Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et antioxydantes de certaines huiles essentielles extraites des Citrus. Application sur la sardine (*Sardina pilchardus*). Mémoire de Magister, Université Mouloud Mammeri De Tizi-Ouzou.
- ❖ Hemwimon S., Pavasant P. et Shotiprux A. 2007 . Microwave-assisted extraction of antioxidative anthraquinones from roots of *Morinda citrifolia*. Separation and purification technology.
- ❖ Hernandez-Ochoa, 2005 Substitution de solvants et matières actives de synthèse par combiné "Solvant: Actif". D'origine végétale. Thèse de doctorat de l'institut National Polytechniques de Toulouse. France

## I

- ❖ Ivanovic J., Dimitrijevic-Brankovic S., Mistic D., Ristic M., Zizovic I. (2013) Evaluation and Improvement of Antioxidant and Antibacterial Activities of Supercritical Extracts From Clove Buds, Journal of Functional Foods.

## K

- ❖ Kamatou G.P., Vermaak I., Viljoen A.M. (2012) Eugenol—From the Remote Maluku Islands to the International Market Place: A Review of a Remarkable and Versatile Molecule, Molecules.
- ❖ Kandhare A.D., Bodhankar S.L., Singh V., Mohan V., Thakurdesai P.A. (2013) AntiAsthmatic Effects of Type-A Procyanidine Polyphenols From Cinnamon Bark in OvalbuminInduced Airway Hyperresponsiveness In Laboratory Animals, Biomedicine & Aging Pathology.
- ❖ Khan M.S.A., Ahmad I. (2011) *In Vitro* Antifungal, Anti-Elastase and Anti-Keratinase Activity of Essential Oils of *Cinnamomum*-, *Syzygium*- and *Cymbopogon*-Species Against *Aspergillus fumigatus* and *Trichophyton rubrum*, Phytomedicine.
- ❖ Khan M.T.H., Ather A., Thompson K.D., Gambari R. (2005) Extracts and Molecules From Medicinal Plants Against Herpes Simplex Viruses, Antiviral Research.
- ❖ Kim H.M., Lee E.H., Hong S.H., Shin M.K., Kim S.H. and Shin T.Y. (1998). Effect of *Syzygium aromaticum* extract on immediate hypersensitivity in rats. J.Ethnopharmacol.
- ❖ Kim, S.H., Hyun, S.H. and Choung, S.Y. (2006). Anti-diabetic effect of cinnamon extract on blood glucose in db/db mice, J Ethnopharmacol.

- ❖ Kloucek P., Smid J., Frankova A, Kokoska L., Valterova I., Pavela R. (2012) Fast Screening Method for Assessment of Antimicrobial Activity of Essential Oils in Vapor Phase, Food Research International.
- ❖ Kosh Komba E., 2004. Propriété antifongique d'huiles essentielles de quatre espèces d'Eucryotytus de campus universitaire de Lomé (Togo). Mémoire de DEA de biologie de développement, Faculte des sciences, Université de Lomé.
- ❖ Kraft K., Hobbs C. (2004) Pocket Guide to Herbal Medicine. Thieme, Stuttgart, New York.
- ❖ Kumar U., Kumar B., Bhandari A., Kumar Y. (2010) Phytochemical investigation and comparison of antimicrobial screening of clove and cardamom. International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research.
- ❖ Kurokawa M., Hozumi T., Basnet P., Nakano M., Kadota S., Namba T., Kawana T., Shiraki K. (1998) Purification and Characterization of Eugeniiin as an Antiherpesvirus Compound from *Geum japonicum* and *Syzygium aromaticum*, The Journal of Pharmacology and Experimental Therapeutics.

## L

- ❖ Lai, P.K. et Roy, J. (2004). Antimicrobial and chemopreventive properties of herbs and spices, Curr Med Chem.
- ❖ Laib, I. (2012). Nature & Technologie Etude des activités antioxydante et antifongique de l'huile essentielle des fleurs sèches de *Lavandula officinalis* : application aux moisissures des légumes secs, Revue « Nature & Technologie ».
- ❖ LARY J-M. & HABERKORN V . (2007). L'aromathérapie et les huiles essentielles. Revue e kinésithérapie.
- ❖ Lee, J.S., Choi, M.S., Jeon, S.M., Jeong, T.S., Park, Y.B., Lee, M.K. and Bok, S.H. (2001). Lipid-lowering and antioxidative activities of 3,4-di(OH)-cinnamate and 3,4- di(OH)-hydrocinnamate in cholesterol-fed rats, Clin Chim Acta.
- ❖ Leung A. Y. (1980) Encyclopedia of Common Natural Ingredients Used in Food, Drugs and Cosmetics. Wiley-Interscience Publication New York.
- ❖ Liu H., Qiu N., Ding H., Yao R. (2008) Polyphenols Contents and Antioxidant Capacity of 68 Chinese Herbals Suitable for Medical or Food Uses, Food Research International.
- ❖ Lucchesi ,2005 Extraction sans solvant assistée par micro-ondes conception et application à l'extraction des huiles essentielles . Thèse de doctorat en sciences , iscipline: chimie. Université de la réunion, faculté des sciences et technologies .

- ❖ Lucchesi, M.E., Chemat F., Smadja, J. (2004). Solvent free microwave extraction of essential oil from aromatic herbs: Comparison with conventional hydro-distillation. J. Chromatogr. A.

## M

- ❖ Maheshwari, R.K., Chauhan, A.K., GUPTA, A., SHARMA, S. (2013). Cinnamon: an imperative spice for human comfort, IJPRBS.
- ❖ Marongiu B., Piras A., Porcedda S., Tuveri E., Sanjust E., Meli M., Sollai F., Zucca P., Rescigno A. (2007) Supercritical CO<sub>2</sub> Extract of *Cinnamomum zeylanicum*: Chemical Characterization and Antityrosinase Activity, Journal of Agricultural and Food Chemistry.
- ❖ Marrouf, G. Tremblin, Abrégé de biochimie appliquée, EDP sciences 2009.
- ❖ Martin, J.A., Brooks, D.A., Prieto, L., Gonzalez, R., Torrado, A., Rojo, I., Lopez de Uralde, B., Lamas, C., Ferritto, R., Dolores Martin-Ortega, M. et al. (2005). 2-Alkoxydihydrocinnamates as PPAR agonists. Activity modulation by the incorporation of phenoxy substituents, Bioorg Med Chem Lett.
- ❖ Mebarki N. (2010). Extraction de l'huile essentielle de *Thymus fontanesii* et application à la formulation d'une forme médicamenteuse – antimicrobienne. Mémoire de magister en génie des procédés chimiques et pharmaceutiques. Université M'hamed Bougara Boumerdes. Algérie.
- ❖ Millet, F. (2013). Le grand guide des huiles essentielles. Paris: Edition Marabout. 479p.
- ❖ Mohammedi Z, (2006). Etude du pouvoir antimicrobien et antioxydant de quelques plantes de la région de Tlemcen. Thèse de magister. Option: Produits naturels, activité biologique et synthèse. Faculté des sciences. Université ABB. Tlemcen. Algérie.
- ❖ Mustafa, Z.O., Hilal, K.,(2004). "Superheated water extraction, steam distillation and Soxhlet extraction of essential oils of *Origanum onites*". Anal Bioanal Chem.

## O

- ❖ Oussalah M., Caillet S., Saucier L.& Lacroix M.2007. Inhibitory effects of selected plant essential oils on the growth of four pathogenic bacteria: *E.coli* O157:H7 *Salmonella* *Thyphimurium*, *Staphylococcus aureus* et *Listeria monocytogenes*. Food Control.

## P

- ❖ Paolini J, 2005. Caractérisation des huiles essentielles par CPG/Ir, CPG/SM-(IE et IC) et RMN du carbone-13 de *Cistus albidus* et deux *Asteraceae* Endémiques de Corse:

- Eupatorium cannabinum subsp. Corsicum* et *Doronicum Corsicum*. Thèse de doctorat de l'Université de corse. France.
- ❖ Pibiri M.C, 2005. Assainissement microbiologique de l'air et des système de ventilation au moyen d'huile essentielle. Thèse de doctorat. Polytechniques Fédérale de Lausanne.
  - ❖ Pibiri, . (2006). Assainissement microbiologique de l'air et des systèmes de ventilation au moyen d'huiles essentielles. Thèse de doctorale. Ecole poly technique fédérale, EPFL. Lausanne(Suisse).
  - ❖ Piochon M , 2008. Etude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore Laurentienne: composition chimique, activités pharmacologiques et héli-synthèse. Mémoire, Université du Québec à Chicoutimi, Canada.
  - ❖ Pisano M., Pagnan G., Loi M., Mura M.E., Tilocca M.G., Palmieri G., Fabbri D., Dettori M.A., Delogu G., Ponzoni M., Rozzo C. (2007) Antiproliferative and Pro-Apoptotic Activity of Eugenol-Related Biphenyls on Malignant Melanoma Cells, *Molecular Cancer* , 6, 8.
  - ❖ Pourmortazavi S.M. & Hajimirsadeghi S.S. 2007. "Supercritical fluid extraction in plant essential and volatile oil analysis" *Journal of chromatography A*.
  - ❖ Prasad, N.S., Raghavendra, R., Lokesh, B.R. et Naidu, K.A. (2004). Spice phenolics inhibit human PMNL 5-lipoxygenase, *Prostaglandins Leukot Essent Fatty Acids*.

## R

- ❖ Rafatullah S., Alqasoumi S., Al-Dosary M., Al-Yahya M., Al-Mofleh I. (2011) Gastroprotective Effect of a Popular Spice Cinnamon "*Cinnamomum zeylanicum*" In Rats, *European Journal of Pharmacology*.
- ❖ Rammal, H., Farhan, H., Hijazi, A., et Badran, B. (2012). Preliminary phytochemical screening and extraction of polyphenol from stems and leaves of a lebanese plant *Malva parviflora* L ., *Int J Curr Pharm Res*.
- ❖ Richard H. (1974) Quelques épices et aromates et leurs huiles essentielles. *In* Actualités scientifiques et techniques en industries agro-alimentaires. Ialine Agorial – Normandie St-LÖ.
- ❖ Richard H., Loo A. (1992) Nature, origine et propriétés des épices et aromates bruts. *In* Richard H (Coordonnateur) *Epice et Aromates*. Tec et Doc - Lavoisier, Apria.
- ❖ Roux D, 2008 . Conseil en aromathérapie. 2<sup>ème</sup> édition , *Pro-Officina*.

## S

- ❖ Schoene N.W., Kelly M.A., Polansky M.M., Anderson R.A. (2009) A Polyphenol Mixture From Cinnamon Targets p38 MAP Kinase-Regulated Signaling Pathways to Produce G2/M Arrest, *Journal of Nutritional Biochemistry*.
- ❖ Senhaji O., Faid M., Elyachioui M., Dehhaoui M. (2005) Etude de l'activité antifongique de divers extraits de cannelle. *Journal de Mycologie Médicale*.
- ❖ Shan B., Cai Y.Z., Sun M., Corke H. (2005) Antioxidant Capacity of 26 Spice Extracts and Characterization of Their Phenolic Constituents. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*.
- ❖ Shukri R., Mohamed S., Mustapha N.M. (2010) Cloves Protect the Heart, Liver and Lens of Diabetic Rats, *Food Chemistry*.
- ❖ Singh G., Maurya S., deLampasona M.P., Catalan C.A.N. (2007) A Comparison of Chemical, Antioxidant and Antimicrobial Studies of Cinnamon Leaf and Bark Volatile Oils, Oleoresins and Their Constituents, *Food and Chemical Toxicology*.
- ❖ Subash Babu P., Prabuseenivasan S., Ignacimuthu S. (2007) Cinnamaldehyde – A Potential Antidiabetic Agent, *Phytomedicine*.
- ❖ Subash, B.P., Prabuseenivasan, S. et Ignacimuthu, S. (2007). Cinnamaldehyde - a potential antidiabetic agent, *Phytomedicine*.
- ❖ Sudan R., Bhagat M., Gupta S., Chitrarakha, Devi T. (2013) Comparative Analysis of Cytotoxic and Antioxidant Potential of Edible *Cinnamomum verum* (bark) and *Cinnamomum tamala* (Indian bay leaf), *Free Radicals and Antioxidants*.
- ❖ Susheela, R., 2007, *Hand Book of Spices, Seasonings and Flavorings*, 2 nd Edn, Taylor and Francis Group, LLC, Boca Raton, London New York.

## T

- ❖ Teusher E., Anton R. & Lobstein A. 2005. *Plantes aromatiques. Epices, aromates, condiments et huiles essentielles*. Tec &Doc, Paris.
- ❖ Tworowski T. (2002) *Herbicide Effects of Essential Oils*, *Weed Science*.

## U

- ❖ Unlu M., Ergene E, Unlu G.V., Zeytinoglu H.S., Vural N. (2010) Composition, Antimicrobial Activity and *In Vitro* Cytotoxicity of Essential Oil From *Cinnamomum zeylanicum* Blume (Lauraceae), *Food and Chemical Toxicology*.

## V

- ❖ Van Wyk B.-E., Wink M. (2004) Medicinal Plants of The World. Briza Publication, South Africa.
- ❖ Vetal S., Bodhankar S.L., Mohan V., Thakurdesai P.A. (2013) Anti-Inflammatory and AntiArthritic Activity of Type-A Procyanidine Polyphenols From Bark of *Cinnamomum zeylanicum* In Rats, Food Science and Human Wellness.
- ❖ Viteri Jumbo L.O., Faroni L.R.A., Oliveira E.E., Pimentel M.A., Silva G.N. (2014) Potential Use of Clove and Cinnamon Essential Oils to Control the Bean Weevil, *Acanthoscelides obtectus* Say, In Small Storage Units, Industrial Crops and Products.

## W

- ❖ Wenqtang,G.;Shufen,L. ;Ruixiang,Y.;Shaokun,T.;Can,Q.2007.Comparisonofessentialoilsof Clove buds extracted with supercritical carbon dioxide and other three traditional Extraction methods. Food chem.
- ❖ Werner, M. (2000). Guide de l’Aromathérapie. Marabout.

## Y

- ❖ Yang Y.-C., Lee H.-S., Lee H.S., Clark L.M., Ahn Y.-J. (2005) Ovicidal and Adulticidal Activities of *Cinnamomum zeylanicum* Bark Essential Oil Compounds and Related Compounds Against *Pediculus humanus capitis* (Anoplura: Pediculicidae), International Journal for Parasitology.

## Z

- ❖ ZHIRI A . (2006) . les huiles essentielles un pouvoir antimicrobien avéré . Nutra news. Science, nutrition, prévention et santé. Edité par l fondation pour le libre choix.
- ❖ Zhuang M., Jiang H., Suzuki Y., Li X., Xiao P., Tanaka T., Ling H., Yang B., Saitoh H., ZhangL., Qin C., Sugamura K., Hattori T. (2009) Procyanidins and Butanol Extract of Cinnamomi Cortex Inhibit SARS-CoV Infection, Antiviral Research.